

Metall··· π -Aren-Wechselwirkungen als strukturbildendes Motiv in Komplexen mit sterisch anspruchsvollen Triazenidoliganden

Von der Fakultät Chemie der Universität Stuttgart
zur Erlangung der Würde eines Doktors
der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Abhandlung

vorgelegt von
Hyui Sul Lee
aus Seoul

Hauptberichter:	Prof. Dr. G. Becker
Mitberichter:	Prof. Dr. D. Gudat
Tag der mündlichen Prüfung:	3.8.2011

Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart

2011

Inhaltsverzeichnis

Inhalt	3
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen	5
Numerierung der Verbindungen	6
Verzeichnis der aus dieser Arbeit hervorgegangenen Publikationen	6
Zusammenfassung	7–11
Summary	12–16
I. Einleitung	17–22
II. Gang der Untersuchungen	23–98
II.1 Donoreigenschaften von Triazeniden	23–37
II.1.1 Überblick	23
II.1.2 Synthese und Charakterisierung des Bis(biphenyl)triazens TphN ₃ H	25
II.1.3 Synthese und Charakterisierung von Kupfertriazeniden	28
II.2 Alkalimetalltriazenide	38–52
II.2.1 Überblick	38
II.2.2 Synthese und Charakterisierung	39
II.2.3 NMR-Spektroskopie der Metalltriazenide MN ₃ Tph ₂	50
II.3 Isostrukturelle Kalium- und Thalliumtriazenide	53–63
II.3.1 Überblick	53
II.3.2 Synthese, Charakterisierung und DFT-Rechnungen	57
II.4 Protolysereaktionen mit Triazenen	64–72
II.4.1 Überblick	64
II.4.2 Synthese und Charakterisierung	65
II.5 Thermolyse von (Pentafluorphenyl)-erdalkalimetall- und -europiumtriazeniden	73–98
II.5.1 Überblick	73

II.5.2 Synthese und Charakterisierung von molekularen Erdalkalimetall- und Europiumtriazeniden	74
II.5.3 Synthese und Charakterisierung von Erdalkalimetall- und Europiumfluorid-Clustern	91
III. Experimenteller Teil	99–124
III.0 Allgemeines	99
III.1 Darstellung des Triazens 1a und der Kupfertriazenide	102
III.2 Darstellung der Alkalimetall- und Thalliumtriazenide	106
III.3 Darstellung von heteroleptischen Zink-, Aluminium-, Eisen(II)- und Erbiumtriazeniden durch Metallierung von 1a	111
III.4 Pentafluorphenyl-erdalkalimetall- und Pentafluorphenyl-europiumtriazenide als Prekursoren für molekulare Metallfluoride und homoleptische Metalltriazenide	115
III.5 Pentafluorphenyl-erdalkalimetall- und Pentafluorphenyl-europiumtriazenide als Prekursoren für Metallfluorid-Cluster	121
Literatur- und Anmerkungsverzeichnis	125–134
Anhang	135–251

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

18-cr-6	18-Krone-6
Ar	Aryl
Ar*	2,4,6,2'',4'',6''-Hexa- <i>iso</i> -propyl-1,1':3';1''-terphenyl- $C^{2'}$
Btsa	Bis(trimethylsilyl)amido
Bph	Biphenyl
<i>t</i> Bu	<i>tert</i> -Butyl
CN	Koordinationszahl
Cp	Cyclopentadienyl
Cp*	Pentamethylcyclopentadienyl
Dip	2,6-Di- <i>iso</i> -propylphenyl
DME, <i>dme</i> [†]	1,2-Dimethoxyethan
Dmp	2,4,6,2'',4'',6''-Hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl- $C^{2'}$
Dpp	1,1':3',1''-Terphenyl- $C^{2'}$ (<i>m</i> -Terphenyl)
Et	Ethyl
Me	Methyl
Me ₄ Ter	3,5,3'',5''-Tetramethyl-1,1':3';1''-terphenyl- $C^{2'}$
Mes	2,4,6-Trimethylphenyl (Mesityl)
Mph	2',4',6'-Trimethylbiphenyl- C^2
MW	Mittelwert
Naph	1-Naphthyl
Ph	Phenyl
THF, <i>thf</i>	Tetrahydrofuran
Tol	4-Methyl-phenyl
Tph	2',4',6'-Tri- <i>iso</i> -propylbiphenyl- C^2
Trip	2,4,6-Tri- <i>iso</i> -propylphenyl
Xyl	2,6-Dimethylphenyl
{ <i>nnn</i> }	Zahlenwerte in geschweiften Klammern sind Mittelwerte

[†] Koordinierte Solvensmoleküle werden zur Unterscheidung klein geschrieben

Numerierung der Verbindungen

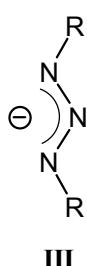
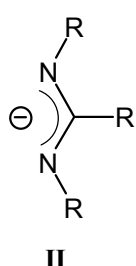
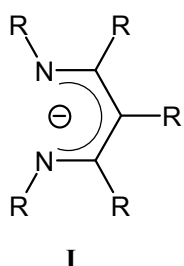
1a	HN_3Tph_2	12a	$[\text{MeZnN}_3\text{Tph}_2]$
1b	$\text{HN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}$	13a	$[\text{EtZnN}_3\text{Tph}_2]$
2a	$[\text{CuN}_3\text{Tph}_2]$	14a	$[\text{Me}_2\text{AlN}_3\text{Tph}_2]$
3a	$[\textit{t}\text{BuNCCuN}_3\text{Tph}_2]$	15a	$[\text{BtsaFeN}_3\text{Tph}_2]$
3b	$[\textit{t}\text{BuNCCuN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$	16a	$[(\text{MeC}_5\text{H}_4)_2\text{ErN}_3\text{Tph}_2]$
4a	$[(\text{Ph}_3\text{P})_2\text{CuN}_3\text{Tph}_2]$	17b	$[(\text{thf})_2\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$
5a	$[\text{LiN}_3\text{Tph}_2]$	18b	$[(\text{thf})\text{CaF}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$
6a	$[\text{NaN}_3\text{Tph}_2]$	19b	$\text{Me}_3\text{SnN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}$
7a	$[\text{KN}_3\text{Tph}_2]$	20b	$\text{H}_2\text{PhSiN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}$
8a	$[\text{RbN}_3\text{Tph}_2]$	21b	$[\text{Sr}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2]$
9a	$[\text{CsN}_3\text{Tph}_2]$	22b	$[(\text{dme})\text{Sr}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2]$
10a	$[(\text{thf})\text{LiN}_3\text{Tph}_2]$	23b	$[\text{Ba}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2]$
11a	$[\text{TlN}_3\text{Tph}_2]$	24b	$[\text{Eu}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2]$

Verzeichnis der aus dieser Arbeit hervorgegangenen Publikationen

- [1] Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2006**, *45*, 6126–6128.
Inverse Aggregation Behaviour in Alkali Metal Triazenides.
- [2] Lee, H. S.; Hauber, S.-O.; Vinduš, D.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2008**, *47*, 4401–4412.
Isostructural, Weakly Associated Potassium and Thallium Salts of Sterically Crowded Triazenes: A Structural and Computational Study.
- [3] Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2010**, *49*, 730–735.
Homoleptic Heavy Alkaline Earth and Europium Triazenides.
- [4] Litlabø, R., Lee, H. S., Niemeyer, M., Törnroos, K. W., Anwander, R. *Dalton Trans.* **2010**, *39*, 6815–6825.
Rare-Earth Metal Bis(tetramethylaluminate) Complexes Supported by a Sterically Crowded Triazenido Ligand.
- [5] Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chim. Acta* **2011**, *374*, 163–170.
Sterically Crowded Triazenides as Novel Ancillary Ligands in Copper Chemistry.

Zusammenfassung

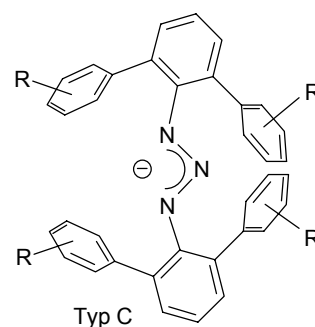
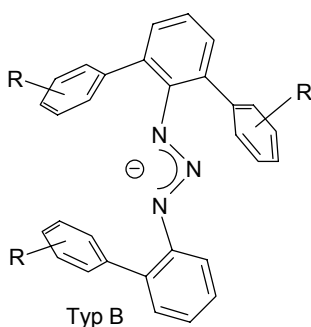
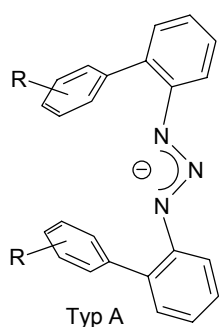
Die Entwicklung alternativer Ligandensysteme mit der Fähigkeit, monomere Metallkomplexe zu stabilisieren und gleichzeitig neuartige Reaktivitäten zu induzieren, hat die Organometallchemie im letzten Jahrzehnt immer wieder beflügelt. Im Vordergrund stehen dabei potentielle Anwendungen in der Katalyse oder der organischen Synthese. Monoanionische, chelatisierende N-Donorliganden, die



in jüngster Zeit viel Aufmerksamkeit auf sich gezogen haben, sind beispielsweise die β -Diketiminat (I) und Amidinat (II). Viel weniger beachtet wurden dagegen die verwandten Triazenide (III). Dies liegt vor allem daran, daß sterisch anspruchsvolle Liganden, die unerwünschte Ligandumverteilungsreaktionen unterdrücken können und eine

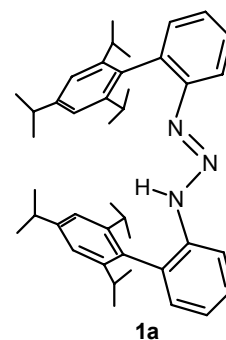
bessere Kontrolle der elektronischen und sterischen Eigenschaften am Metall erlauben, bis vor kurzem unbekannt waren.

Zu Beginn dieser Arbeit waren von den in unserem Arbeitskreis entwickelten sterisch anspruchsvollen Triazenido-Liganden zwei Varianten mit unterschiedlichen Substitutionsmustern bekannt. Dabei handelte es sich zum einen um unsymmetrisch substituierte Biaryl(*m*-terphenyl)triazenide vom Typ B und zum anderen um symmetrisch substituierte Bis(*m*-terphenyl)triazenide vom Typ C. Die Neigung dieser Liganden zur Ausbildung sekundärer Metall- π -Aren-Wechselwirkungen hängt entscheidend von der Konformation des Ligandengerüsts ab, wobei prinzipiell eine besonders gute Abschirmung der Metallatome durch die koplanare Anordnung der zentralen N₃-Fragmente mit den substituierten Arenringen erreicht werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit sollte deshalb die



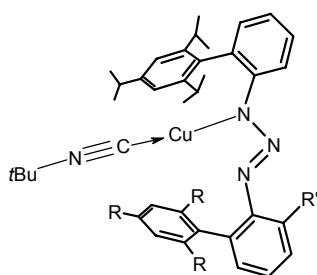
Koordinationschemie der bisher unbekannten Bis(biphenyl)triazenide vom Typ A untersucht werden. Ein Fernziel sollte dabei die Synthese von triazenido-stabilisierten Seltenerdmetallorganen sein, da diese für potentielle Anwendungen in der Katalyse von großem Interesse sind.

Durch Umsetzung des Lithiumaryls LiTph (Tph = 2-TripC₆H₄ mit Trip = 2,4,6-*i*Pr₃C₆H₂) mit dem Arylazid TphN₃ und anschließender wäßriger Aufarbeitung gelang die Darstellung des Triazens HN₃Tph₂ (**1a**) im Dekagramm-Maßstab und in guter Ausbeute. Nach dem Ergebnis einer Einkristallstrukturanalyse zeigt **1a** eine *trans*-Konfiguration an der zentralen N=N-Doppelbindung sowie eine *syn/syn*-Anordnung der Tph-Substituenten und besitzt damit in seiner deprotonierten Form beste Voraussetzungen zur Ausbildung sekundärer Metall- π -Aren-Wechselwirkungen.



Donorfreie Kupfertriazenide wurden durch Metallierung der beiden Triazene **1a** und **1b** (Dmp(Tph)N₃H) mit Mesitylkupfer erhalten. Der blaßgelbe Komplex [Cu(N₃Tph₂)] (**2a**) kristallisiert als Dimer, in dem die beiden Metallatome durch zwei Triazenido-Liganden $\mu, \eta^1/\eta^1$ -artig verknüpft sind, während der analoge Komplex [Cu{N₃(Dmp)Tph₂}] (**2b**) nur *in situ* erzeugt werden konnte. Die 1:1-Addukte mit *t*-Butylisonitril, [Tph₂N₃Cu←CN^{*t*}Bu] (**3a**) und [Dmp(Tph)N₃Cu←CN^{*t*}Bu] (**3b**), ließen sich durch Reaktion von **2a** oder **2b** mit einer stöchiometrischen Menge des Donors darstellen. Die Reaktion von **2a** mit Triphenylphosphan führt unabhängig vom gewählten Molverhältnis zur Bildung des 2:1-Addukts [CuN₃Tph₂(PPh₃)₂] (**4a**).

Wie in unserem Arbeitskreis durch quantenchemische Rechnungen an den phenylsubstituierten Modellsystemen schon früher gezeigt werden konnte, sind Triazenide schwächere Donoren als die isoelektronischen Amidinate und die verwandten β -Diketiminat.

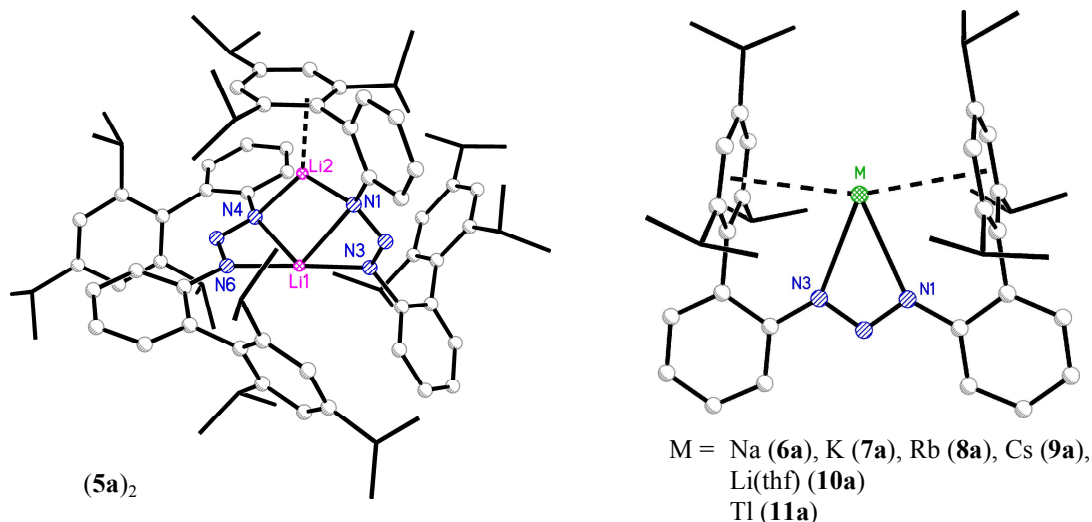


3a: R = *i*Pr, R' = H
3b: R = Me, R' = Mes

Mit den dargestellten Isonitriladdukten **3a** und **3b** ist es nun möglich, den Donorcharakter der Triazenidoliganden experimentell zu untersuchen. Als IR-spektroskopische Sonde dient dabei die $\nu(\text{C}\equiv\text{N})$ -Schwingungsbande des Isonitril-Liganden. Die beobachteten Absorptionen von 2199 cm⁻¹ (**3a**) und 2193 cm⁻¹ (**3b**) sind gegenüber entsprechende Banden in Kupfer- β -diketiminaten (2121 bis 2148 cm⁻¹) oder einem Kupfer-tris(pyrazolyl)borat (2155 cm⁻¹) zu deutlich höheren Energien verschoben.

Ein vollständige Reihe alkanlöslicher Alkalimetalltriazenide [M(N₃Tph₂)] mit {M = Li (**5a**), Na (**6a**), K (**7a**), Rb (**8a**), Cs (**9a**)}, deren Vertreter als Transferreagentien für Salzmetathese-Reaktionen geeignet sein sollten, wurde durch Metallierung des Triazens **1a** mit *n*-Butyllithium oder Alkalimetall synthetisiert. Bemerkenswerterweise zeigen diese Verbindungen im Festkörper ein

ungewöhnliches inverses Aggregationsverhalten: der Aggregationsgrad nimmt dabei entgegen der Erwartung mit zunehmender Größe des Alkalimetallkations ab. Die schweren Homologen Na–Cs kristallisieren als diskrete Monomere, in denen die Kationen mit den Arenringen der flankierenden Arylreste wechselwirken; demgegenüber ist das Lithiumsalz dimer und zeigt weniger ausgeprägte π -Kontakte.

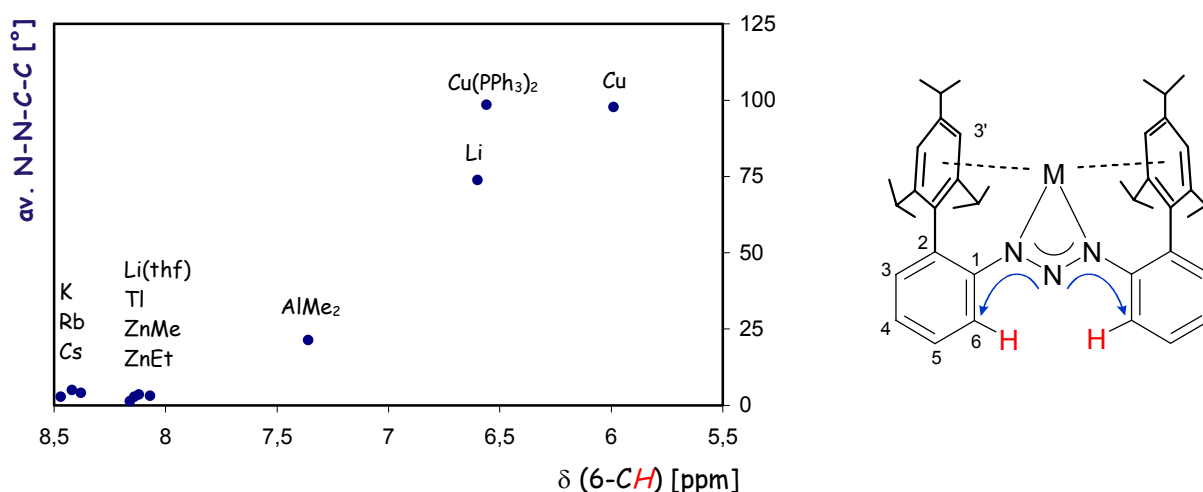


Mit Thalliummethanolat als Metallierungsreagenz gelang die Synthese des Komplexes [Tl(N₃Tph₂)] (**11a**). Obwohl einige einfache anorganische Thallium- und Kaliumsalze isotyp kristallisieren trifft dies nicht für molekulare Organometall- oder Komplexverbindungen zu. Es gibt nur sehr wenige Beispiele strukturell charakterisierter K(I) und Tl(I)-Spezies gleicher Zusammensetzung wie etwa die Verbindungen [MCp] und [MN(SiMe₃)₂]; sie unterscheiden sich aber in ihren Festkörperstrukturen stets deutlich. Die Triazenide **7a** und **11a** sind die ersten Vertreter von isomorph, d. h. in der gleichen Raumgruppe mit sehr ähnlichen Zellparametern kristallisierenden molekularen Verbindungen dieser Metalle.

Trotz dieser Isomorphie werden jedoch signifikante Unterschiede bei den Bindungsparametern beobachtet. So sind die mittleren Tl–N-Abstände etwa 12 pm kürzer als die K–N-Bindungen. Ein umgekehrtes Verhalten wird bei den sekundären Metall \cdots (π -Aren)-Wechselwirkungen beobachtet, die bei dem Kaliumderivat deutlich kürzer ausfallen. Beides läßt sich mit dem höheren kovalenten Charakter der Tl–Ligand-Bindungen erklären; dies wird durch NBO-Populationsanalysen bestätigt. Erwähnenswert ist, daß sich die M \cdots (π -Aren)-Wechselwirkungen durch DFT-Rechnungen mit Standardfunktionalen wie B3LYP nur sehr schlecht modellieren lassen. Hier weichen die berechneten M \cdots C-Abstände um bis zu 30 pm von den experimentell bestimmten Werten ab. Funktionale, die Dispersionskräfte besser beschreiben wie das von *Truhlar* eingeführte Funktional MPW1B95, liefern dagegen sehr viel bessere Ergebnisse mit Abweichungen kleiner 5 pm.

Leider verliefen die geplanten Salzmetathesereaktionen zwischen Alkalimetall- oder Thalliumtriazeniden und Seltenerdmetallhalogeniden $[\text{LnX}_3(\text{thf})_x]$, $X = \text{Cl, Br, I}$; $[\text{LnI}_2(\text{thf})_x]$ bisher enttäuschend und führten nicht zu den gewünschten Produkten. Deshalb wurden alternativ Protolysereaktionen zur Darstellung und Charakterisierung der heteroleptischen Metalltriazenide $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{ZnMe}]$ (**12a**), $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{ZnEt}]$ (**13a**), $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{AlMe}_2]$ (**14a**), $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{FeN}(\text{SiMe}_3)_2]$ (**15a**) und $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{Er}(\text{C}_5\text{H}_4\text{Me})_2]$ (**16a**) erfolgreich untersucht. Mit Ausnahme von **14a** konnten alle Komplexe strukturell charakterisiert werden.

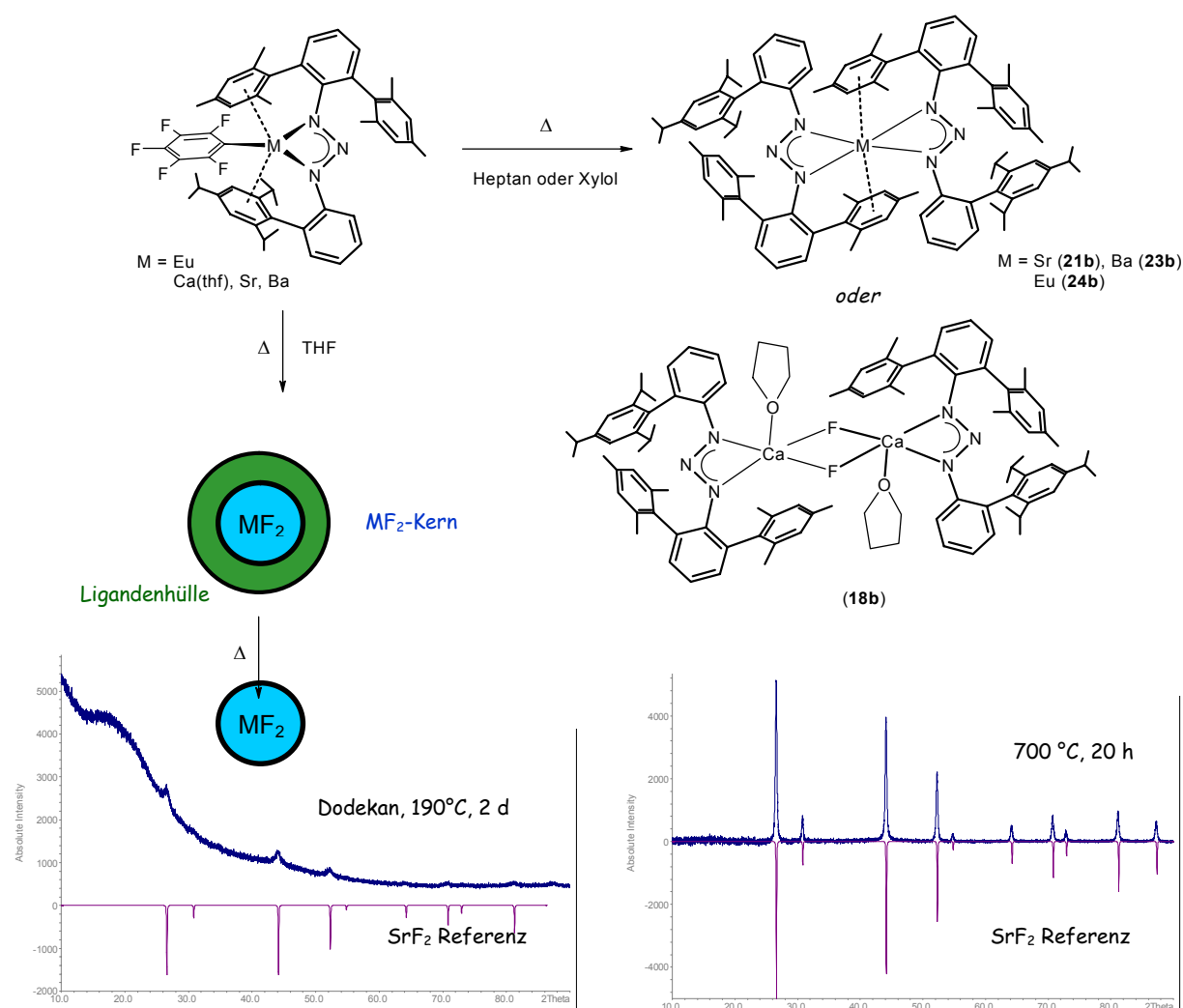
Interessanterweise zeigen $^1\text{H-NMR}$ -Untersuchungen an den Verbindungen $[\text{MN}_3\text{Tph}_2]$ in C_6D_6 als Lösungsmittel eine Korrelation zwischen der chemischen Verschiebung des *ortho*-Wasserstoffatoms der Tph-Substituenten (6-CH) und dem mittleren Torsionswinkel N-N-C1-C6 aus den Festkörperstrukturen. Eine Tieffeldverschiebung im Bereich von 8,07 bis 8,47 ppm geht mit einer coplanaren, auf das zentrale N_3 -Fragment und die beiden C_6H_4 -Ringe bezogenen *syn/syn*-Konformation, wie sie in den monomeren Komplexen mit $M = \text{K, Rb, Cs, Tl, Li}(\text{thf}), \text{ZnMe, ZnEt}$ beobachtet wird, einher. Hier liegt entweder kein zusätzlicher Ligand oder nur ein kleiner Ligand vor, der in die Koordinationstasche zwischen den beiden flankieren Arenringen paßt. Ein weiterer Ligand ($M = \text{AlMe}_2, \text{Cu}(\text{PPh}_3)_2$) oder die Bildung von Dimeren ($M = \text{Li, Cu}$) führt zu größeren NNCC-Diederwinkeln und zur Bevorzugung der *syn/anti*-Konformation, die von einer beträchtlichen Hochfeldverschiebung der *ortho*-H-Resonanz bis hin zu 5,99 ppm in $(\mathbf{2a})_2$ begleitet wird. Die beobachtete Korrelation legt nahe, daß die gemittelte Konformation der untersuchten Verbindungen in Lösung derjenigen im Festkörper ähnelt.



Im letzten Teil der Arbeit wurde die kontrollierte thermische Zersetzung der heteroleptischen Triazenidometall-pentafluorphenyle $[\text{M}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ [$M = \text{Eu, Ca}(\text{thf}), \text{Sr, Ba}$; $\text{Dmp} = 2,6\text{-Me}_2\text{C}_6\text{H}_3$ mit $\text{Mes} = 2,4,6\text{-Me}_3\text{C}_6\text{H}_2$] untersucht. Sie führt in Abhängigkeit vom verwendeten

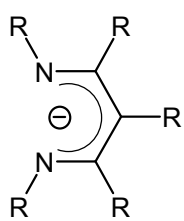
Lösungsmittel zu ganz unterschiedlichen Produkten. Bei Verwendung von schwach koordinierenden Solventien konnten die homoleptischen Metalltriazenide $[M\{N_3(Dmp)Tph\}_2]$ ($M = Sr$ {**21b**}, Ba {**23b**}, Eu {**24b**}), das Triazenidometallfluorid $[Ca-\mu-F\{N_3(Dmp)Tph\}_2](thf)_2$ (**18b**) sowie die Nebenprodukte $Me_3Sn\{N_3(Dmp)Tph\}$ (**19b**) und $PhSiH_2\{N_3(Dmp)Tph\}$ (**20b**) isoliert und strukturell charakterisiert werden.

Wird die Thermolyse dagegen in siedendem THF durchgeführt, so bilden sich ligandenstabilisierte Metallfluorid-Cluster, deren genaue Zusammensetzung und Struktur bisher noch nicht aufgeklärt werden konnte. Durch Auslagerung dieser zunächst röntgenamorphen Metallfluorid-Cluster bei höheren Temperaturen werden die entsprechenden phasenreinen, pulverdiffraktometrisch charakterisierten Metallfluoride erhalten.

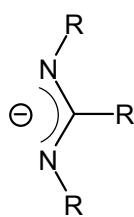


Summary

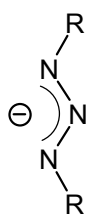
The design and development of alternative ligand systems capable of stabilizing monomeric metal complexes while provoking novel reactivity remains one of the most intensely studied areas of organometallic chemistry. Exploration of this field is driven by the potential use of these complexes



I



II

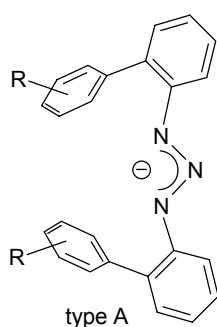


III

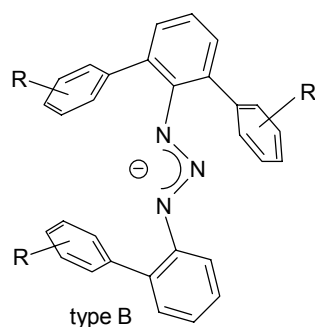
in catalysis and organic synthesis. Examples of monoanionic chelating N-donor ligands that have received much attention, recently, include the β -diketiminate (I) and the amidinate (II) ligand systems. Much less attention has been given to the closely related triazenides (III). This may be

attributed to the lack of suitable ligands which are sterically crowded enough to prevent undesirable ligand redistribution reactions and allow better control of the electronic and steric properties at the metal.

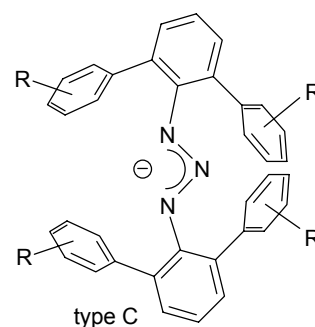
At the start of this work the sterically crowded triazenido ligands that have been developed in our group were known in two variants with different substitution pattern. One of them consists of unsymmetrical substituted biaryl(*m*-terphenyl) triazenides of type B and the other of symmetrical substituted bis(*m*-terphenyl) triazenides of type C. The propensity of these ligands for the formation of secondary metal-(π -arene) interactions essentially depends from the conformation of the ligand framework. A particular well shielding of the metal atoms is obtained through the coplanar arrangement of the central NNN fragments with the substituted arene rings. For this reason the coordination chemistry of the so far unknown bis(biphenyl) triazenides of type A was the focus of this work.



type A



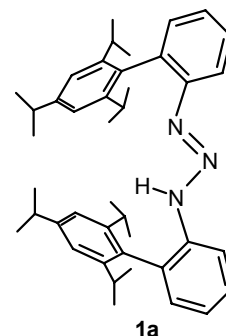
type B



type C

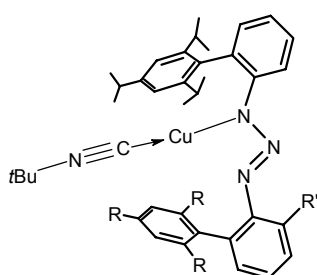
A long-term objective has been the synthesis of triazenido stabilized rare earth metal organyls that are very interesting for potential applications in catalysis.

The reaction of the lithium aryl LiTph (Tph = 2-TripC₆H₄ with Trip = 2,4,6-*i*Pr₃C₆H₂) with the aryl azide TphN₃ followed by a protolytic work-up yielded the triazene HN₃Tph₂ (**1a**) in deca-gram quantity and good yield. According to the result of a single-crystal structural analysis **1a** shows a *trans*-configuration of the central N=N double bond and a *syn/syn* arrangement of the Tph substituents. Therefore, it offers in its deprotonated form the prerequisite for the formation of secondary metal- π -arene interactions.



Donor-free copper triazenides have been obtained by metalation of the triazenides **1a** and **1b** (Dmp(Tph)N₃H) with mesityl copper. The pale yellow complex [Cu(N₃Tph₂)] (**2a**) crystallizes as a dimer in which the two metal atoms are bridged by the triazenide ligands in a $\mu, \eta^1/\eta^1$ -coordination mode, whereas the analogous complex [Cu{N₃(Dmp)Tph₂}] (**2b**) was generated *in situ* only. The 1:1 adducts with *t*-butylisocyanide [Tph₂N₃Cu←CN^tBu] (**3a**) and [Dmp(Tph)N₃Cu←CN^tBu] (**3b**) were synthesized by the reaction of **2a** or **2b** with a stoichiometric amount of donor. The reaction of **2a** with triphenylphosphane yielded the 2:1 adduct [CuN₃Tph₂(PPh₃)₂] (**4a**), independently of the used stoichiometry.

Quantum chemical calculations on the phenyl substituted model systems, performed earlier in our group, have shown that triazenides are weaker donors than the isoelectronic amidinates and the

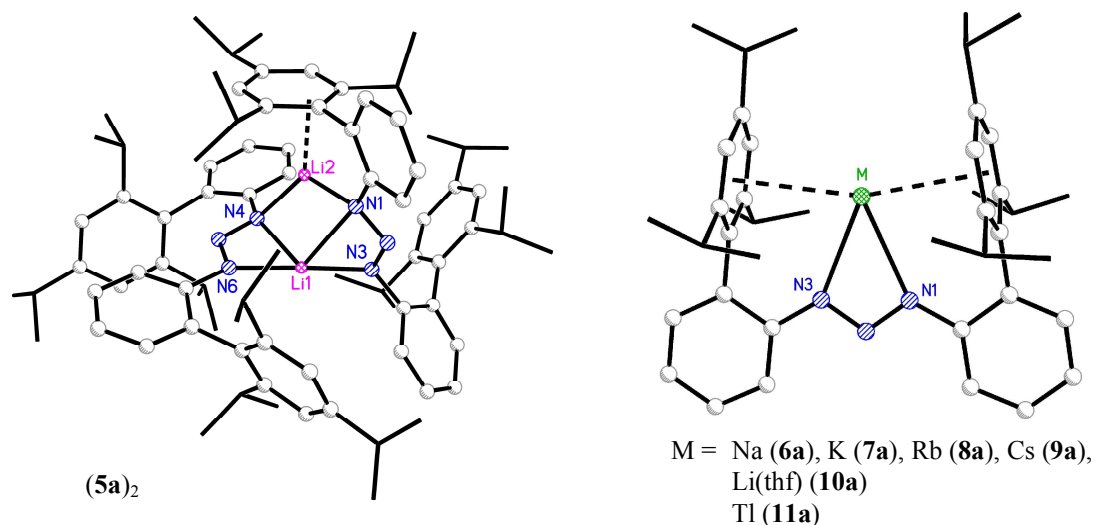


3a: R = *i*Pr, R' = H
3b: R = Me, R' = Mes

related β -diketiminates. With the obtained isocyanide adducts it is now possible to examine the donor character of the triazenido ligands experimentally by using the $\nu(\text{C}\equiv\text{N})$ -vibration of the isocyanide ligand as an IR-spectroscopic probe. The observed absorptions of 2199 cm⁻¹ (**3a**) and 2193 cm⁻¹ (**3b**) are shifted to higher energies as the corresponding vibrations in copper β -diketiminates (2121–2148 cm⁻¹) or a copper tris(pyrazolyl)borate (2155 cm⁻¹).

A complete series of alkane-soluble alkali metal triazenides [M(N₃Tph₂)] with {M = Li (**5a**), Na (**6a**), K (**7a**), Rb (**8a**), Cs (**9a**)}, whose representatives should be suitable for salt-metathesis reactions, was synthesized by metalation of triazene **1a** with *n*-butyl lithium or alkali metal. Remarkably, these compounds show an unusual *inverse aggregation* behavior in the solid-state: contrary as expected, the aggregation decreases with increasing size of the alkali metal cation. The heavier homologues Na–Cs crystallize as discrete *monomers* in which the cations interact with

flanking arene rings of the diaryltriazenido ligands, whereas the lithium derivative is *dimeric* with a more conventional heteroatom-bridged structure and less π -contacts.

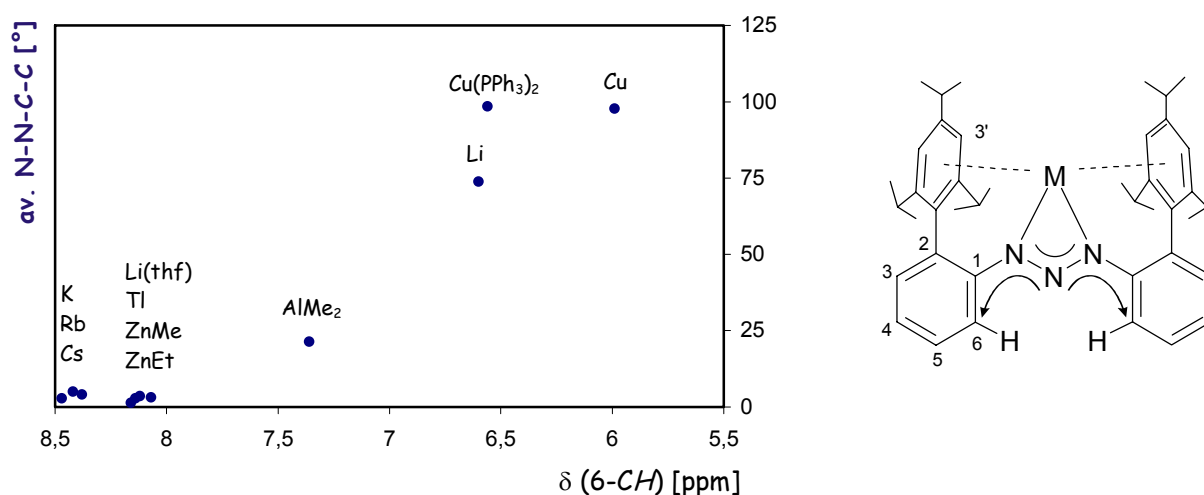


The synthesis of complex [Tl(N₃Tph₂)] (**11a**) was accomplished by using thallium methanolate as metalation agent. Although some simple thallium or potassium salts crystallize isotypically this is not the case for molecular organometallic or coordination compounds. There is only a very limited number of structurally characterized K(I) or Tl(I) species with the same composition, such as the compounds [MCp] and [MN(SiMe₃)₂]. However, all of these compounds show significant differences in their solid-state structures. Triazenides **7a** and **11a** appear to be the first examples of molecular species with the same composition that crystallize in isomorphous cells.

Besides this isomorphous behavior there are significant differences of the observed bond parameters. Therefore, the average Tl–N distances are approximately 12 pm shorter than the K–N bonds. A different trend is observed for the secondary metal \cdots (π -arene) interactions that are much shorter for the potassium derivative. Both observations may be explained by the higher covalent character of the Tl–ligand bonds, as supported by NBO population analyses. Interestingly, the M \cdots (π -arene) interactions are badly reproduced by DFT calculation using standard functionals such as B3LYP with differences up to 30 pm for the calculated M \cdots C distances. In contrast, functionals such as MPW1B95, introduced by *Truhlar*, that better describe dispersive interactions yield much better results with differences less than 5 pm.

Unfortunately, the intended salt metathesis reactions between alkali metal or thallium triazenides and rare earth metal halides [LnX₃(thf)_x, X = Cl, Br, I; LnI₂(thf)_x] were disappointing so far and did not yield the planned products. Therefore, protolysis reactions have been successfully applied for the synthesis and characterization of the heteroleptic metal triazenides [Tph₂N₃ZnMe] (**12a**), [Tph₂N₃ZnEt] (**13a**), [Tph₂N₃AlMe₂] (**14a**), [Tph₂N₃FeN(SiMe₃)₂] (**15a**) and [Tph₂N₃Er(C₅H₄Me)₂] (**16a**). With exception of **14a** all complexes have been structurally characterized.

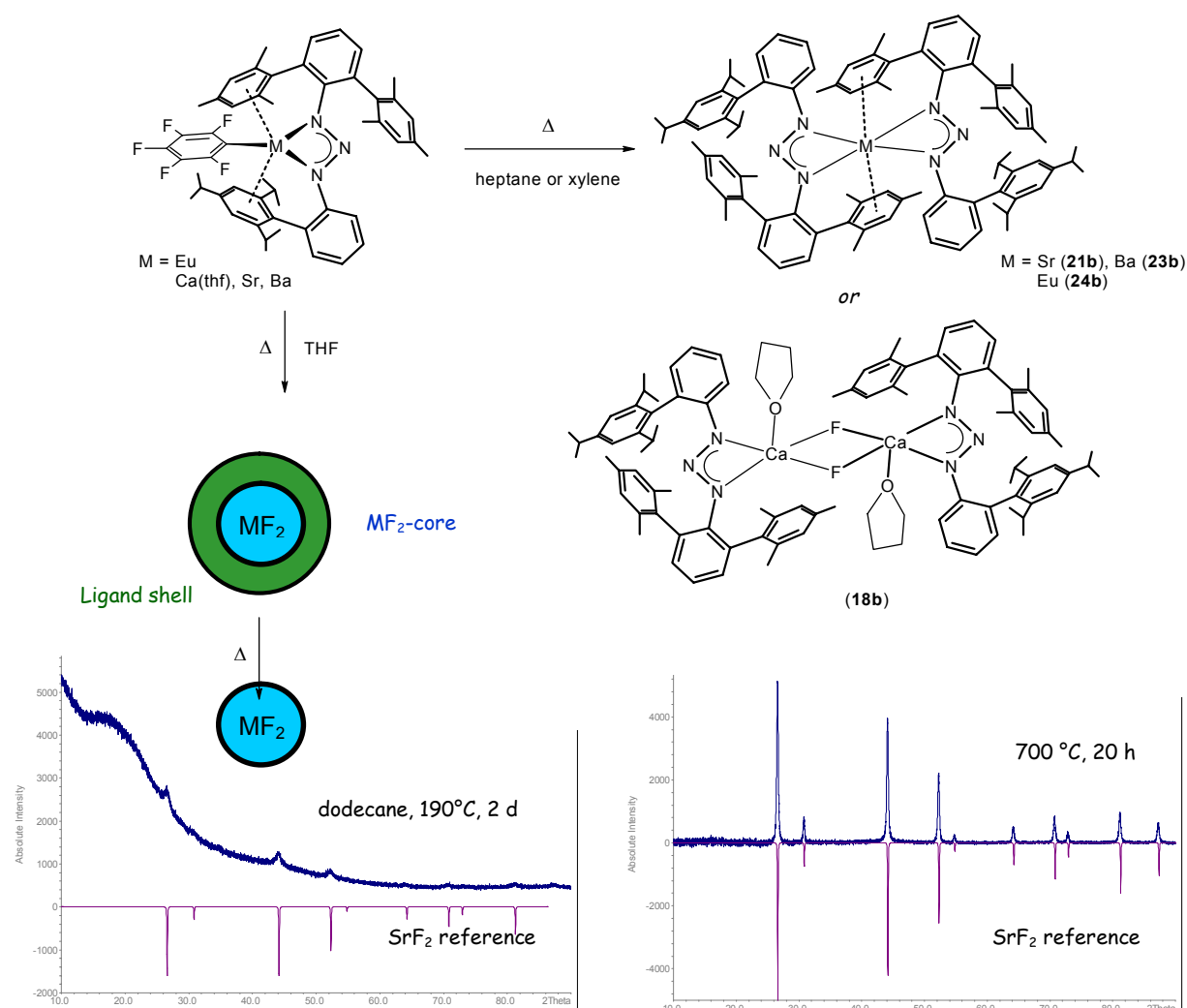
Interestingly, the chemical shift for the 6-H atom in the 2-Trip-C₆H₄ substituents appears to be very sensitive to conformational changes. ¹H NMR studies, in C₆D₆ as the solvent, for a series of metal derivatives [MN₃Tph₂] of deprotonated ligand **1a** show a correlation between the chemical shift of this hydrogen atom and the average torsion angle N–N–C_n1–C_n6 (*n* = 1, 3) observed in the solid-state structures. A low-field shift in the range 8,07–8,47 ppm consistent with a coplanar *syn/syn* conformation of the central NNN-fragment and the two C₆H₄ rings is found for the monomeric complexes with M = K, Rb, Cs, Tl, Li(thf), ZnMe, ZnEt. Here, either no or only one small additional ligand is present, which fits into the pocket between the flanking arene rings. A further ligand (M = AlMe₂, Cu(PPh₃)₂) or the formation of dimers (M = Li, Cu) leads to steric crowding, larger NNCC dihedral angles and preference of the *syn/anti* conformation, which is accompanied by a considerable high-field shift up to 5,99 ppm for the *ortho*-H atom. The observed correlation indicates that the average conformation of the examined compounds in solution must be similar to that in the solid-state.



In the last part of the work the controlled thermal decomposition of the heteroleptic triazenido metal pentafluorophenyls [M(C₆F₅){N₃(Dmp)Tph}] [M = Eu, Ca(thf), Sr, Ba; Dmp = 2,6-Mes₂C₆H₃ with Mes = 2,4,6-Me₃C₆H₂] was examined. Depending on the solvent used for the experiments quite different products are obtained. Using weakly coordinating solvents the homoleptic metal triazenides [M{N₃(Dmp)Tph}]₂ (M = Sr **21b**, Ba **23b**, Eu **24b**), the triazenido metal fluoride [Ca-μ-F{N₃(Dmp)Tph}](thf)₂ (**18b**) and the by-products Me₃Sn{N₃(Dmp)Tph} (**19b**) and PhSiH₂{N₃(Dmp)Tph} (**20b**) have been isolated and structurally characterized.

However, if the thermolysis is performed in boiling THF ligand stabilized metal fluoride clusters are obtained, whose composition and structure could not be determined so far. Thermal treatment of the

amorphous metal fluoride clusters at higher temperatures yielded the corresponding pure metal fluorides that were characterized by powder diffractometry.



Kapitel I

Einleitung

Im Gegensatz zu Verbindungen der Metalle des s-, p- und d-Blocks ist das Einsatzgebiet entsprechender Seltenerdmetallkomplexe im Bereich der homogen katalysierten organischen und makromolekularen Synthese deutlich weniger untersucht, obwohl in der neueren Literatur mehrfach beschrieben worden ist, dass die 4f-Block-Elemente wegen ihrer hohen Lewis-Acidität, ihrer niedrigen Toxizität und wegen ihrer leichten Verfügbarkeit neuartige Eigenschaften hinsichtlich der Knüpfung von Element–Element-Bindungen aufweisen.¹

Die für die homogene Polymerisationskatalyse verwendeten Katalysatoren besitzen die allgemeine Formel $(L_n)LnR$, wobei L_n für einen organischen Ligandensatz steht, der die Reaktivität des aktiven Seltenerdmetallzentrums Ln steuert, und R das Polymer bzw. einen primär eingesetzten Organylrest darstellt. Zunehmend wird dabei nach Alternativen für die ubiquitären Metallocen-basierten Ligandensysteme gesucht.^{2,3} In den letzten Jahren haben dabei unter anderem monoanionische, chelatisierende N-Donorliganden wie β -Diketiminat⁴ und Amidinat⁵ die Aufmerksamkeit auf sich gezogen. Besonders hohe Katalysatoraktivitäten wurden dabei in kationischen Spezies^{6,7} beobachtet. Jeweils ein Beispiel für ein erfolgreiches kationisches Katalysatorsystem, welches durch β -Diketiminat- oder Amidinat-Hilfsliganden stabilisiert wird, ist in Abb. I.1 gezeigt. Weitere Beispiele finden sich in der Literatur.⁸

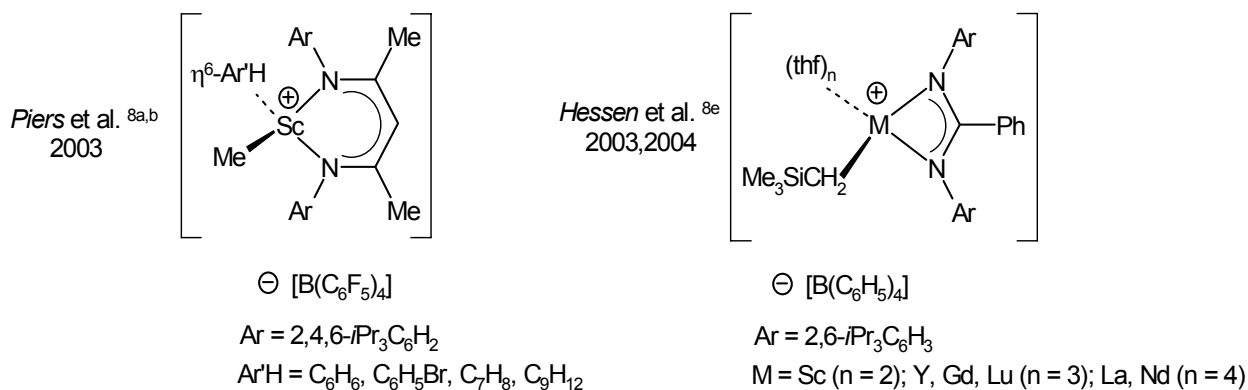
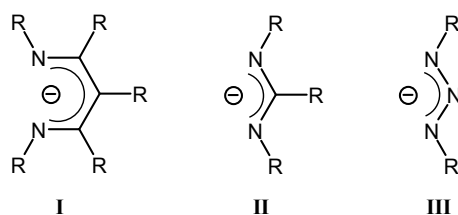


Abb. I.1. Beispiele für seltenerdmetallhaltige, kationische Polymerisationskatalysatoren mit β -Diketiminat- oder Amidinat-Hilfsliganden

Eng verwandt mit den β -Diketiminat- (**I**) und den Amidinat-Ligandsystemen (**II**) sind die Triazenide (**III**).^{9,10} Erstaunlicherweise haben diese bisher keine Verwendung als Hilfsliganden in der Polymerisationskatalyse gefunden. Dies liegt wohl überwiegend daran, dass geeignete



sterisch anspruchsvolle Liganden, die in der Lage wären unerwünschte Zersetzungs- und Ligandumverteilungsreaktionen zu unterdrücken und die es erlauben die elektronischen und sterischen Eigenschaften am Metallatom gezielt zu beeinflussen, bis vor kurzem unbekannt waren. Zudem ist die Koordinationschemie der Seltenerdmetalle mit Triazenido-Substituenten beträchtlich unterentwickelt. Dies zeigt sich etwa daran, dass eine Recherche in der Cambridge Strukturdatenbank (Stand Jan. 2007) nur vier Treffer – darunter zwei aus dem Arbeitskreis Niemeyer – für Ln-triazenide liefert, während Ln- β -diketimate und -amidinate hier mit 113 bzw. 98 Einträgen vertreten sind.

Vor allem im Bereich der Übergangsmetalle sind die Triazenidverbindungen gut untersucht worden.⁹⁻¹¹ Hierbei handelt es sich fast ausschließlich um 1,3-Diaryltriazenide mit einfachen Substituenten wie Phenyl oder Toluyl. Im deutschsprachigen Raum sind hier vornehmlich Arbeiten aus der Arbeitsgruppe von *Strähle* zu nennen. Vergleichsweise wenige Komplexe existieren dagegen von Hauptgruppenelementen, Ausnahmen bilden hier lediglich Verbindungen des Aluminiums,^{12a-d} Galliums,^{12e,f} Indiums^{12f-h} und Thalliums.^{12i-k} Bemerkenswerterweise befaßten sich auch nur wenige Arbeiten mit der Charakterisierung von Alkalimetalltriazeniden, die als Transferreagenzien für die Darstellung anderer Metallderivate von Bedeutung sind. Über die ersten strukturell charakterisierten Vertreter, dimere Lithium- und polymere Kaliumkomplexe mit jeweils noch zusätzliche koordinierten Solvensmolekülen berichteten *Gantzel* und *Walsh*.¹³ Dieselbe Arbeitsgruppe untersuchte auch eine Magnesium- und eine Calciumverbindung.¹⁴

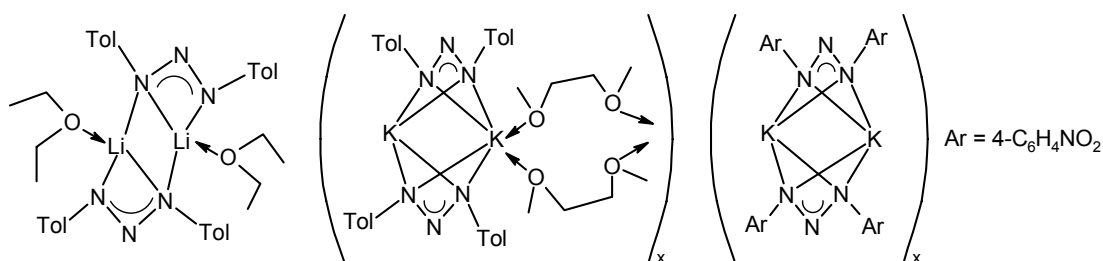


Abb. I.2. Strukturell charakterisierte Alkalimetalltriazenide

Über Kaliumderivate von Triazeniden, die mit zusätzlichen Donorgruppen ausgestattet sind, haben kürzlich *Hörner et al.* berichtet.¹⁵ Zwei solvatisierte Erbiumderivate, die bis 2005 einzigen eindeutig charakterisierten Seltenerdmetalltriazenide, wurden von *Winter et al.* mit der Absicht dargestellt, diese für CVD-Experimente zu benutzen.¹⁶ Beide Verbindungen zeigen, dass die gegenwärtig bekannten konventionellen 1,3-Diaryltriazenidoliganden ungeeignet sind, die vergleichsweise großen Lanthanoidkationen koordinativ abzusättigen, so dass eine Verwendung als Hilfsliganden in der Katalyse nicht sinnvoll erscheint.

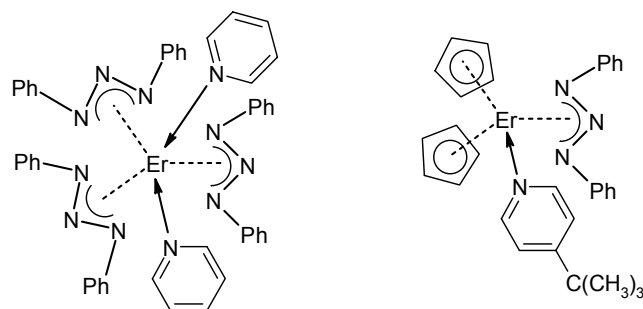
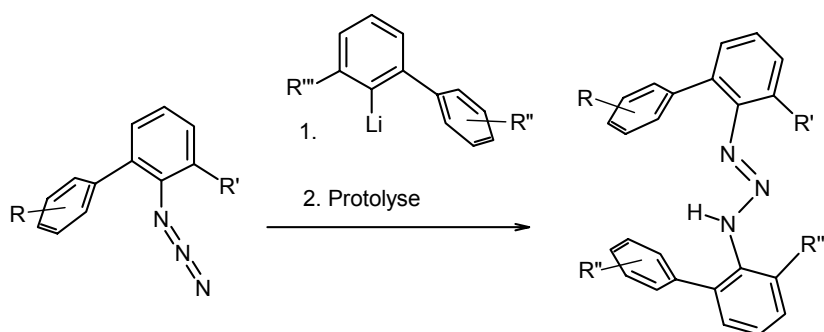


Abb. I.3. Bis 2005 strukturell charakterisierte Seltenerdmetalltriazenide

Im Arbeitskreis *Niemeyer* gelang vor kurzem die Darstellung sterisch anspruchsvoller Diaryltriazene. Sie sind in exzellenten Ausbeuten durch Reaktion verschieden substituierter Lithiumaryle mit *m*-Terphenyl- oder Biphenylaziden, gefolgt von einer Protolyse, zugänglich (Schema I.1).^{17,18} Sterische, elektronische und Löslichkeitseigenschaften können durch Variation der Substituenten an den flankierenden Arylresten variiert werden.



Schema I.1.
Darstellung sterisch anspruchsvoller Triazene

Die erhaltenen Diaryltriazene wurden benutzt, um neuartige, solvensfreie Pentafluorphenylverbindungen des zweiwertigen Europiums und Ytterbiums¹⁹ sowie die ersten eindeutig charakterisierten Metallaryle der schweren Erdalkalimetalle Calcium, Strontium und Barium¹⁷ $[M(C_6F_5)\{N_3(Dmp)Tph\}]$ $\{M = Eu, Yb, Ca(thf), Sr, Ba; Dmp = 2,6-Mes_2C_6H_3$ mit $Mes = 2,4,6-Me_3C_6H_2$; $Tph = 2-TripC_6H_4$ mit $Trip = 2,4,6-iPr_3C_6H_2\}$ zu synthetisieren.

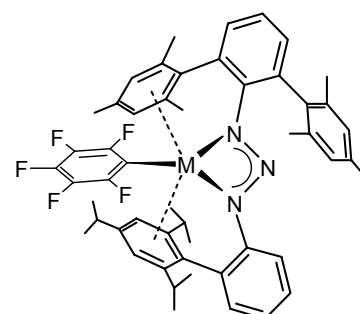


Abb. I.4.
M = Eu, Yb, Ca(thf), Sr, Ba

Die thermisch stabilen Verbindungen wurden in guten Ausbeuten durch Transmetallierungsreaktionen in Tetrahydrofuran erhalten. In den Festkörperstrukturen werden ausgeprägte Metall- π -Aren-Wechselwirkungen beobachtet. Offensichtlich konkurrieren die Arenringe mit THF um die Bindung an die M^{2+} -Kationen und erlauben die Isolierung solvensfreier Derivate. Nur im Ca-Derivat verbleibt ein koordiniertes THF-Molekül und lediglich ein $Ca \cdots \pi$ -Aren-Kontakt wird ausgebildet. Wie durch Tieftemperatur-NMR-Experimente und DFT-Rechnungen nachgewiesen werden konnte, bleiben diese Wechselwirkungen auch in Lösung erhalten und sorgen für eine sterische und elektronische Absättigung der Metallkationen. Dadurch werden nahe liegende, durch *ortho*-Fluor-Eliminierung induzierte Zersetzungsreaktionen wirksam unterdrückt.

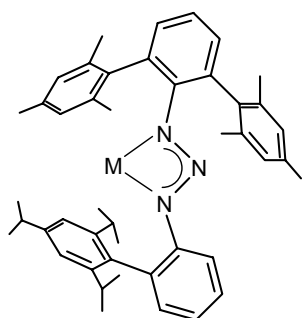
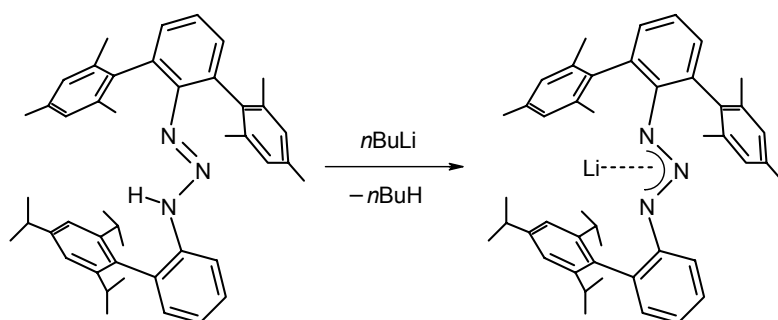


Abb I.5.

Strukturell charakterisierte Alkalimetallsalze sterisch anspruchsvoller Triazene ($M = Li, K,^{20} Rb, Cs^{21}$).

In allen Fällen liegen über intermolekulare $M \cdots C-H$ oder $M \cdots C(\pi\text{-Aren})$ -Wechselwirkungen schwach assoziierte Polymere vor.

Alkalimetallsalze sterisch anspruchsvoller Triazene sind als potentielle Transferreagentien bei Salzmetathesereaktionen unentbehrlich. Aus diesem Grund wurden bereits einige Vertreter dieser Substanzklasse durch Metallierung der entsprechenden Triazene entweder mit *n*-Butyllithium oder Alkalimetall synthetisiert.^{20,21} Da die Verbindungen eine ausreichende Löslichkeit in Alkan oder Alkan/Toluol-Mischungen besitzen, war in allen bisher untersuchten Fällen auch die Darstellung und Charakterisierung solvensfreier Komplexe möglich (Abb. I.5 und I.6). Bemerkenswerterweise kristallisieren das Triazen $HN_3(Dmp)Tph$ und sein Lithiumsalz isomorph zueinander, was den „Matrixeffekt“ des sterisch äußerst anspruchsvollen Liganden widerspiegelt.



$P2_1/n$
 $a = 15,712 \text{ \AA}$
 $b = 10,988 \text{ \AA}$
 $c = 45,213 \text{ \AA}$
 $\beta = 96,50^\circ$
 2 unabhängige Moleküle

$P2_1/n$
 $a = 15,738 \text{ \AA}$
 $b = 10,967 \text{ \AA}$
 $c = 45,242 \text{ \AA}$
 $\beta = 96,10^\circ$
 2 unabhängige Moleküle

Schema I.2.

Zellparameter der isomorph kristallisierenden Triazen(id)e $HN_3(Dmp)Tph$ und $[LiN_3(Dmp)Tph]$

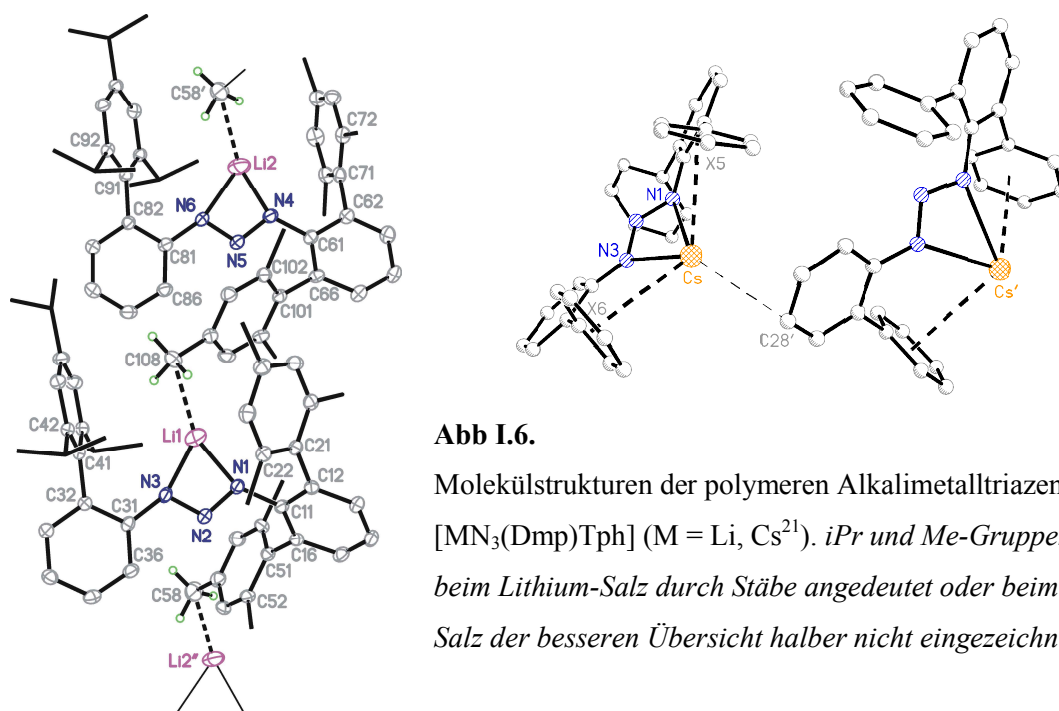
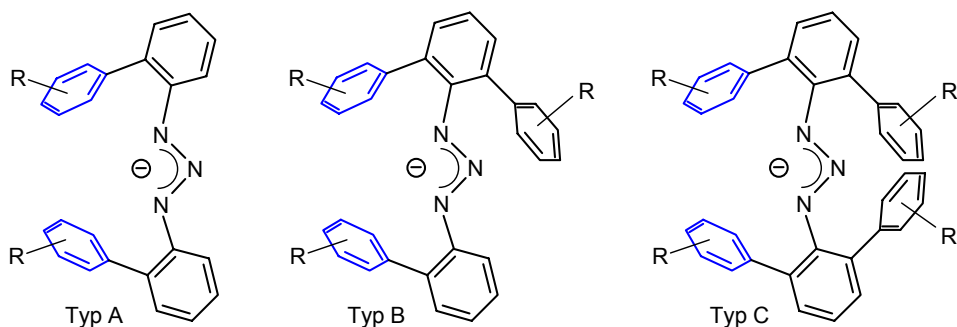


Abb I.6.

Molekülstrukturen der polymeren Alkalimetalltriazenide $[MN_3(Dmp)Tph]$ ($M = Li, Cs^{21}$). *iPr* und *Me*-Gruppen sind beim Lithium-Salz durch Stäbe angedeutet oder beim Cesium-Salz der besseren Übersicht halber nicht eingezeichnet.

Zu Beginn dieser Arbeit waren von den in unserem Arbeitskreis entwickelten Triazenido-Liganden zwei Varianten mit unterschiedlichen Substitutionsmustern bekannt (Schema I.3). Dabei handelte es sich zum einen um die unsymmetrisch substituierten Biaryl(*m*-terphenyl)triazenide $N_3(Dmp)Mph$ oder $N_3(Dmp)Tph$ vom Typ B und zum anderen um die symmetrisch substituierten Bis(*m*-terphenyl)triazenide N_3Dmp_2 oder $N_3(Me_4Ter)_2$ vom Typ C. Wie inzwischen für zahlreiche strukturell charakterisierte Metallkomplexe gezeigt werden konnte, hängt die Neigung dieser Liganden zur Ausbildung sekundärer Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen — potentielle Arendonorfunktionen sind in Schema I.3 blau markiert — von der Konformation der Ligandengerüste ab. Besonders starke Metall $\cdots\pi$ -Aren-Kontakte und eine damit einhergehende gute Abschirmung der Metallatome werden durch die koplanare Anordnung der zentralen N_3 -Fragmente mit den substituierten C_6H_3 - (*m*-Terphenyl) bzw. C_6H_4 - (Biphenyl) -Ringen erreicht. Die Anwesenheit von Terphenylresten führt dabei aufgrund von repulsiven Wechselwirkung zwischen dem zentralen Stickstoffatom und einem der äußeren Arenringe des Substituenten zu deutlichen Abweichungen von der Planarität, wie an den entsprechenden Torsionswinkeln NNCC abgelesen werden kann. Eine koplanare Konformation sollte dagegen bei den bisher unbekannten Bis(biphenyl)triazeniden vom Typ A möglich sein.



Schema I.3.

Sterisch anspruchsvolle Triazenido-Liganden mit unterschiedlichen Substitutionsmustern und potentiellen Arendonorfunktionen

Aus diesem Grund wurden zunächst Synthese und Donoreigenschaften eines entsprechenden Triazens untersucht (Kapitel II.1). Die Darstellung und Strukturchemie von Alkalimetalltriazeniden ist in Kapitel II.2 beschrieben. Kapitel II.3 ist der Synthese und Charakterisierung eines Thalliumtriazenids gewidmet, das prinzipiell ebenfalls für Salzmetathesereaktionen geeignet sein sollte. Leider verliefen die geplanten Reaktionen zwischen Alkalimetall- oder Thalliumtriazeniden und Seltenerdmetallhalogenid-Verbindungen $[\text{LnX}_3(\text{thf})_x]$, $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}; \text{LnI}_2(\text{thf})_x$] bisher enttäuschend und führten nicht zu den gewünschten Produkten. Deshalb wird in Kapitel II.4 auf die alternative Anwendung von Protolysereaktionen zur Darstellung heteroleptischer Metalltriazenide eingegangen. In Kapitel II.5 wird die kontrollierte thermische Zersetzung von heteroleptischen Triazenidometallpentafluorphenyl-Verbindungen (Abb. I.4) beschrieben. Sie führt in Abhängigkeit vom verwendeten Lösungsmittel entweder zur Bildung organo-funktionalisierter Erdalkalimetall-difluoride oder es entstehen lösliche Triazenidometallfluoride bzw. homoleptische Metalltriazenide. Parallel zu unseren Arbeiten berichteten in jüngster Zeit auch andere Gruppen über die Koordinationschemie sterisch anspruchsvoller Diaryltriazenide,²²⁻²⁵ wobei in der Regel das von *Gibson et al.* erstmalig synthetisierte 1,3-Bis(2,6-diisopropylphenyl)triazen²² (HN_3Dip_2) Verwendung fand. Auf diese Arbeiten wird in den folgenden Abschnitten genauer eingegangen. Teile der vorliegenden Promotionsarbeit sind in bisher fünf Publikationen²⁶⁻²⁸, darunter eine gemeinsame Veröffentlichung⁹⁰ mit der Arbeitsgruppe *Anwander*, zusammengefasst.

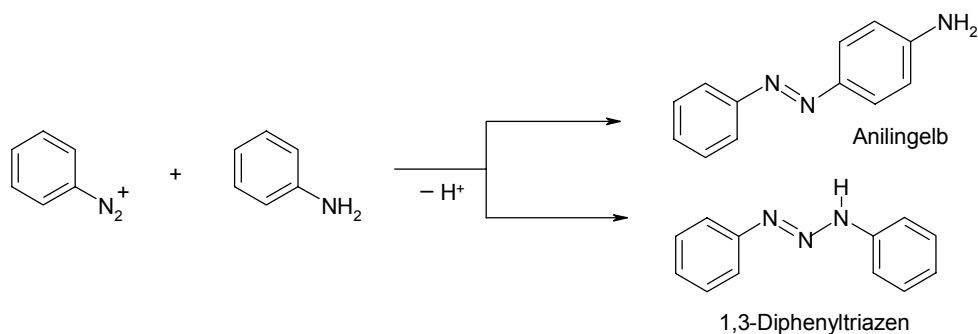
Kapitel II

Gang der Untersuchungen

II.1 Donoreigenschaften von Triazeniden

II.1.1 Überblick

Die Darstellung des ersten Triazens, des 1,3-Diphenyltriazens, ist interessanterweise mit der Entdeckung von Anilingelb verknüpft. Dieser erste synthetische Azofarbstoff wurde 1861 von *Mene* durch Einwirken von Salpetriger Säure auf Anilin hergestellt.²⁹

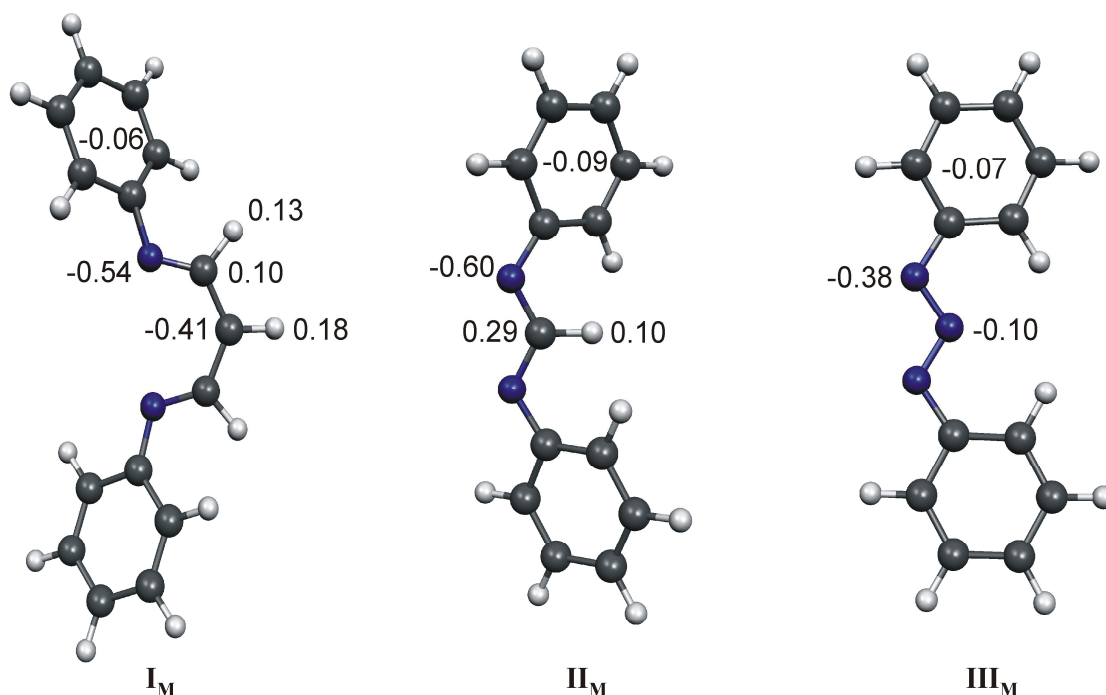


Bereits ein Jahr zuvor hatte *Grieff* von einer Verbindungen berichtet, die ebenfalls beim Einwirken von Salpetriger Säure auf eine alkoholische Anilinlösung entstanden war;³⁰ im Unterschied zu Anilingelb neigte sie jedoch zur Explosion. Diese Diskrepanz veranlasste *Grieff* zu weiteren Untersuchungen und es stellte sich schließlich heraus, dass bei seinen Arbeiten 1,3-Diphenyltriazin entstanden war. Wie wir heute wissen, wird Anilin durch die Salpetrige Säure diazotiert. Das gebildete Aryldiazonium-Kation wird von einem weiteren Äquivalent Anilin nukleophil angegriffen und im Anschluß spaltet sich ein Proton ab. Der Grund für die Bildung zweier unterschiedlicher Produkte kann der Reaktionstemperatur zugeschrieben werden. In der Kälte reagiert das Aryldiazonium-Kation mit dem Anilinmolekül an der am stärksten nukleophilen Position unter Bildung des kinetisch stabileren Triazens. In der Wärme wird dagegen das thermodynamisch stabilere Produkt, Anilingelb, gebildet.

Auch andere Triazene sind in analoger Weise durch Kupplung von Diazoniumsalzen mit unterschiedlich substituierten Anilinen in wäßriger oder alkoholischer Lösung zugänglich. Diese Methode ist jedoch für Triazene mit großen *lipophilen* Resten nicht mehr praktikabel. Eine Weiterentwicklung dieser Synthesemethode wurde 2007 von *Gibson et al.* publiziert. Die Arbeitsgruppe erhielt unter Verwendung von Isoamylnitrit als Diazotierungsmittel und Diethylether als Lösungsmittel 1,3-Bis(2,6-diisopropylphenyl)triazen (HN_3Dip_2) in einer Ausbeute von 60%.²²

Eine universelle, wenn auch bisher wenig benutzte Methode zur Darstellung von Triazeniden bzw. Triazenen ist die Umsetzung von Metallorganylanen mit Organylaziden.³¹ Im Arbeitskreis *Niemeyer* wurden auf diesem Weg in exzellenten Ausbeuten sterisch anspruchsvolle Diaryltriazen erhalten.^{17,18} Im folgenden Abschnitt wird die Synthese und Charakterisierung eines sperrig substituierten Bis(biphenyl)triazens beschrieben. Diese Verbindung ist in ihrer deprotonierten Form aufgrund der besonderen konformativen Eigenschaften in der Lage, koordinierte Metallatome durch Ausbildung hemilabiler Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen effektiv abzuschirmen.

Wie *Niemeyer et al.* schon früher durch quantenchemische Rechnungen an den phenylsubstituierten Modellsystemen zeigen konnten,¹⁷ sind Triazenide schwächere Donoren als die isoelektronischen Amidinate und die verwandten β -Diketiminat (Schema II.1). Um dies auch experimentell untermauern zu können, wurden Isonitriladdukte von Kupfertriazeniden dargestellt und schwingungsspektroskopisch und röntgenstrukturanalytisch untersucht.



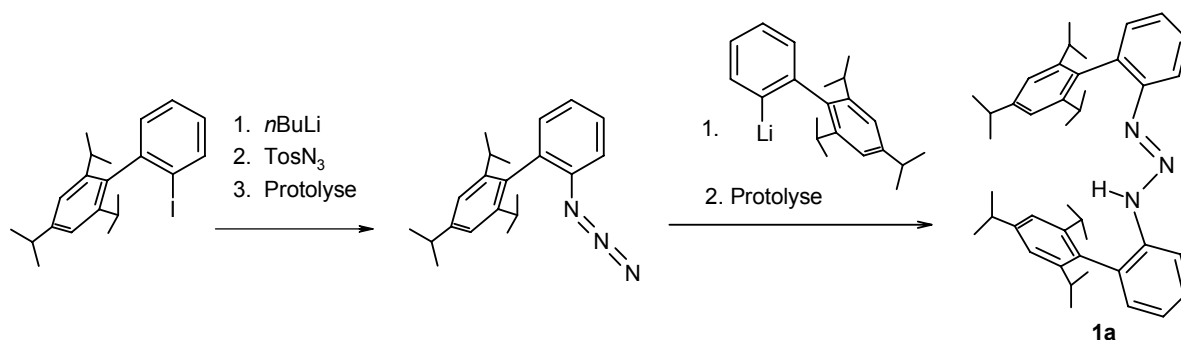
Schema II.1. Energie-minimierte Strukturen und Natürliche Atomladungen, berechnet auf B3LYP 6-311+G**-Niveau für C_2 -symmetrisches 1,5-Diphenyl- β -diketiminat (I_M), 1,3-Diphenylamidinat (II_M) und 1,3-Diphenyltriazenid (III_M).¹⁷

II.1.2 Synthese und Charakterisierung des Bis(biphenyl)triazens

TphN₃H

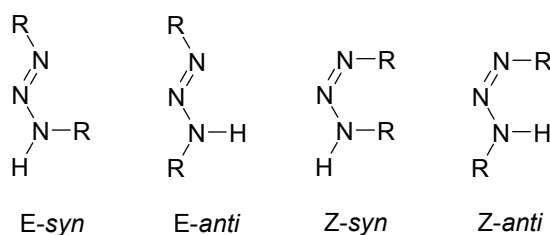
Synthese und Spektroskopie

Die Reaktion des Biphenyliodids TphI³² mit *n*-Butyllithium bei 0°C liefert in einer Heptan/Diethylether-Mischung unter Metall-Halogen-Austausch das entsprechende, direkt mit Tosylazid umzusetzende Lithiumaryl (Schema II.2). Nach der wässrigen Aufarbeitung läßt sich das Biphenylazid TphN₃ in nahezu quantitativer Ausbeute als orangefarbenes, nur schwer zur Kristallisation bringendes Öl isolieren. Dieses reagiert in Diethylether mit einem weiteren Äquivalent Lithiumaryl unter Bildung einer intensiv gelben Lösung. Nach Protolyse und Kristallisation aus Aceton wird das Triazen **1a** als blaßgelber Feststoff in einer Ausbeute von 75% erhalten. Die luftstabile, aber säurelabile Verbindung schmilzt unter leichter Zersetzung im Bereich 190–195°C.



Schema II.2. Darstellung des Bis(biphenyl)triazens Tph₂N₃H

Im IR-Spektrum erscheinen die asymmetrischen N=N=N- und N=N=N-Schwingungen als intensive breite Banden bei 1510 cm⁻¹ und 1149 cm⁻¹ und indizieren damit erwartungsgemäß ein überwiegend lokalisiertes π-Elektronensystem. Die NH-Valenzschwingung wird als schmale Bande bei 3300 cm⁻¹ beobachtet. Die ¹H- und ¹³C-NMR-Spektren zeigen nur einen Satz von Signalen (siehe auch Abschnitt II.2.3) und legen deshalb zusammen mit den schwingungsspektroskopischen Befunden nahe, daß nur eines von mehreren möglichen Isomeren (Schema II.3) in Lösung dominiert.



Schema II.3. Mögliche Isomere von Triazenen (analog zur Nomenklatur von Amidinen³³)

Festkörperstruktur

Für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle wurden durch Kristallisation aus Aceton erhalten. Angaben zur Datensammlung und Strukturverfeinerung sind in Tab. II.1 aufgeführt. Abb. II.1 zeigt die Molekülstruktur und wichtige Bindungsparameter.

Tabelle II.1. Ausgewählte kristallographische Daten für das Triazen **1a**

Formel	C ₄₂ H ₅₅ N ₃
Molare Masse	601,89
Farbe, Habitus	blaßgelb, Block
Kristallgröße (mm)	0,80 × 0,40 × 0,40
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, C2/c
<i>a</i> (Å)	33,037(7)
<i>b</i> (Å)	9,691(3)
<i>c</i> (Å)	25,009(7)
β (°)	106,989(18)
<i>V</i> (Å ³)	7658(4)
<i>Z</i>	8
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,044
μ (mm ⁻¹)	0,06
2θ-Meßbereich (°)	3–52
Gesammelte Reflexe	7688
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	7500/0,042
Reflexe mit <i>I</i> > 2σ(<i>I</i>) (<i>N</i> _o)	4635
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	467/8
<i>R</i> 1 (<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)) ^b	0,071
<i>wR</i> 2 (alle Daten) ^c	0,188
GOF ^d	1,415
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,40/−0,27

^a Meßtemperatur −100°C mit MoKα-Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil S. 100.

Das Triazen kristallisiert als Monomer in der Raumgruppe C2/c. Eine weitergehende Aggregation über intermolekulare N-H···A-Wasserstoffbrücken (A = N, O, Br), wie sie häufig in anderen 1,3-disubstituierten Triazenen auftritt,^{23,34} wird durch die sterisch anspruchsvollen Tph-Substituenten verhindert. Wie die Torsionswinkel C11–N1–N2–N3 (−175,7(2)°) und H3–N3–N2–N1 (0(2)°)

verdeutlichen, weist **1a** eine *trans*-Stereochemie um die zentrale N=N-Doppelbindung auf und liegt gemäß der Nomenklatur von Schema II.3 als *E-anti*-Isomer vor. Die Torsionswinkel N2–N1–C11–C16 ($-1,4(3)^\circ$) und N2–N3–C31–C36 ($-3,2(3)^\circ$) belegen zudem eine *syn/syn*-Anordnung der Tph-Substituenten; sie zeigen beide in Richtung des NH-Wasserstoffatoms, wobei die Tph-Reste mit interplanaren Winkeln von $78,7^\circ$ und $76,9^\circ$ annähernd orthogonal zu den C₆H₄-Ringen ausgerichtet sind und die *iso*-Propyl-Substituenten jeweils auf Lücke stehen (siehe auch Abb. II.1 rechts).

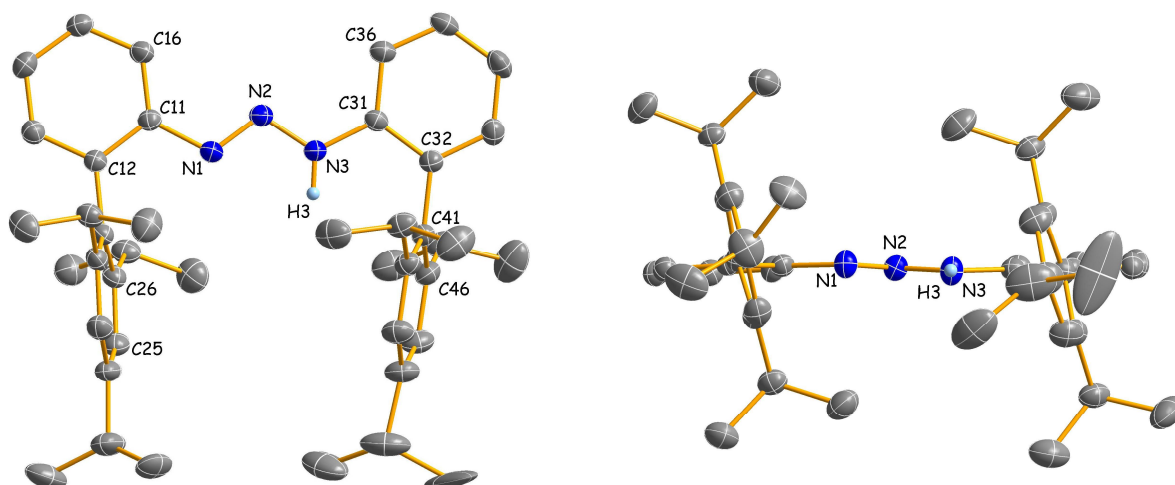


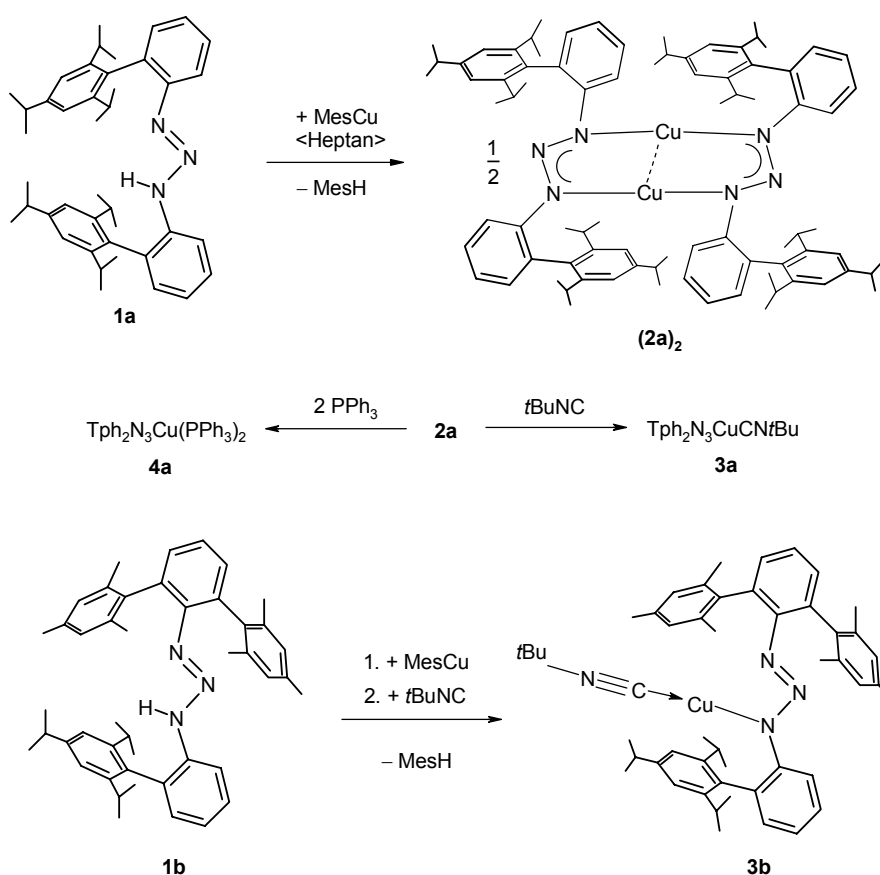
Abb. II.1. Molekülstruktur des Triazens **1a**.^{35,38} Mit Ausnahme des am N3 gebundenen H3 sind keine Wasserstoffatome dargestellt. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel ($^\circ$) und Torsionswinkel ($^\circ$): N1–N2 = 1,280(3), N2–N3 = 1,318(3), N3–H3 = 0,87(3), N1–C11 = 1,417(3), N3–C31 = 1,398(3), N1–N2–N3 = 110,61(19), N2–N1–C11 = 115,8(2), N2–N3–C31 = 120,5(2), H3–N3–N2–N1 = 0(2), C11–N1–N2–N3 = $-175,66(19)$, N2–N1–C11–C16 = $-1,4(3)$, N2–N3–C31–C36 = $-3,2(3)$.

Die N–N-Bindungen unterscheiden sich mit Werten von 1,280(3) Å für N1–N2 und 1,318(3) Å für N2–N3 weniger, als man es für lokalisierte N–N- und N=N-Bindungen erwarten würde. Größere Unterschiede von 1,2650(15)/1,3525(15) Å werden in der Festkörperstruktur des terphenylsubstituierten Triazens HN₃(Me₄Ter)₂ beobachtet.¹⁸ Möglicherweise ist der stärkere Bindungsausgleich in **1a** auf die koplanare Anordnung des (C₆H₄)N₃(C₆H₄)-Fragments zurückzuführen, denn für das Triazen HN₃(Me₄Ter)₂ belegen die NNCC-Diederwinkel von $43,5^\circ/53,8^\circ$ eine stärkere Torsion der Arylsubstituenten. Da die NH-Position an N3 nur zu 75% populiert ist (s. Anhang) und eine zu 25% besetzte Lage N1 zuzuordnen ist, beruht der Bindungsausgleich in **1a** allerdings zum Teil wohl auch auf einer bezüglich der N-Atome nicht aufgelösten Fehlordnung.

II.1.3 Synthese und Charakterisierung von Kupfertriazeniden

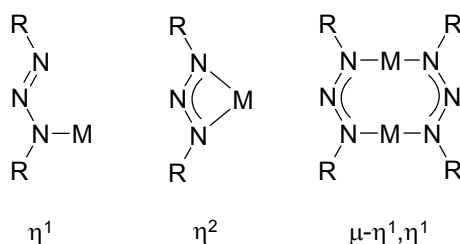
Synthese und Spektroskopie

Donorfreie Kupfertriazenide können durch Metallierung der Diaryltriazene **1a** oder **Dmp(Tph)N₃H (1b)** mit Mesitylkupfer bei Raumtemperatur in *n*-Heptan als Lösungsmittel dargestellt werden (Schema II.4). Nach Kristallisation wurde der blaßgelbe Komplex $[\text{Cu}(\text{N}_3\text{Tph}_2)]_2$ (**2a**)₂ als Dimer in einer Ausbeute von 76% erhalten, während der analoge Komplex $[\text{Cu}(\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}_2)]$ (**2b**) nur *in situ* erzeugt wurde. Die 1:1-Addukte mit *t*-Butylisocyanid, $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{CuCN}^t\text{Bu}]$ (**3a**) und $[\text{Dmp}(\text{Tph})\text{N}_3\text{CuCN}^t\text{Bu}]$ (**3b**), können durch Reaktion von **2a** oder **2b** mit einer stöchiometrischen Menge des Donors erhalten werden. Die Reaktion von **2a** mit Triphenylphosphan führt unabhängig vom gewählten Verhältnis zwischen Kupferkomplex und Donor zur Bildung des 1:2-Addukts $[\text{CuN}_3\text{Tph}_2(\text{PPh}_3)_2]$ (**4a**). Der donorfreie Komplex **2a** ist oxidationsempfindlich, während die Addukte im festen Zustand über mehrere Tage hinweg luftstabil sind. Alle Verbindungen besitzen eine gute oder mäßige Löslichkeit in aromatischen oder aliphatischen Lösungsmitteln. Sie zeigen eine beträchtliche thermische Stabilität, zersetzen sich aber bei höheren Temperaturen (**3a**: 210–214°C, **3b**: 186–194°C, **4a**: 185–190°C) unter Gasentwicklung, wobei höchstwahrscheinlich Distickstoff freigesetzt wird.



Schema II.4. Darstellung der Kupfertriazenide **2a**, **3a**, **3b** und **4a**.

Die wichtigsten Bindungsmodi in Metalltriazeniden sind in Schema II.5 zusammengestellt. Wie schon *Moore* und *Robinson* in einem älteren Übersichtsartikel zur Koordinationschemie von



Schema II.5. Wichtige Bindungsmodi in Metalltriazeniden

Triazeniden festgestellt haben, sollten IR-spektroskopische Untersuchungen prinzipiell gut zur Unterscheidung der verschiedenen Koordinationsmodi geeignet sein.⁹ Aufgrund der wenigen strukturell eindeutig charakterisierten Vertreter fehlte allerdings den in diesem Artikel getroffenen Zuordnungen eine sichere Basis. Mittlerweile wurden jedoch in unserem Arbeitskreis zahlreiche Metalltriazenide sowohl mit Röntgenbeugungsmethoden als auch schwingungsspektroskopisch charakterisiert, so dass nun entsprechende Zuordnungen möglich sind. Im Vorgriff auf derartige Untersuchungen in den nachfolgenden Kapiteln sind in Tabelle II.2 charakteristische IR-Banden den röntgenstrukturanalytisch bestimmten Bindungsmodi gegenübergestellt.

Eine breite intensive $\nu_{\text{as}}\text{-N}_3$ -Absorptionsbande im Bereich 1221–1282 cm^{-1} , wie sie bei den monomeren Komplexen $[\text{M}(\text{N}_3\text{Tph}_2)]$ $\{\text{M} = (\text{thf})\text{Li}$ (**10a**), Na (**6a**), K (**7a**), Rb (**8a**), Cs (**9a**), Tl (**11a**), Me_2Al (**14a**), $(\text{Ph}_3\text{P})_2\text{Cu}$ (**4a**), $(\text{C}_5\text{H}_4\text{Me})_2\text{Er}$ (**16a**) $\}$ auftritt, deutet auf einen η^2 -chelatisierenden Bindungsmodus des Triazenido-Liganden hin.

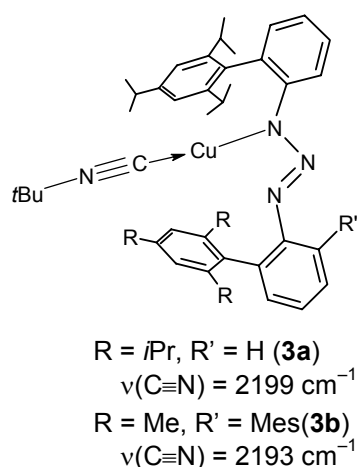
Ein η^1 -Koordinationsmodus, wie er etwa in verschiedenen Halogenoquecksilbertriazeniden⁴⁰ beobachtet wird, gibt sich durch zwei intensive Banden in den Bereichen von 1306 bis 1317 cm^{-1} und von 1163 bis 1178 cm^{-1} zu erkennen. In Komplexen, die eine hohe Mobilität der Metallkationen besitzen, d. h. eine niedrige Aktivierungsbarriere zwischen einem η^1 - bzw. η^2 -Bindungsmodus aufweisen (z. B. $[\text{Cu}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{CN}t\text{Bu})]$ (**3b**) und $[\text{ZnR}(\text{N}_3\text{Tph}_2)]$ (R = Me: **12a**, Et: **13a**)), werden Überlagerungen der entsprechenden η^1 - und η^2 -typischen Bandenmuster beobachtet. Nach den IR-spektroskopischen Befunden sind auch im strukturell nicht eindeutig charakterisierten Komplex $[\text{Cu}(\text{N}_3\text{Tph}_2)(\text{CN}t\text{Bu})]$ (**3a**) sowohl η^1 - als auch η^2 -Bindungsmodi populiert.

Der symmetrisch $\mu, \eta^1/\eta^1$ -verbrückte Kupferkomplex $[\text{Cu}(\text{N}_3\text{Tph}_2)]_2$ (**2a**)₂ besitzt eine intensive, breite $\nu_{\text{as}}\text{-N}_3$ -Absorptionsbande bei 1334 cm^{-1} . Eine entsprechende, allerdings weniger intensive Absorption bei 1336 cm^{-1} sowie weitere für die anderen Koordinationsmodi charakteristische Banden bei 1309/1243/1167 cm^{-1} werden beim unsymmetrisch $\mu, \eta^1/\eta^2$ -verbrückten Lithiumkomplex $[\text{Li}(\text{N}_3\text{Tph}_2)]_2$ (**5a**)₂ beobachtet.

Tabelle II.2. Ausgewählte schwingungsspektroskopische Daten für Metalltriazenide

Formel	Bindungsmodus	charakteristische NNN-Banden (cm ⁻¹)	Lit.
[Cl-Hg{N ₃ (Dmp)Mph}]	η ¹	<u>1314</u> , <u>1163</u>	40
[I-Hg{N ₃ (Dmp)Mph}]	η ¹	<u>1316</u> br, <u>1169</u> br	40
[I-Hg{N ₃ (Dmp)Tph}]	η ¹	<u>1313</u> , <u>1166</u> br	40
[Cu(N ₃ Tph ₂)(PPh ₃) ₂] (4a)	η ²	1246 br	diese Arbeit
[Na(N ₃ Tph ₂)] (6a)	η ²	1305, <u>1242–1227</u> br	diese Arbeit
[K(N ₃ Tph ₂)] (7a)	η ²	1298, <u>1236</u> br	diese Arbeit
[Rb(N ₃ Tph ₂)] (8a)	η ²	1225 br	diese Arbeit
[Cs(N ₃ Tph ₂)] (9a)	η ²	1221 br	diese Arbeit
[Li(N ₃ Tph ₂)(thf)] (10a)	η ²	1243 br	diese Arbeit
[Tl(N ₃ Tph ₂)] (11a)	η ²	1300, <u>1248</u> br	diese Arbeit
[AlMe ₂ (N ₃ Tph ₂)] (14a)	η ²	1282 br	diese Arbeit
[Er(C ₅ H ₄ Me) ₂ N ₃ Tph ₂] (16a)	η ²	1247 br	diese Arbeit
[Li{N ₃ (Dmp)Tph}(thf) ₂]	η ²	1262–1232 br	20
[KN ₃ (Dmp)Tph]	η ²	1233 br	21
[Cu(N ₃ Tph ₂)(CN <i>t</i> Bu)] (3a)	unbekannt	1317, 1266–1233, <u>1178</u>	diese Arbeit
[Cu{N ₃ (Dmp)Tph}(CN <i>t</i> Bu)] (3b)	η ¹ +η ²	1306, <u>1262</u> br, <u>1167</u> br	diese Arbeit
[ZnMe(N ₃ Tph ₂)] (12a)	η ¹ +η ²	<u>1310–1240</u> br, 1169	diese Arbeit
[ZnEt(N ₃ Tph ₂)] (13a)	η ¹ +η ²	<u>1306–1260</u> br, 1168	diese Arbeit
[Cu(N ₃ Tph ₂) ₂] (2a) ₂	μ,η ¹ /η ¹	1334 br	diese Arbeit
[Li(N ₃ Tph ₂) ₂] (5a) ₂	μ,η ¹ /η ²	1336, 1309, <u>1243</u> br, 1167	diese Arbeit

^{a)} Bei mehreren charakteristischen NNN-Banden ist die jeweils intensivste unterstrichen.

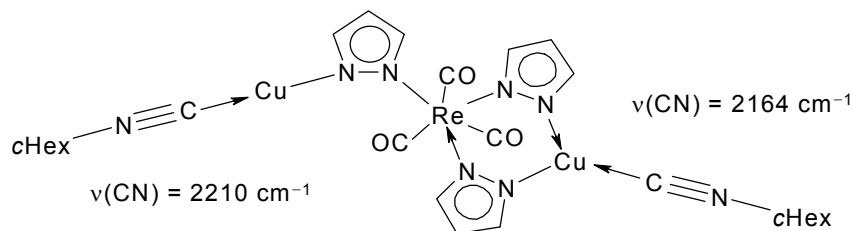


Referenzdaten

2121 cm ⁻¹	[C{C(Me)N(Mes)} ₂]Cu(CNXyl)	41a
2126 cm ⁻¹	[C{C(Me)N(Dip)} ₂]Cu(CNXyl)	41b
2128 cm ⁻¹	[ClC{C(Me)N(Xyl)} ₂]Cu(CNXyl)	41c
2138 cm ⁻¹	<i>t</i> BuNC	41d
2148 cm ⁻¹	[C{C(Me)N(Mes)} ₂]Cu(CN <i>t</i> Bu)	41e
2155 cm ⁻¹	[HB(Pz) ₃]Cu(CN <i>t</i> Bu)	41f
2176 cm ⁻¹	[N{(C ₃ F ₇)C(Dipp)N} ₂]Cu(CN <i>t</i> Bu)	41e
2196 cm ⁻¹	[HB(3,5-(CF ₃) ₂ Pz) ₃]Cu(CN <i>t</i> Bu)	41g
2164/2210 cm ⁻¹	[(CO) ₃ Re(pz) ₃ {M(CNcHex)} ₂]	41h

Schema II.6.1 Vergleich der $\nu(\text{CN})$ -Schwingungsbanden in Isonitril-Addukten von Kupferkomplexen verschiedener monoanionischer N-Donorliganden

Mit den dargestellten Isonitriladdukten **3a** und **3b** ist es möglich, den Donorcharakter der Triazenidoliganden experimentell zu untersuchen. Als IR-spektroskopische Sonde dient dabei die $\nu(\text{C}\equiv\text{N})$ -Schwingungsbande des Isonitril-Liganden. Stärkere Donoren sollten die Cu-Isonitril- π -Rückbindung verstärken und durch eine höhere Population der π^* -C \equiv N-Orbitale zu einer entsprechenden Abnahme der Bindungsordnung führen. In Schema II.6.1 sind die gemessenen Werte den verfügbaren Daten von entsprechenden Vergleichsverbindungen gegenübergestellt. Die beobachteten Absorptionen von 2199 cm^{-1} (**3a**) und 2193 cm^{-1} (**3b**) sind zu deutlich höheren Wellenzahlen und damit Energien verschoben als entsprechende Banden in Kupfer- β -diketiminaten ($2121\text{--}2148\text{ cm}^{-1}$) oder im Kupfer-tris(pyrazolyl)borat (2155 cm^{-1}).^{41f} Ein ähnlich hoher Wert von 2196 cm^{-1} wird allerdings in einem Kupferkomplex mit einem elektronenarmen Trifluormethyl-substituierten Tris(pyrazolyl)borat-Liganden^{41g} beobachtet, während ein Kupfer-triazapentadienid-Komplex^{41e} eine Absorption bei 2176 cm^{-1} zeigt. In dem dreikernigen Pyrazolato-Komplex $[(\text{CO})_3\text{Re}(\text{pz})_3\{\text{Cu}(\text{CNcHex})\}_2]^{41h}$ (Schema II.6.2) — er weist zwei unterschiedliche Bindungsmodi auf — werden zwei Absorptionsbanden bei 2164 cm^{-1} und 2210 cm^{-1} beobachtet, die den dreifach bzw. zweifach koordinierten Kupferatomen zugeordnet wurden. Diese Daten belegen eindeutig den im Vergleich mit β -Diketiminaten vorhergesagten schwächeren Donorcharakter der Triazenide. Leider liegen entsprechende Vergleichsdaten von Kupferamidinaten bisher nicht vor.



Schema II.6.2

Unterschiedliche $\nu(\text{CN})$ -Schwingungsbanden in dem dreikernigen Komplex $[(\text{CO})_3\text{Re}(\text{pz})_3\{\text{Cu}(\text{CNcHex})\}_2]^{41h}$

Festkörperstrukturen

Mit Ausnahme des Isonitril-Addukts **3a** konnten von allen Verbindungen für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle aus *n*-Heptan oder *n*-Heptan/Toluol-Mischungen erhalten werden; dabei wird nur im Fall von **4a** Kokristallisation des verwendeten Lösungsmittels beobachtet. Da die Strukturverfeinerung des Komplexes **3b** wegen einer Lagefehlordnung bzw. Mobilität des Schweratoms ein nur unbefriedigendes Ergebnis lieferte, wurde die Verbindung noch einmal aus Benzol umkristallisiert und der Packungskomplexes **3b** · C₆H₆ erhalten. Ausgewählte Daten zur

Datensammlung und Strukturverfeinerung sind in Tab. II.3 aufgeführt. Abb. II.2–II.5 zeigen die Molekülstrukturen und wichtige Bindungsparameter.

Struktur des homoleptischen Kupfertriazenids $[CuN_3Tph_2]$ (**2a**)

Der Komplex kristallisiert mit dimeren Baueinheiten ohne zusätzliche Symmetrie in der tetragonalen Raumgruppe $P4_3$ (Abb. II.2). In den Dimeren sind die beiden zweifach koordinierten Metallatome durch zwei Triazenido-Liganden in einem $\mu, \eta^1/\eta^1$ -Bindungsmodus annähernd linear (N1–Cu1–N4: 169,36(11), N3–Cu2–N6: 169,18(11)) verbrückt, wobei die Abweichung von der Linearität durch den engen Biß des Liganden und die damit verbundene Pauli-Abstoßung verursacht wird. Eine näherungsweise verwirklichte C_2 -Symmetrie mit einer zweizähligen Drehachse senkrecht zur Cu_2N_3 -Ebene wird unter anderem durch geringe, aber signifikante Abweichungen in der Konformation der Tph-Substituenten durchbrochen. Das zentrale Cu_2N_6 -Fragment weicht zudem deutlich von einer theoretisch möglichen Planarität ab, wobei die beiden N_3 -Ebenen um $29,8^\circ$ gegeneinander verkippt sind (Abb. II.2 rechts). Die Kupferatome Cu1 (bzw. Cu2) liegen dabei um

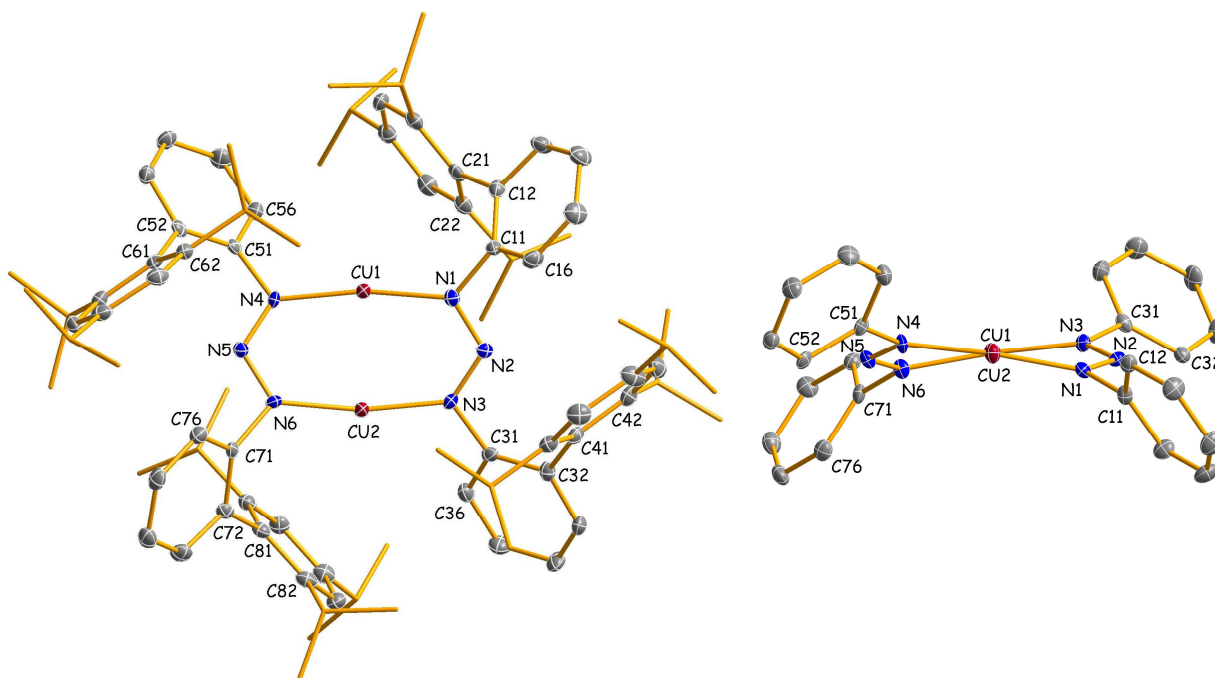


Abb. II.2. Molekülstruktur des dimeren Kupfertriazenids (**2a**)₂.^{36, 37} Der besseren Übersicht wegen sind die Kohlenstoffatome der *iso*-Propyl-Gruppen stark verkleinert dargestellt (Nummerierungsschema links) bzw. die Trip-Substituenten nicht gezeigt (Teilstruktur rechts). Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Cu1–N1 = 1,878(2), Cu2–N3 = 1,887(2), Cu1–N4 = 1,885(2), Cu2–N6 = 1,878(3), Cu1⋯Cu2 = 2,4765(5), N1–N2 = 1,311(3), N2–N3 = 1,305(3), N4–N5 = 1,315(3), N5–N6 = 1,302(3), N1–C11 = 1,434(4), N3–C31 = 1,423(4), N4–C51 = 1,422(4), N6–C71 = 1,434(4), N1–Cu1–N4 = 169,36(11), N3–Cu2–N6 = 169,18(11), N3–N2–N1 = 115,9(2), N6–N5–N4 = 115,9(2), N2–N1–C11–C16 = –53,5(4), N2–N3–C31–C36 = –140,7(3), N5–N4–C51–C56 = –141,2(3), N5–N6–C71–C76 = –55,7(4).

0,213 Å/−0,395 Å sowie −0,411 Å/0,185 Å ober- bzw. unterhalb einer von den Stickstoffatomen N1N2N3 bzw. N4N5N6 gebildeten Ebene. Die Tph-Substituenten sind in Bezug auf den zentralen achteckigen Ring derart orientiert, dass die Trip-Reste abwechseln nach oben und unten zeigen und sich somit näherungsweise eine syn/anti-Konformation eines einzelnen Triazenido-Liganden mit N–N–Cn1–Cn6 Torsionswinkeln von ca. −55° und −141° ergibt. Innerhalb der Tph-Substituenten weisen die Arenringe der C₆H₄- und Trip-Fragmente eine annähernd orthogonale Ausrichtung mit interplanaren Winkeln von 63,9° (C1n/C2n), 75,8° (C3n/C4n), 76,2° (C5n/C6n) und 68,8° (C7n/C8n) auf.

Die Varianz der Cu–N- und N–N-Bindungslängen fällt mit Werten zwischen 1,878(2) und 1,887(2) Å sowie 1,302(3) und 1,315(3) Å gering aus und steht in Einklang mit einer sehr symmetrischen Bindungssituation. Der mittlere Cu–N-Abstand ist mit 1,882 Å nahezu identisch zu den entsprechenden Werten in den beiden anderen strukturell charakterisierten Kupfer(I)-triazeniden [CuN₃Ph₂]₂ (1,898(3) Å)⁴² und [CuN₃Dip₂]₂ (1,8818(16) Å).²⁵ Auch der beobachtete Cu1⋯Cu2-Kontaktabstand ist mit 2,4765(5) Å in einem für dimere Kupfer(I)-Komplexe typischen Bereich.⁴³

Strukturen der Isonitril-Addukte [Cu{N₃(Dmp)Tph}(CNtBu)] (**3b**) und **3b** · C₆H₆

Da die Strukturanalyse des solvensfreien Komplexes **3b** durch eine Fehlordnung des Kupferatoms beeinträchtigt ist, soll hier zunächst nur die Molekülstruktur des Packungskomplexes **3b** · C₆H₆ genauer besprochen werden. Der Komplex kristallisiert mit monomeren Baueinheiten in der monoklinen Raumgruppe *P*2₁/*c* (Abb. II.3). Das Kupferatom besitzt eine lineare Koordination

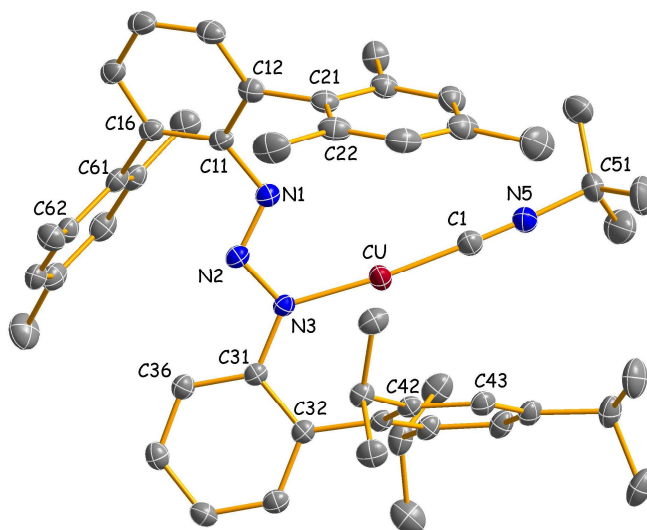


Abb. II.3. Molekülstruktur des Isonitril-Addukts **3b** · C₆H₆.^{36,37,39} Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Cu–N3 = 1,8948(12), Cu–C1 = 1,8337(15), N1–N2 = 1,2816(16), N2–N3 = 1,3354(16), N1–C11 = 1,4189(18), N3–C31 = 1,3968(17), C1–N5 = 1,147(2), C1–Cu–N3 = 173,73(5), N1–N2–N3 = 110,60(11), N2–N3–Cu = 117,30(9), C31–N3–Cu = 127,97(9), N5–C1–Cu = 176,86(13), N2–N1–C11–C16 = −42,77(17), N2–N3–C31–C36 = 21,64(17).

(C1–Cu–N3 = 173,73(5)°) durch das Tph-substituierte Stickstoffatom N3 sowie das Kohlenstoffatom C1 des Isonitril-Donors. Die η^1 -Koordination des Triazenido-Liganden ist insofern bemerkenswert, als entsprechende Isonitril-Addukte von Kupfer- β -diketiminaten^{41a,b,c,e} stets einen N,N-chelatisierenden Bindungsmodus zeigen.

Die gegenüber dem Dpp-substituierten Stickstoffatom N1 größere Nukleophilie von N3 läßt sich mit der stärkeren Wechselwirkung der NNN- und (C31→C36)- π -Systeme, leicht erkennbar an den Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 [–42,77(17)°] und N2–N3–C31–C36 [21,64(17)°], erklären. Ein geringerer Torsionswinkel erlaubt einen größeren Elektronendichtetransfer vom π -System des C₆H₄-Ringes auf das benachbarte Stickstoffatom, in diesem Fall N3. Die η^1 -Koordination des Triazenido-Liganden führt erwartungsgemäß zu deutlich unterschiedlichen N–N-Abständen von 1,2816(16) Å (N1–N2) und 1,3354(16) Å (N2–N3). Mit 1,8948(12) Å, 1,8337(15) Å und 1,147(2) Å sind die Cu–N-, Cu–C- und C≡N-Bindungslängen nahezu identisch zu den entsprechenden Werten in dem dreikernigen Komplex [(CO)₃Re(pz)₃{Cu(CNcHex)}₂]^{41h} (1,881(5), 1,834(7) und 1,151(8) Å) mit strukturell verwandtem N–Cu–C≡N–R-Fragment (siehe Schema II.6.2). In dem Kupfer- β -diketiminat [(C{C(Me)N(Mes)}₂)Cu(CN*t*Bu)]^{41e} werden dagegen bei vergleichbaren Cu–C- und C≡N-Bindungslängen von 1,8273(18) Å und 1,154(2) Å deutlich längere Cu–N-Abstände von 1,9232(13) Å und 1,9604(14) Å beobachtet; sie sind durch den chelatisierenden Bindungsmodus des β -Diketiminato-Liganden bedingt.

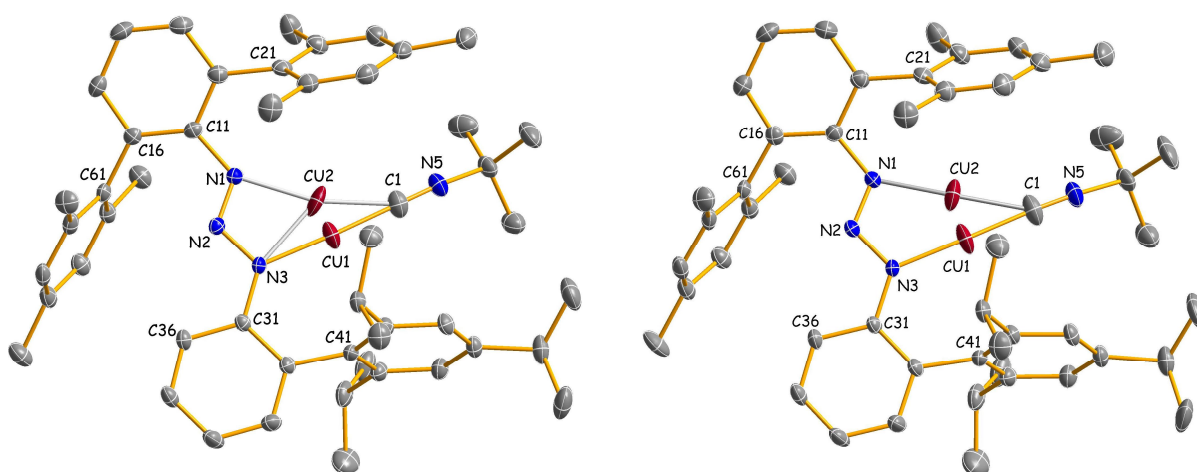


Abb. II.4. Molekülstruktur des solvatefreien Isonitril-Addukts **3b** bei –173°C (links)^{36,37} und –100°C (rechts).^{35,37} Wichtige Besetzungsfaktoren (sof), Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°) bei –173°C [–100°C]: sof (Cu2) = 0,05 [0,12], Cu1–N3 = 1,8934(14) [1,900(3)], Cu1–C1 = 1,829(2) [1,834(4)], Cu2–N1 = 1,972(6) [1,914(5)], Cu2–N3 = 2,073(7) [2,283(7)], N1–N2 = 1,2829(19) [1,285(4)], N2–N3 = 1,3328(19) [1,325(4)], N2–N1–C11–C16 = –37,3(2) [–36,5(5)], N2–N3–C31–C36 = 12,8(2) [12,6(5)].

In der Molekülstruktur des solvatreien Isonitril-Addukts **3b** wird eine Fehlordnung des Kupferatoms beobachtet. Obwohl eine Verfeinerung mit zwei Splitpositionen gelingt, deuten die beobachteten anisotropen Auslenkungsparameter auf eine hohe Mobilität des Metallatoms parallel zu einer Achse durch die Stickstoffatome N1 und N3 hin (Abb. II.4). In Abhängigkeit von der Meßtemperatur erhöht sich der Besetzungsfaktor der Minoritätslage von 5% bei -173°C auf 12% bei -100°C . Der Grund für die im Gegensatz zu **3b** · C₆H₆ vorliegende Fehlordnung sind vermutlich geringe, durch Packungseffekte verursachte Konformationsunterschiede. So führt der vom Betrag her kleinere Torsionswinkel N2–N1–C11–C16 ($-37,3(2)$ in **3b** gegenüber $-42,77(17)$ in **3b** · C₆H₆) offenbar zu einer geringen, aber signifikanten Erhöhung der Nukleophilie des Stickstoffatoms N1.

*Struktur des Phosphan-Addukts [Cu{N₃(Dmp)Tph}(PPh₃)₂] · C₇H₈ (**4a** · Toluol)*

Die monomere Verbindung kristallisiert als Packungskomplex mit Toluol in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ (Abb. II.5), dabei werden keine nennenswerten Wechselwirkungen zwischen den unabhängigen Baueinheiten beobachtet. Das Kupferatom besitzt eine sehr stark verzerrte tetraedrische Koordinationssphäre (Interligandwinkel $59,06(8)$ – $123,01(6)^{\circ}$) mit den beiden η^2 -koordinierten Stickstoffatome N1 und N3 des Triazenidoliganden sowie den Phosphoratomen P1 und P2 zweier Triphenylphosphan-Moleküle. Bei alternativer Beschreibung, die dem Triazenidoliganden

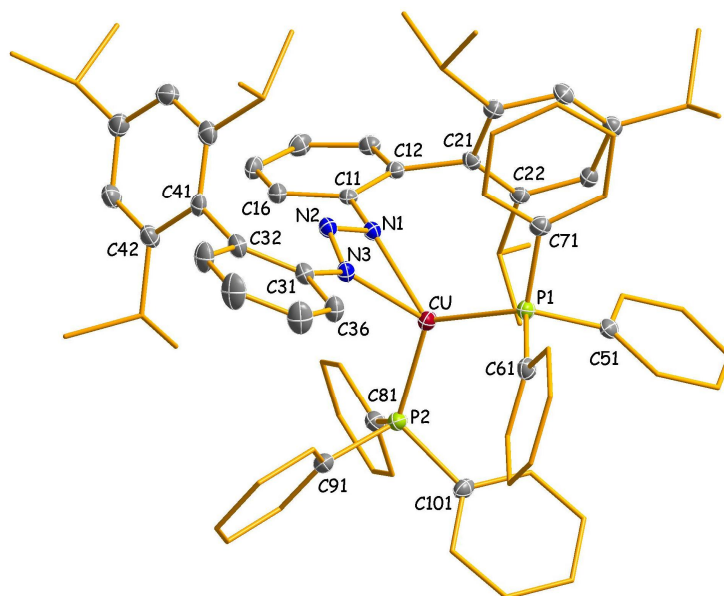


Abb. II.5. Molekülstruktur des Bis(triphenylphosphan)-Addukts **4a**.^{35,37,39} Der besseren Übersicht halber sind Kohlenstoffatome der *iso*-Propyl-Gruppen und PPh₃-Liganden stark verkleinert dargestellt. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Cu–N1 = 2,220(2), Cu–N3 = 2,117(2), Cu–P1 = 2,2706(9), Cu–P2 = 2,2814(9), N1–N2 = 1,315(3), N2–N3 = 1,309(3), N1–C11 = 1,419(3), N3–C31 = 1,418(3), N3–N2–N1 = 109,2(2), N3–Cu–N1 = 59,06(8), P1–Cu–P2 = 121,61(3), P1–Cu···N2 = 122,3(5), P2–Cu···N2 = 114,8(5), N2–N1–C11–C16 = $-31,2(3)$, N2–N3–C31–C36 = $-165,8(2)$.

nur eine Koordinationsstelle (repräsentiert durch N2) zuweist, zeigt das Kupferatom eine trigonal planare Koordination mit Interligandwinkeln im Bereich 114,8(5) bis 122,3(5)°. Wie den Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 und N2–N3–C31–C36 von –31,2(3)° bzw. –165,8(2)° entnommen werden kann, ist näherungsweise eine *syn/anti*-Konformation der beiden Tph-Substituenten verwirklicht.

Mit 2,220(2) Å (Cu–N1) und 2,117(2) Å (Cu–N3) liegt eine deutlich asymmetrische Koordination des Triazenidoliganden vor, während die Koordination der beiden Triphenylphosphan-Liganden mit 2,2706(9) Å und 2,2814(9) Å weitgehend symmetrisch ist. Der mittlere Cu–N-Abstand von 2,169 Å ist gegenüber den entsprechenden Abständen in den η^1 -koordinierten Komplexen **2a** und **3b** um etwa 0,28 Å verlängert. Entsprechende Vergleichswerte für die Cu–N- und Cu–P-Bindungslängen aus zwei verwandten PPh₃-Komplexen, dem β -Dialdiminat [$\{\text{PhC}(\text{C}(\text{H})\text{N}(\text{Ph}))_2\}\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2$]^{44a} und dem zweikernigen Oxalimidinat $[(\text{Ph}_3\text{P})_2\text{Cu}\{(\text{Tol})\text{N}\}_2\text{CC}\{\text{N}(\text{Tol})\}_2\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2]$,^{44b} liegen bei 2,053(3) Å und 2,292(1) Å bzw. 2,063(5) Å und 2,291(2) Å.

Tabelle II.3. Ausgewählte kristallographische Daten für die Kupfertriazenide (**2a**)₂, **3b** · C₆H₆, **3b** (100 K), **3b** (173 K) und **4a** · C₇H₈

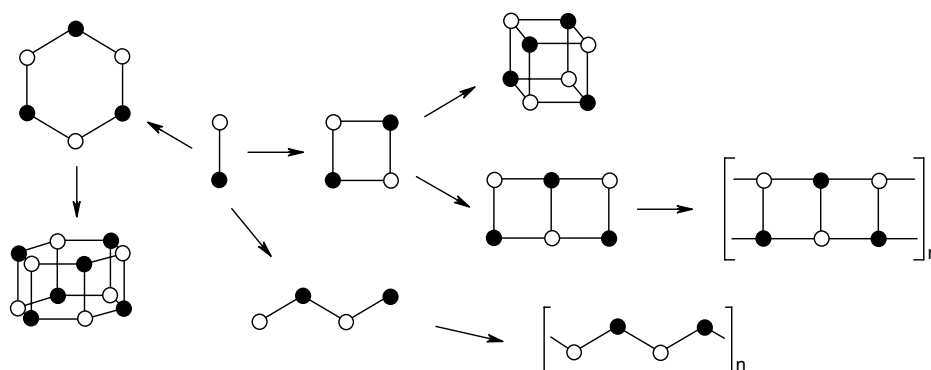
	(2a) ₂	3b · C ₆ H ₆	3b (100 K)	3b (173 K)	4a · C ₇ H ₈
Formel	C ₈₄ H ₁₀₈ Cu ₂ N ₆	C ₅₆ H ₆₇ CuN ₄	C ₅₀ H ₆₁ CuN ₄	C ₅₀ H ₆₁ CuN ₄	C ₈₅ H ₉₂ CuN ₃ P ₂
Molare Masse	1328,84	859,68	781,57	781,57	1281,10
Farbe, Habitus	blaßgelb, Plättchen	gelb, Prisma	gelb, Prisma	gelb, Prisma	blaßgelb, Plättchen
Kristallgröße (mm)	0,30 × 0,20 × 0,04	0,25 × 0,20 × 0,20	0,40 × 0,35 × 0,25	0,65 × 0,55 × 0,45	0,80 × 0,50 × 0,20
Kristallsystem, Raumgruppe	tetragonal, <i>P</i> 4 ₃	monoklin, <i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i>	triklin, <i>P</i> $\bar{1}$	triklin, <i>P</i> $\bar{1}$	triklin, <i>P</i> $\bar{1}$
<i>a</i> (Å)	15,04610(10)	17,6453(2)	10,6956(2)	10,752(2)	13,601(3)
<i>b</i> (Å)	15,04610(10)	12,2230(2)	12,2829(2)	12,311(3)	14,059(3)
<i>c</i> (Å)	33,6042(4)	22,6382(3)	19,1514(3)	19,281(4)	19,314(5)
α (°)	90	90	72,0978(10)	71,992(16)	80,956(18)
β (°)	90	94,4469(7)	89,1996(11)	88,779(17)	85,469(17)
γ (°)	90	90	70,2091(10)	70,314(16)	89,487(19)
<i>V</i> (Å ³)	7607,49(12)	4867,87(12)	2241,31(7)	2275,5(8)	3635,8(14)
Z	4	4	2	2	2
berechnete Dichte (g/cm ³)	1,160	1,173	1,158	1,141	1,170
μ (mm ⁻¹)	0,605	0,488	0,524	0,516	0,390
2 θ -Meßbereich (°)	6,5–56,6	6,6–56,6	7,1–56,6	3,6–48,0	4,2–50,0
Gesammelte Reflexe	45928	65762	66066	7581	13238
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	16606/0,091	11972/0,090	11049/0,158	7145/0,069	12656/0,035
Reflexe mit <i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>) (<i>N</i> _o)	14009	10115	9314	4902	7965
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	856/1	600/0	525/0	525/0	825/0
<i>R</i> 1 (<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)) ^b	0,052	0,039	0,055	0,068	0,046
<i>wR</i> 2 (alle Daten) ^c	0,110	0,106	0,162	0,187	0,113
GOF ^d	1,234	1,045	1,682	1,199	0,860
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,43/–0,41	0,31/–0,40	0,53/–1,05	0,33/–0,77	0,68/–0,43

^a Meßtemperatur jeweils –100°C (**3b** (173 K), **4a**) oder –173°C ((**2a**)₂, **3b** · C₆H₆, **3b** (100 K)) mit MoK α -Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil S. 100.

II.2 Alkalimetalltriazenide

II.2.1 Überblick

Organyle von Elementen der Gruppen von 14 bis 16, insbesondere aber ihre Lithium-, Natrium- und Kaliumderivate, sind Schlüsselreagenzien in der Organometall-Synthese und der Koordinationschemie.⁴⁵ Deshalb sind genaue Kenntnisse über Struktur und Aggregation dieser Verbindungen von fundamentalem Interesse, um ihre unterschiedlichen Eigenschaften und Reaktivitäten besser zu verstehen. Der Aggregationsgrad n für Verbindungen der Zusammensetzung $(\text{MER}_x)_n$ [M = Alkalimetall; E = Element der Gruppe 14 ($x = 3$), 15 ($x = 2$) und 16 ($x = 1$)] ist abhängig vom Ionenradius und der Polarisierbarkeit des Metalls, dem sterischen Anspruch und der Haptizität der Substituenten und der Anwesenheit zusätzlicher Donoren. Dabei führt die Abwesenheit koordinierender Lösungsmittelmoleküle häufig zu neuen Strukturen und ungewöhnlichen Metall-Ligand-Wechselwirkungen; hier sind vor allem die agostischen Wechselwirkungen zu alkylsubstituierten Liganden oder Metall- π -Aren-Wechselwirkungen in arylsubstituierten Ligandsystemen zu nennen. Die ausgeprägte Tendenz der elektronendefizitären Alkalimetallkomplexe^{45,46} oder -organyle⁴⁷, in Abwesenheit koordinierender Lösungsmittel oder zusätzlicher σ -Donoratome Aggregate auszubilden, zeigt sich an der großen Zahl strukturell charakterisierter oligo- und polymerer Verbindungen, von denen einige häufiger angetroffene Struktur motive in Schema II.7 gezeigt sind. Im Gegensatz dazu sind von monomeren solvensfreien Verbindungen mit ein- oder zweizähligen Liganden nur sehr wenige Strukturen bekannt.⁴⁸



Schema II.7. Häufig auftretende Struktur motive bei $(\text{MER}_x)_n$ -Verbindungen

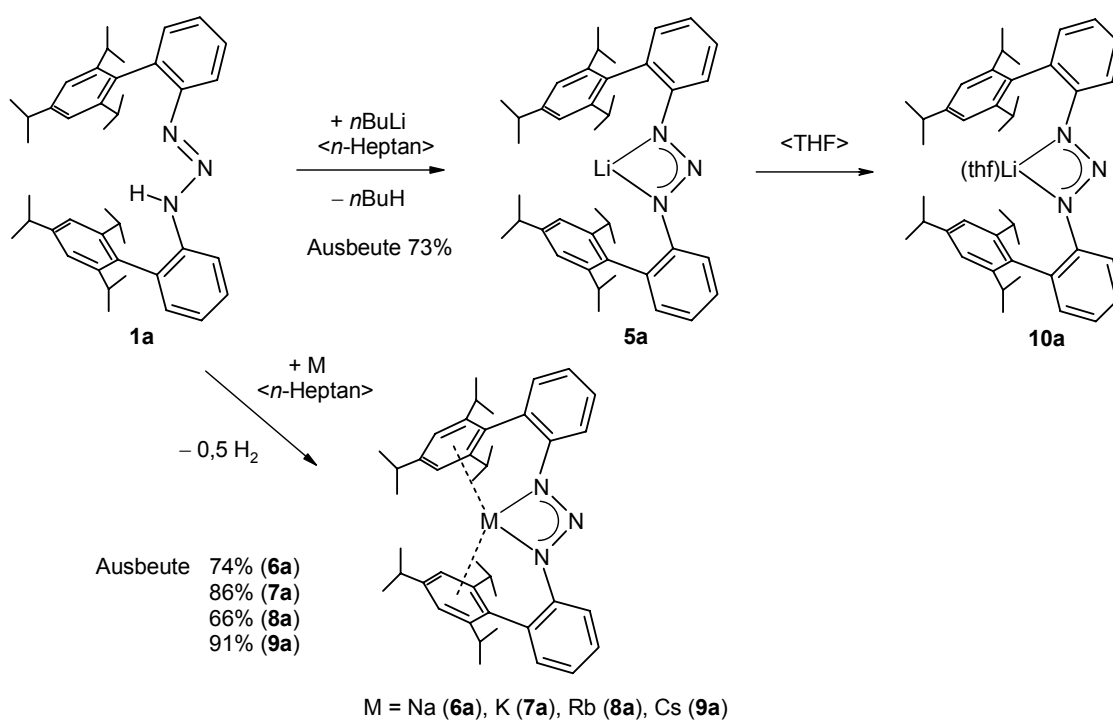
Ein zunehmender Radius des Alkalimetallkations führt in homoleptischen Komplexen normalerweise zu höher aggregierten Derivaten. Im folgenden Abschnitt wird die Darstellung und Charakterisierung alkanlöslicher Alkalimetallsalze des sterisch anspruchsvollen Tph_2N_3 -Triazenidoliganden beschrieben, die jedoch nicht dem oben genannten Prinzip folgen. Diese Verbindungen zeigen

vielmehr in ihren Festkörperstrukturen ein "inverses Aggregationsverhalten": die Derivate der schwereren Homologen Natrium bis Cäsium kristallisieren als diskrete Monomere, während das Lithiumsalz als Dimer vorliegt.

II.2.2 Synthese und Charakterisierung

Synthese und IR-spektroskopische Untersuchungen

Die Alkalimetalltriazenide sind durch Metallierung des Triazens Tph₂N₃H (**1a**) mit *n*-Butyllithium oder Alkalimetall unter Bildung von *n*-Butan oder Wasserstoff in *n*-Heptan als Lösungsmittel bei 20°C zugänglich (Schema II.8). Nach Kristallisation werden die solvensfreien, tiefgelben bis orangefarbenen Verbindungen [M(N₃Tph₂)] {M = Li (**5a**), Na (**6a**), K (**7a**), Rb (**8a**), Cs (**9a**)} in guten bis sehr guten Ausbeuten von 66% bis 91% isoliert. Durch Umkristallisieren von **5a** aus einer Heptan/THF-Mischung ist der Solvatkomplex [Li(N₃Tph₂)(thf)] (**10a**) zugänglich. Die Verbindungen, insbesondere die Derivate der schwereren Alkalimetalle, zeigen eine beträchtliche thermische Stabilität und zersetzen sich unter Entwicklung von N₂ erst in den Bereichen von 176 bis 235 °C (**5a**), von 234 bis 236 °C (**6a**), von 326 bis 332 °C (**7a**), von 342 bis 345 °C (**8a**) oder von 340 bis 358 °C (**9a**). Sie sind feuchtigkeitsempfindlich und weisen eine gute oder mäßige Löslichkeit in aromatischen oder aliphatischen Kohlenwasserstoffen auf. In den IR-Spektren werden intensive $\nu_{\text{as-N}_3}$ -Absorptionsbanden im Bereich 1221–1267 cm⁻¹ beobachtet, die auf einen η^2 -chelatisierenden Bindungsmodus der Triazenido-Liganden hinweisen (s. auch Abschnitt II.1.3, S. 28–29).



Schema II.8. Synthese der Alkalimetalltriazenide **5a-10a**

Festkörperstrukturen

Von allen Verbindungen konnten für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle aus C₆D₆ oder *n*-Heptan erhalten werden, dabei wird in keinem Fall Kokristallisation des verwendeten Lösungsmittels beobachtet. Angaben zur Datensammlung und Strukturverfeinerung sind in Tab. II.4 und II.9 (7a) aufgeführt. Abb. II.6, II.7 und II.9 zeigen die Molekülstrukturen, wichtige Bindungsparameter sind in Tab. II.5, Abb. II.6 und Abb. II.9 zusammengestellt.

Alkalimetalltriazenide sind strukturell bislang kaum charakterisiert worden. Unsere Kenntnisse blieben bis zum Beginn dieser Arbeit auf zwei solvatisierte Spezies mit Toly substituenten, einen dimeren Lithium- und einen polymeren Kaliumkomplex¹³, beschränkt. Vor Kurzem wurde über die Synthese und strukturelle Charakterisierung eines weiteren solvensfreien, polymeren Kaliumtriazenids berichtet.¹⁵ Wie bereits in der Einleitung erwähnt, konnten im Arbeitskreis *Niemeyer* Alkalimetallsalze des sterisch anspruchsvollen Triazens HN₃(Dmp)Tph synthetisiert und mit Ausnahme des Natriumderivats strukturell charakterisiert werden. Das Kaliumtriazenid [KN₃(Dmp)Tph] liegt im Festkörper monomer vor,²⁰ während sowohl die Lithiumverbindung²⁰ als auch die Derivate der schwereren Homologen Rubidium und Cäsium²¹ über intermolekulare M...H₃C- (M = Li) bzw. M...Aren-Wechselwirkungen (M = Rb, Cs) zu Polymeren assoziiert sind.

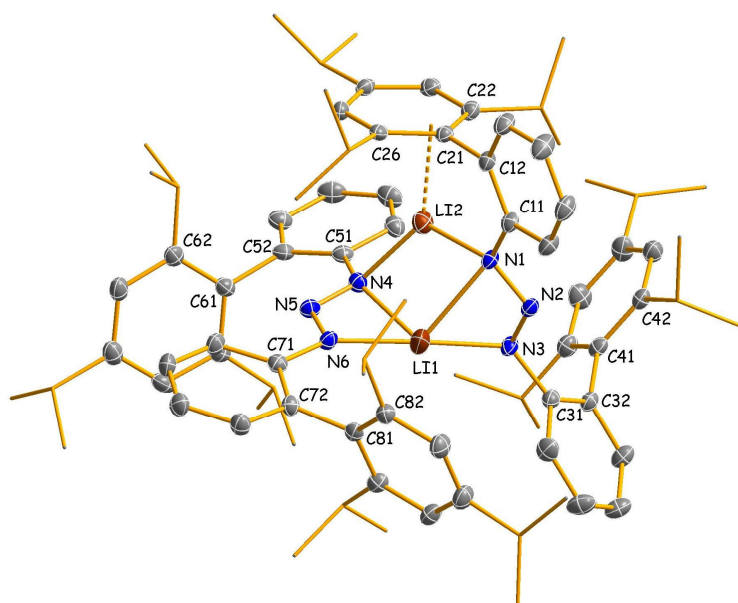


Abb. II.6. Molekülstruktur des dimeren Lithiumtriazenids **5a**.^{35,37,38} Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Li1–N1 = 2,389(9), Li1–N3 = 1,960(8), Li1–N4 = 2,234(9), Li1–N6 = 1,984(8), Li2–N1 = 2,013(7), Li2–N4 = 2,044(7), Li2...C21 = 2,343(7), Li2...C22 = 2,585(7), Li2...C26 = 2,605(7), N1–N2 = 1,339(3), N2–N3 = 1,296(4), N4–N5 = 1,317(4), N5–N6 = 1,304(4), N1–C11 = 1,418(4), N3–C31 = 1,441(4), N4–C51 = 1,413(4), N6–C71 = 1,413(4), N1–Li1–N3 = 59,6(2), N1–Li1–N4 = 97,6(3), N1–Li1–N6 = 123,4(5), N3–Li1–N4 = 117,8(4), N3–Li1–N6 = 176,9(6), N4–Li1–N6 = 61,6(2), N1–Li2–N4 = 118,1(3), N2–N1–C11–C16 = –23,6(4), N2–N3–C31–C36 = 82,0(4), N5–N4–C51–C56 = 179,5(3), N5–N6–C71–C76 = –10,5(5).

Tabelle II.4. Ausgewählte kristallographische Daten für die Alkalimetalltriazenide **5a**, **6a**, **8a**, **9a** und **10a**

Verbindung	5°	6a	8°	9a	10a
Formel	C ₈₄ H ₁₀₈ Li ₂ N ₆	C ₄₂ H ₅₄ NaN ₃	C ₄₂ H ₅₄ N ₃ Rb	C ₄₂ H ₅₄ CsN ₃	C ₄₆ H ₆₂ LiN ₃ O
Molare Masse	1215,64	623,87	686,35	733,79	679,93
Farbe, Habitus	gelb, Prisma	gelb, Stäbchen	gelb, Prisma	gelb, Plättchen	gelb, Prisma
Kristallgröße (mm)	0,50 × 0,30 × 0,15	0,80 × 0,35 × 0,30	0,75 × 0,75 × 0,35	0,45 × 0,22 × 0,06	0,45 × 0,40 × 0,35
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$
<i>a</i> (Å)	13,735(3)	9,444(3)	9,368(3)	8,538(3)	9,645(3)
<i>b</i> (Å)	15,839(4)	14,358(4)	14,530(3)	13,232(4)	14,765(3)
<i>c</i> (Å)	19,182(4)	14,596(4)	14,768(4)	16,727(4)	15,946(4)
α (°)	79,31(2)	100,39(2)	101,578(19)	100,37(2)	70,821(17)
β (°)	85,390(18)	91,06(2)	104,10(2)	106,21(2)	76,52(2)
γ (°)	65,750(18)	102,35(2)	91,04(2)	101,89(2)	82,289(19)
<i>V</i> (Å ³)	3738,7(15)	1898,3(10)	1905,2(9)	1919,2(10)	2081,7(9)
<i>Z</i>	2	2	2	2	2
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,080	1,091	1,196	1,270	1,085
μ (mm ⁻¹)	0,062	0,073	1,331	0,996	0,064
2 θ -Meßbereich (°)	3–50	3–54	3–54	3–50	4–48
Gesammelte Reflexe	13774	8794	8813	7202	6782
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	13170/0,055	8280/0,049	8290/0,049	6756/0,093	6356/0,035
Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$ (<i>N</i> _o)	6880	5432	6361	4543	2413
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	887/7	450/6	440/3	430/2	477/0
<i>R</i> 1 ($I > 2\sigma(I)$) ^b	0,079	0,076	0,051	0,063	0,061
<i>wR</i> 2 (alle Daten) ^c	0,167	0,224	0,125	0,139	0,180
GOF ^d	1,191	1,369	1,221	1,135	0,786
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,43/–0,34	0,37/–0,66	0,53/–0,36	0,77/–1,03	0,49/–0,22

^a Meßtemperatur jeweils –100°C mit MoK α -Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil S. 100.

Ein ähnlich überraschendes, wenn auch unterschiedliches Assoziationsverhalten zeigen die Alkalimetalltriazenide **5a–9a**. Das Lithiumtriazenid **5a** kristallisiert als dimerer Komplex, in dem zwei $\mu_2:\eta^1,\eta^2$ -gebundene Triazenidoliganden die beiden Lithiumkationen verbrücken. Die *cis*-An-

Tabelle II.5. Ausgewählte Bindungslängen (Å), Bindungswinkel (°) und Torsionswinkel (°) in den kristallinen Alkalimetalltriazeniden **5a**, **6a**, **8a**, **9a** und **10a**^{a–d}

	6a	7^o	8a	9a	10a^f
M–N1	2,401(2)	2,7093(14)	2,834(2)	3,065(5)	2,012(8)
M–N3	2,362(2) {2,382}	2,7232(14) {2,716}	2,845(2) {2,840}	3,071(4) {3,068}	2,026(9) {2,019}
M···N2	2,888(2)	3,2467(13)	3,375(2)	3,608(4)	2,437(8)
N1–N2	1,308(3)	1,3016(18)	1,303(3)	1,314(6)	1,318(4)
N2–N3	1,307(3) {1,308}	1,3086(17) {1,305}	1,314(3) {1,309}	1,307(6) {1,311}	1,306(4) {1,312}
N1–C11	1,400(3)	1,3932(19)	1,400(3)	1,405(7)	1,404(5)
N3–C31	1,408(3)	1,3901(19)	1,389(3)	1,399(6)	1,395(5)
M···C21	3,366(3)	3,3166(16)	3,408(3)	3,680(5)	(3,517(9))
M···C22	3,364(3) {3,365}	3,3472(16)	3,428(3)	3,569(6)	
M···C23	3,630(3)	3,3636(17)	3,417(3)	3,541(6)	
M···C24	3,923(3)	3,3689(17)	3,416(3)	3,656(6)	
M···C25	3,883(3)	3,3074(18)	3,379(3)	3,741(6)	
M···C26	3,617(3)	3,2948(17) {3,333}	3,389(3)	3,767(6)	
M···C41	3,116(3)	3,3583(16)	3,449(3)	3,699(5)	(3,571(9))
M···C42	3,158(3)	3,4435(17)	3,513(3)	3,730(5)	
M···C43	3,203(3)	3,4759(18)	3,519(3)	3,756(6)	
M···C44	3,233(3)	3,4482(18)	3,467(3)	3,736(6)	
M···C45	3,189(3)	3,3359(18)	3,381(3)	3,664(6)	
M···C46	3,149(3) {3,175}	3,3060(17) {3,395}	3,391(3)	3,657(6)	
η^n/η^m	$(\eta^2)/\eta^6$	η^6/η^5	η^6/η^5	η^5/η^5	(η^1/η^1)
M···X6/M···Xm	3,358/3,291	3,027	3,108	3,381/3,367	(3,880)
M···X6'/M···Xn	2,850	3,095/3,088	3,160/3,156	3,432/3,430	(3,900)
X6···M···X6'	145,6	159,7	166,2	169,8	(144,8)
Xm···M···Xn	160,6	161,4	167,5	169,6	(172,5)
N1–M–N3	53,09(7)	46,26(4)	44,39(6)	41,33(12)	65,1(3)
N2–N1–C11–C16	–0,3(3)	3,7(2)	4,2(4)	3,2(9)	1,3(5)
N2–N3–C31–C36	3,8(4)	–4,4(2)	–5,7(4)	–2,0(9)	–1,4(5)
M/NNN ^e	0,154	0,234	0,273	0,197	0,059
N1–C11–C12	115,28(19)	114,55(13)	114,7(2)	115,9(5)	117,3(3)
N3–C31–C32	114,61(19) {114,9}	114,88(13) {114,7}	114,8(2) {114,8}	116,5(5) {116,3}	118,2(3) {117,8}
C11–C12–C21	120,3(2)	119,01(13)	119,2(2)	120,1(5)	122,3(3)
C31–C32–C41	117,7(2) {119,0}	118,94(13) {119,0}	119,7(2) {119,5}	120,0(5) {120,1}	121,9(4) {122,1}

^a Mittelwerte stehen in geschweiften Klammern. ^b X6/X6' = Centroide der C21→C26/C41→C46-Ringe. ^c η^n/η^m = zugeordnete Haptizitäten für die Arenringe C21→C26/C41→C46. ^d Xn/Xm = Centroide entsprechend der zugeordneten Haptizitäten. ^e Auslenkung des Metallatoms aus der NNN-Ebene. ^f Zusätzliche Angaben in der Legende von Abb. II.9.

ordnung der Triazenidoliganden in Bezug auf den zentralen, nahezu planaren Li_2N_2 -Ring ist ungewöhnlich und in der Strukturchemie der verwandten Lithiumamidinate unbekannt.^{49a} Ein Lithiumatom (Li1) zeigt eine 2+2-Koordination an vier Stickstoffatome mit zwei kürzeren (Li1-N3 1,960(8) Å, Li1-N6 1,984(8) Å) und zwei deutlich längeren (Li1-N4 2,234(9) Å, Li1-N1 2,389(9) Å) Bindungen. Obwohl die beiden NNN-Ebenen der Triazenidoliganden mit $89,6^\circ$ nahezu senkrecht zueinander orientiert sind, liegt eine stark verzerrte tetraedrische Umgebung vor, da die N-Li1-N -Winkel mit Werten zwischen $59,6(2)^\circ$ und $176,9(6)^\circ$ erheblich variieren. Das andere Lithiumatom (Li2) besitzt eine verzerrt trigonal planare Koordination an zwei Stickstoffatome unterschiedlicher Triazenidoliganden (Li2-N1 2,013(7) Å, Li2-N4 2,044(7) Å) und den Schwerpunkt eines η^3 -gebundenen Arenrings ($\text{Li2}\cdots\text{C21}$ 2,343(7), $\text{Li2}\cdots\text{C22}$ 2,585(7), $\text{Li2}\cdots\text{C26}$ 2,605(7)). Die unterschiedliche Koordination der Lithiumatome und ein Winkel N3-Li1-N6 von $176,9(6)^\circ$ legen eine alternative Beschreibung von $(\mathbf{2})_2$ als Lithiat-Komplex $[\text{Li}][\text{Li}(\text{N}_3\text{Tph}_2)_2]$ nahe.⁵⁰ Der sterische Anspruch der Biphenylsubstituenten führt zusammen mit deren Flexibilität zu unterschiedlichen Konforma-

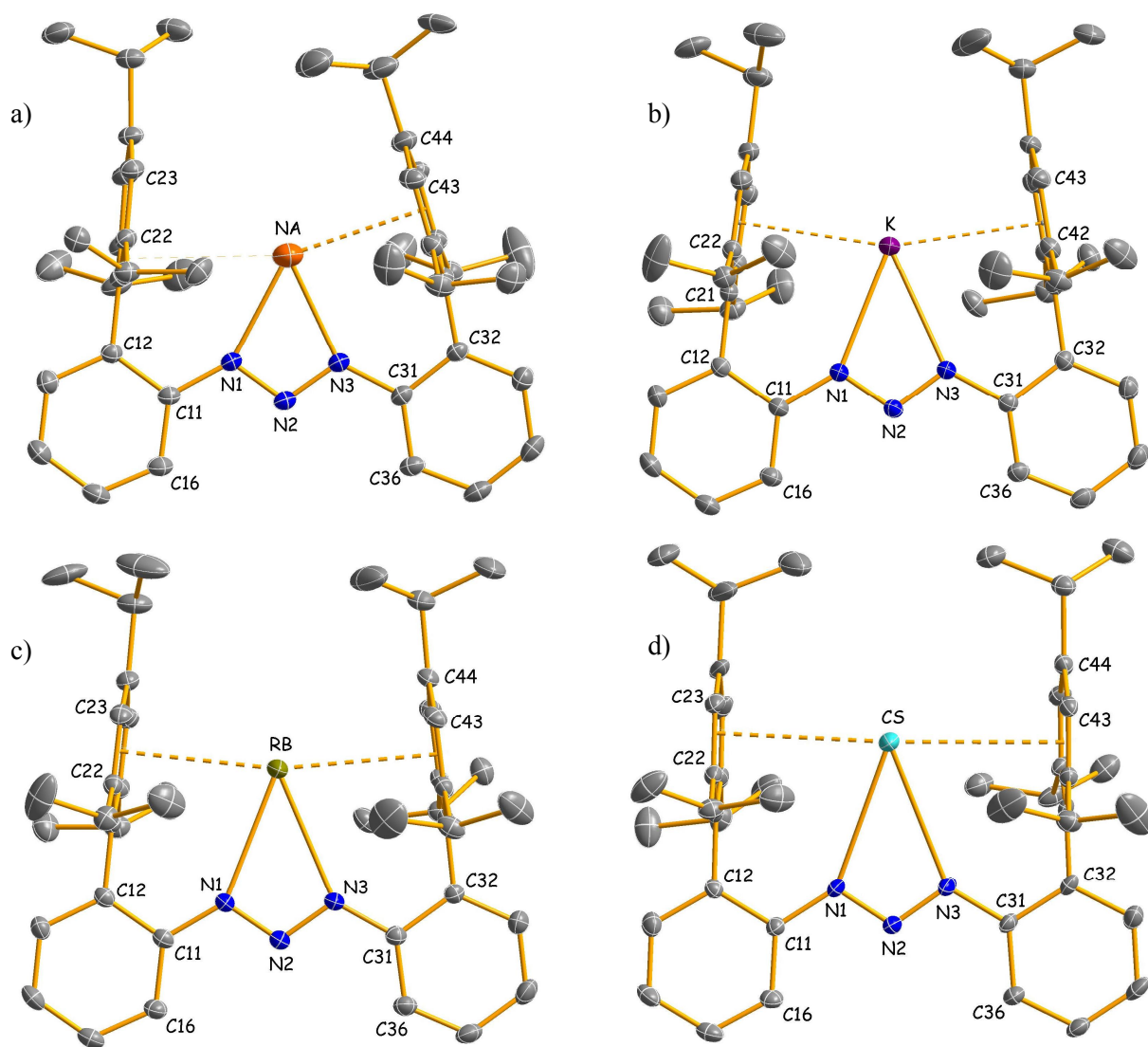


Abb. II.7. Molekülstrukturen der Alkalimetalltriazenide **6a** [a)], **7a** [b)], **8a** [c)] und **9a** [d)]^{35,37,38}

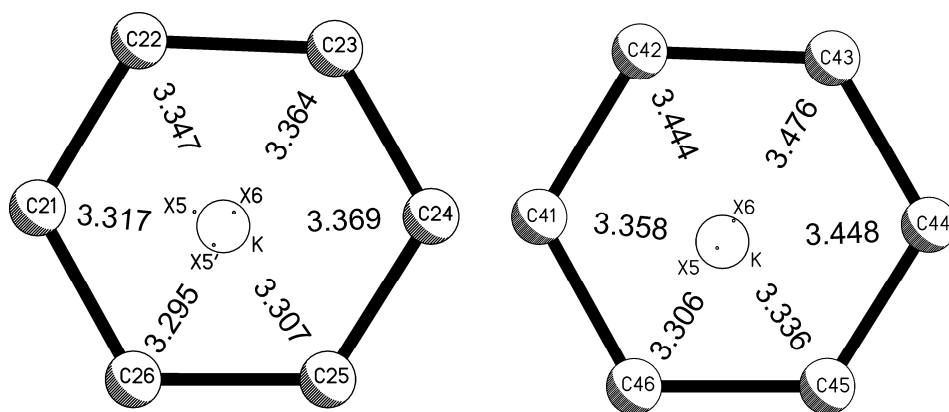
tionen in Bezug auf die zentrale NNN-Ebene. Dies wird durch die Torsionswinkel N–N–C_{n1}–C_{n6} verdeutlicht; sie weisen mit Werten von $-23,6(4)^\circ/82,0(4)^\circ$ ($n = 1, 3$) bzw. $179,5(3)^\circ/-10,5(5)^\circ$ ($n = 5, 7$) auf eine *syn/gauche*- bzw. *anti/syn*-Konformation der vier Substituenten hin.

Die unterschiedliche Konformation der Substituenten spiegelt sich auch in den unterschiedlichen N–C-Bindungslängen wider. Mit Werten von 1,413(4)–1,418(4) Å weisen die N1–C11-, N4–C51- und N6–C71-Abstände auf eine deutliche Wechselwirkung zwischen den π -Systemen der NNN- und C₆H₄-Fragmente hin. Der entsprechende N3–C31-Abstand zum nahezu orthogonal stehenden Tph-Substituenten ist dagegen mit 1,441(4) Å signifikant aufgeweitet.

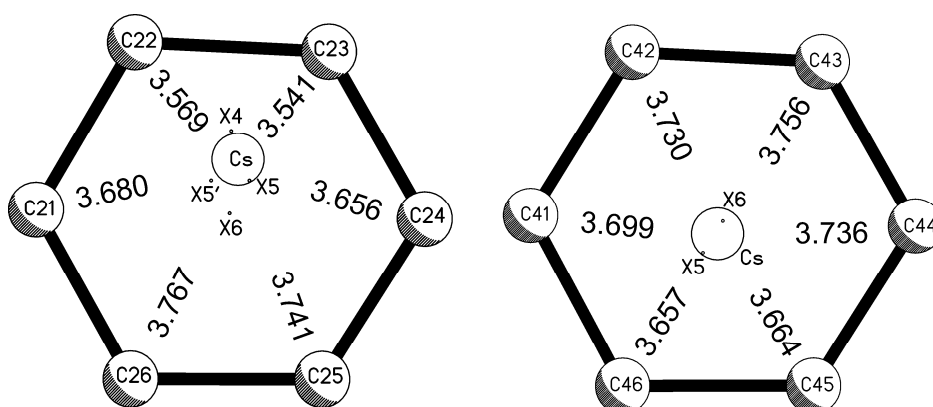
Überraschenderweise kristallisieren Kalium- (**7a**), Rubidium- (**8a**) und Cäsiumtriazenid (**9a**) als monomere Komplexe. In ihnen liegen symmetrisch gebundene η^2 -chelatisierende Triazenidoliganden mit gemittelten M–N-Abständen von 2,716 Å (**7a**), 2,840 Å (**8a**) und 3,068 Å (**9a**) vor. Der zuerst genannte Wert ist deutlich kürzer als die entsprechenden Abstände in den polymeren Komplexen $[\{\text{KN}_3\text{Tol}_2(\text{dme})\}_2]_\infty$ (Tol = 4-MeC₆H₄; gemittelt 2,886 Å)¹³ und $[\{\text{KN}_3(4\text{-NO}_2\text{C}_6\text{H}_4)_2\}_2]_\infty$ (gemittelt 2,944 Å)¹⁵ mit 7- bzw. 8-fach-koordinierten Metallatomen. Eine sterische und elektronische Absättigung der Alkalimetallkationen wird durch zusätzliche Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen zu den flankierenden Triisopropylphenyl-Ringen der Tph-Substituenten erreicht.

In den Komplexen **7a** und **8a** wechselwirken die Metallkationen mit den Trip-Ringen der Biphenylreste jeweils in einem η^6/η^5 -Bindungsmodus mit K \cdots C / Rb \cdots C-Abständen im Bereich von 3,2948(17) bis 3,3689(17) Å / 3,379(3) bis 3,428(3) Å zu den Atomen C21→C26 und von 3,3060(17) bis 3,4482(18) Å / 3,381(3)–3,513(3) Å zu den Atomen C41, C42, C44→C46. Im Cäsiumkomplex **9a** werden die Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen am besten als η^5/η^5 beschrieben. Die entsprechenden, als bindend einzustufenden Cs \cdots C-Abstände überstreichen den Bereich von 3,541(6) bis 3,741(6) Å, zu den Atomen (C21→C25) und von 3,664(6) bis 3,736(6) Å zu den Atomen (C41, C42, C44→C46).

Die Zuordnung der Haptizität der hier diskutierten Metall-Aren-Wechselwirkungen basiert auf der Auswertung der Metall–Centroid-Abstände (d) und der Bestimmung des Winkels (α) zwischen dem Metall–Centroid-Vektor und der Normalen der Arenebene. Dies ist am Beispiel des Kalium- und Cäsiumkomplexes in Abb. II.8 gezeigt. Abgebildet ist jeweils die Projektion des Alkalimetallions senkrecht zur Ebene des koordinierten Arenrings. Die möglichen Centroide X_n oder $X_{n'}$, wobei n die Anzahl der gebundenen Kohlenstoffatome und damit die Haptizität η^n angibt, sind als Punkte eingezeichnet. So gilt es beispielsweise für die Wechselwirkung des Cäsiumkations mit dem Arenring C21→C26 in **9a** zwischen einem η^6 -, η^5 - oder η^4 -Bindungsmodus zu unterscheiden. Ein



	<i>d</i>	α	
K-X5 (C21→C23, C25, C26) / C ₆ (C21→C26)	3,034 Å	4,4°	
K-X5' (C21, C22, C24→C26) / C ₆ (C21→C26)	3,031 Å	3,4°	⇒ η ⁶ (C21→C26)
K-X6 (C21→C26) / C ₆ (C21→C26)	3,027 Å	1,8°	η ⁵ (C41, C42, C44→C46)
K-X5 (C41, C42, C44→C46) / C ₆ (C41→C46)	3,088 Å	1,0°	
K-X6 (C41→C46) / C ₆ (C41→C46)	3,095 Å	4,1°	



	<i>d</i>	α	
Cs-X4 (C21→C24) / C ₆ (C21→C26)	3,381 Å	5,0°	
Cs-X5 (C21→C25) / C ₆ (C21→C26)	3,367 Å	2,0°	
Cs-X5' (C21→C24, C26) / C ₆ (C21→C26)	3,373 Å	3,3°	⇒ η ⁵ (C21→C25)
Cs-X6 (C21→C26) / C ₆ (C21→C26)	3,382 Å	5,3°	η ⁵ (C41, C42, C44→C46)
Cs-X5 (C41, C42, C44→C26) / C ₆ (C41→C46)	3,430 Å	2,3°	
Cs-X6 (C41→C46) / C ₆ (C41→C46)	3,432 Å	2,3°	

Abb. II.8. Zuordnung der Haptizitäten in der Metall- π -Aren-Koordination von Komplex **7a** und **9a**. $X_n/X_{n'}$ = Centroide mit unterschiedlicher Haptizität η^n (gebundene Kohlenstoffatome stehen in Klammern). α = Winkel zwischen dem Vektor M- X_n und der Normalen der C₆-Arenringe. d = Abstand M- X_n . Die beste Beschreibung ist diejenige mit den kleinsten Werten für α und d .

Vergleich der entsprechenden Metall–Centroid-Abstände Cs–X6 (3,382 Å zu den Atomen C21→C26), Cs–X5 (3,367 Å zu den Atomen C21→C25), Cs–X5' (3,373 Å zu den Atomen C21→C24 und C26) und Cs–X4 (3,381 Å zu den Atomen C21→C24) zeigt den kleinsten Wert für den Abstand Cs–X5. Alternativ kann auch der Winkels α zwischen dem jeweiligen Metall–Centroid-Vektor und der Normalen der Arenebene ausgewertet werden. Dieser variiert zwischen 2,0° und 5,3° wobei der kleinste Wert wieder für die η^5 -Koordination zu den Kohlenstoffatomen C21→C25 beobachtet wird. Da die beobachteten Unterschiede in den Abständen und Winkeln oft gering sind, zeigt Tabelle II.5 nicht nur die zugeordneten M···Centroid- (X_n/X_m) Abstände, sondern auch die Abstände zu den Zentren (X6/X6') der koordinierten Arenringe, um einen besseren Vergleich der Verbindungen untereinander zu ermöglichen.

Die *syn/syn*-Konformation der beiden Tph-Substituenten und die daraus resultierende koplanare Anordnung der C₆H₄-Arenringe mit der NNN-Ebene (vgl. Torsionswinkel |NNCC| = 2,0–5,7°) sowie die dazu orthogonale Orientierung der Trip-Substituenten ($\angle(\text{NNN}/\text{C}_6\text{H}_2) = 86,3\text{--}93,3^\circ$) hat bei den Verbindungen **7a**, **8a** und insbesondere bei **9a** eine ungewöhnliche T-förmige Umgebung der Metallkationen, welche durch die Centroide der koordinierenden Arenringe und den Schwerpunkt des Triazenidoliganden definiert ist, zur Folge. Im Cäsiumsalz **9a** werden darüber hinaus zwei zusätzliche agostische Wechselwirkungen des Metallatoms zu Kohlenstoffatomen der *ortho*-ständigen *iso*-Propyl-Gruppen beobachtet (Cs···C222 3,784(9) Å, Cs···C462 3,811(8) Å). Die Abwesenheit kürzerer intermolekularer M···C-Kontakte (**7a**: K···C >5,3 Å, **8a**: Rb···C >5,3 Å, **9a**: Cs···C >4,2 Å) beweist die monomere Natur der Verbindungen.

Auch der Natriumkomplex **6a** kristallisiert als Monomer (Abb. II.7a), in dem das Metallatom primär an zwei Stickstoffatome des η^2 -chelatisierenden Triazenidoliganden koordiniert ist. Eine zusätzliche Metall··· η^6 - π -Aren-Koordination mit M···C-Abständen im relativ engen Bereich von 3,116(3) bis 3,233(3) Å wird zu den Kohlenstoffatomen C41→C46 eines Trip-Substituenten beobachtet. Zum zweiten Trip-Substituenten wird lediglich ein schwacher η^2 -Kontakt mit deutlich längeren M···C-Abständen von 3,364(3) Å (C22) und 3,366(3) Å (C21) ausgebildet. Durch die unsymmetrische M···Aren-Koordination weichen auch die M–N-Bindungslängen mit Werten von 2,401(2) Å (Na–N1) und 2,362(2) Å (Na–N3) etwas stärker voneinander ab als bei den schwereren Homologen. Der gemittelte Na–N-Abstand von 2,382 Å ist geringfügig kürzer als die entsprechenden Mittel in den solvatisierten Natriumamidinaten [Na(NCN)Dip₂(thf)₃] (2,432 Å), [Na(NCN)Dip₂(dme)₂] (2,411 Å) und [Na(NCN)Xyl₂(dme)₂] (2,426 Å) mit 5- bzw. 6-koordinierten Metallatomen.^{49b} Die Werte spiegeln die unterschiedlichen Koordinationszahlen sowie den stärkeren Donorcharakter der Amidinatoliganden wider.

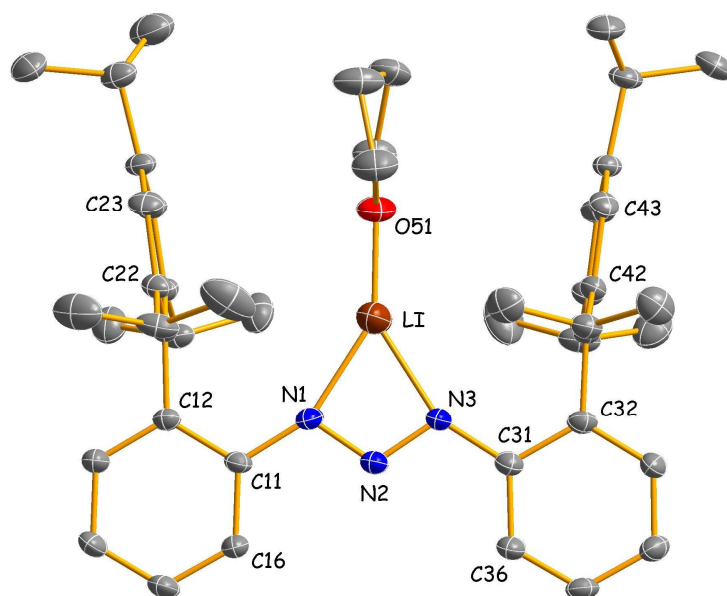


Abb. II.9. Molekülstruktur des Lithiumtriazenids **10a**.^{35,37} In Tab. II.5 nicht aufgeführte Bindungsparameter (Å, °): Li–O51 = 1,836(8); O51–Li–N1 = 148,4(5); O51–Li–N3 = 146,4(5); O51–Li–N2 = 178,3(5).

Durch Koordination der Lewis-Base Tetrahydrofuran werden die dimeren Einheiten des solvatfreien Lithiumtriazenids **5a** zu Monomeren **10a** abgebaut, von denen eines in Abb.II.9 gezeigt ist. Trotz des zusätzlichen Liganden liegt wie bei den solvensfreien, schwereren Homologen eine *syn/syn*-Konformation des Triazenidoliganden vor; die zugehörigen Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 und N2–N3–C31–C36 nehmen Werte von 1,3(5)° und –1,4(5)° an. Das Lithiumkation besitzt eine verzerrt trigonal planare Koordination durch zwei Stickstoffatome der Triazenidoliganden (Li–N1 2,012(8) Å, Li–N3 2,026(9) Å) und das Sauerstoffatom des THF-Moleküls (Li–O51 1,836(8) Å). Im dimeren Lithiumtriazenid [(Et₂O)LiN₃Tol₂],¹³ mit vierfach koordiniertem Metallatom werden erwartungsgemäß längere Abstände beobachtet (Li–N 2,13 Å, Li–O 1,92 Å). Im Vergleich mit den Strukturen der schwereren Homologen **6a** bis **9a** führt die Anwesenheit des zusätzlichen σ -Donors in **10a** dazu, daß die beiden Triisopropylphenylringe des Tph-Substituenten auseinander gedrückt werden. Dies bedingt zusammen mit dem geringen Ionenradius des Lithiumkations, daß bis auf zwei längere Kontakte zu den *ipso*-Kohlenstoffatomen (Li···C21 3,517(9) Å, Li···C41 3,571(9) Å) keine nennenswerten Li···C-Wechselwirkungen ausgebildet werden.

Abschließend sollen noch einige Trends in den Festkörperstrukturen der monomeren Alkalimetalltriazenide **6a** bis **10a** diskutiert werden:

a) Die Auslenkung der Metallatome aus der NNN-Ebene nimmt mit steigendem Ionenradius in der Reihenfolge 0,059 Å [Li(thf)] < 0,154 Å [Na] < 0,234 Å [K] < 0,273 Å [Rb] zu. Lediglich die Cäsiumverbindung (0,197 Å) fällt etwas aus der Reihe.

b) Die unterschiedlichen Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen wirken sich auf die Winkel $Nn-Cn1-Cn2$ und $Cn1-Cn2-C(n+1)1$ ($n = 1, 3$) sowie auf den Abstand $X6\cdots X6'$ der Centroiden beider Triisopropylphenylringe aus. Die beiden zuerst genannten Winkel verringern sich von $117,8^\circ/122,1^\circ$ [Li(thf)] über $116,3^\circ/120,1^\circ$ [Cs], $114,8^\circ/119,5^\circ$ [Rb] und $114,7^\circ/119,0^\circ$ [K] auf $114,6^\circ/117,7^\circ$ [Na]; allerdings sind bei der Natriumverbindung nur die entsprechenden Winkel zum koordinierenden Arenring berücksichtigt worden. Der Centroidabstand nimmt in der Reihenfolge Na [5,921 Å], K [6,027 Å], Rb [6,223 Å], Cs [6,786 Å] und Li(thf) [7,415 Å] zu.

c) Auch die NNN-Winkel folgen dem beim Centroidabstand beobachteten Trend. Sie vergrößern sich in der Reihenfolge Na [108,99(18)°], K [109,70(12)°], Rb [110,2(2)°], Cs [111,4(4)°] und Li(thf) [111,8(3)°].

Zum Ende dieses Kapitels stellt sich die Frage, welche Faktoren wohl zum unterschiedlichen Aggregationsgrad von **(5a)**₂ gegenüber **6a–9a** beitragen. Zum einen sind hier die unterschiedlichen Wechselwirkungen der Alkalimetallkationen mit den flankierenden Arenringen der Arylsubstituenten zu nennen. Obwohl die Stärke der M $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkung normalerweise mit zunehmendem Radius des Metalls abnimmt,⁵¹ erlaubt die Geometrie der Triazenidanionen nur bei den größeren Metallen kurze η^6 - π -Aren-Kontakte. Außerdem begünstigen die größere Li–N-Bindungsenergie und die flexible Konformation der Triazenidoliganden die Bildung des als konventionell einzuordnenden heteroatom-verbrückten Dimers **(5a)**₂. Zum Anderen wird die Oligomerisation der schwereren Homologen **6a** bis **9a** durch kleinere M–N-Bindungsenergien verhindert.⁵⁵ Die größere Tendenz der schweren Alkalimetallkationen zur Wechselwirkung mit den benachbarten aromatischen Ringen kann auch mit Hilfe des HSAB-Prinzips verstanden werden: die weichen Lewis-Säuren K⁺ und Cs⁺ bevorzugen die weiche Lewis-Base Aren gegenüber der härteren Base R₂N₃[−].

Die flexible Konformation der Tph₂N₃-Liganden in den Festkörperstrukturen der Alkalimetalltriazenide **5a–10a** und bei anderen in dieser Arbeit untersuchten Verbindungen wird durch die höchst unterschiedlichen NNCC-Torsionswinkel verdeutlicht. Die Beträge dieser Winkel überstreichen einen Bereich von ungefähr 0° (z. B. in **10a**) bis 180° (z. B. N5–N4–C41–C46 in **5a**). Um einen Eindruck von der energetischen Abfolge der unterschiedlichen Konformere zu erhalten, wurden DFT-Rechnungen an geeigneten Modellsystemen durchgeführt.^{52,53} Ausgehend von den für **10a** und **5a** röntgenstrukturanalytisch bestimmten Geometrien lassen sich für das Anion [Tph₂N₃][−] zwei Minima auf der Potentialenergiehyperfläche lokalisieren (Abb. II.10). Mit NNCC-Torsionswinkeln von 13,6°/15,4° und 16,2°/158,0° können diese als *syn/syn*- bzw. *syn/anti*-Konformer klassifiziert werden, wobei das erstere um 19,3 kJ/mol stabilisiert ist. Dieser Energieunterschied erklärt die Beobachtung, daß auch Tph₂N₃-Derivate ohne nennenswerte Metall-Aren-Wechselwirkungen wie das solvatisierte Lithiumtriazenid **10a** oder der protonierte Ligand **1a**

die *syn/syn*-Konformation bevorzugen. Der Grund für die energetische Präferenz des *syn/syn*-Konformers ist vermutlich das Vorliegen von zwei schwachen C–H···N-Wasserstoffbrückenbindungen zum zentralen Stickstoffatom des Liganden.

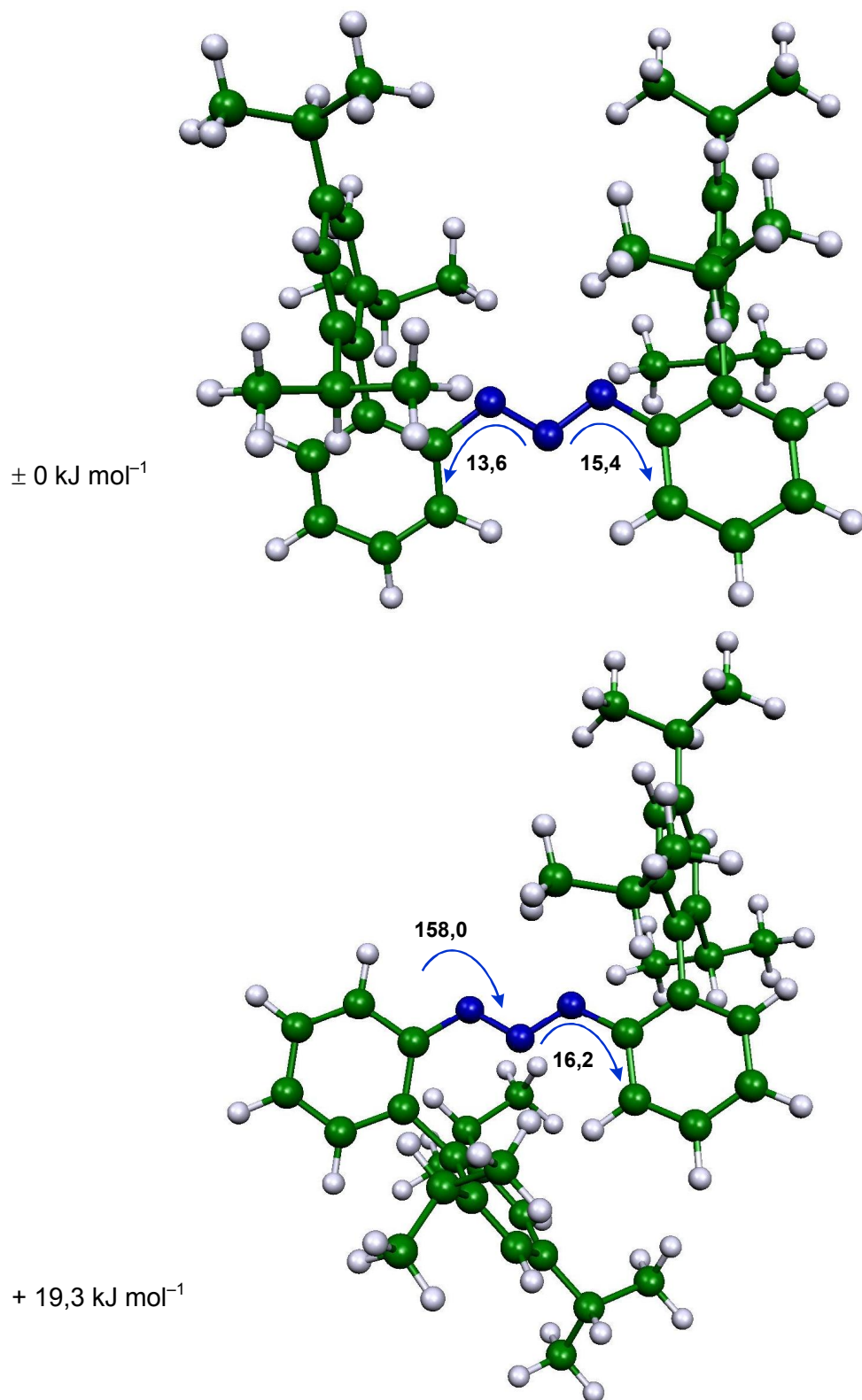


Abb. II.10. DFT-optimierte Strukturen^{52,53} der *syn/syn*- (oben) und *syn/anti*- (unten) Konformere des Anions $[\text{Tph}_2\text{N}_3]^-$. Angegeben sind neben den Nullpunktsenergie-korrigierten relativen Energien die charakteristischen Torsionswinkel N–N–C–C.

II.2.3 NMR-spektroskopische Untersuchungen an den Metalltriazeniden MN_3Tph_2

In Tab. II.6 und II.7 sind 1H - und ^{13}C -NMR-Daten der im Rahmen dieser Arbeit dargestellten N_3Tph_2 -Derivate zusammengestellt. Die eindeutige Zuordnung der ^{13}C -NMR-Signale gelingt in den meisten Fällen durch die Auswertung von $^1H/^{13}C$ -COSY-Spektren.

Interessanterweise zeigen 1H -NMR-Untersuchungen an den in C_6D_6 als Lösungsmittel untersuchten Verbindungen MN_3Tph_2 eine Korrelation zwischen der chemischen Verschiebung eines *ortho*-Wasserstoffatoms des Tph-Substituenten (6-CH) und dem in den Festkörperstrukturen beobachteten mittleren Torsionswinkel N–N–C1–C6 (Abb. II.11). Eine Tieffeldverschiebung im Bereich 8,07 bis 8,47 ppm geht mit einer auf das zentrale N_3 -Fragment und die beiden C_6H_4 -Ringe bezogenen coplanaren *syn/syn*-Konformation, wie sie in den monomeren Komplexen mit $M = K, Rb, Cs, Tl, Li(thf), ZnMe, ZnEt$ beobachtet wird, einher. An das Kation ist hier entweder kein oder nur ein kleiner zusätzlicher Ligand gebunden, der in die Koordinationstasche zwischen den beiden flankierenden Arenringen passt. Ein weiterer Ligand ($M = AlMe_2, Cu(PPh_3)_2$) oder die Bildung von Dimeren ($M = Li, Cu$) führt zu sterischer Überfrachtung, größeren NNCC-Diederwinkeln und der Bevorzugung der *syn/anti*-Konformation; sie wird von einer beträchtlichen Hochfeldverschiebung des *ortho*-H-Atoms, bis zu 5,99 ppm (in $\{2a\}_2$), begleitet. Die Hochfeldverschiebung des *syn/anti*-Konformers läßt sich mit Ringstromeffekten erklären, während die Entschirmung in der *syn/syn*-Form auf die Bildung schwacher C–H \cdots N-Wasserstoffbrückenbindungen zurückgeführt werden kann. Die beobachtete Korrelation legt nahe, daß die gemittelte Konformation der untersuchten Verbindungen in Lösung derjenigen in der Festkörperstruktur ähnelt.

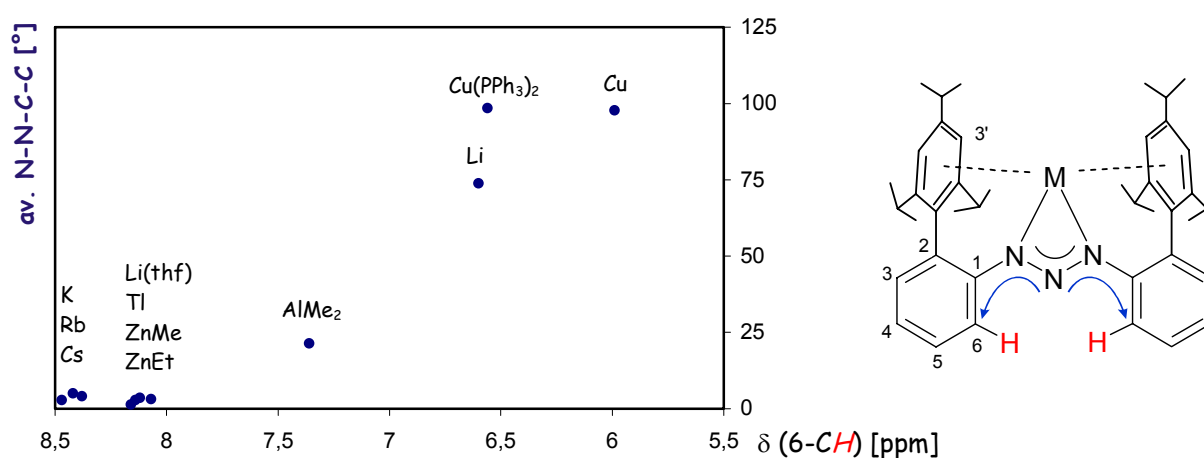
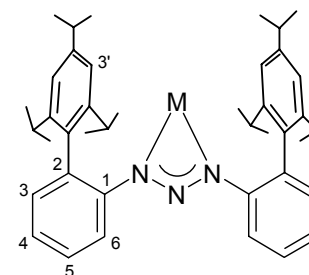


Abb. II.11. Korrelation zwischen den an C_6D_6 -Lösungen beobachteten chemischen Verschiebungen $\delta(6-CH)$ und den gemittelten N–N–C–C-Torsionswinkeln aus den Festkörperstrukturen bei einer Reihe von Metalltriazeniden der Zusammensetzung $[MN_3Tph_2]$.

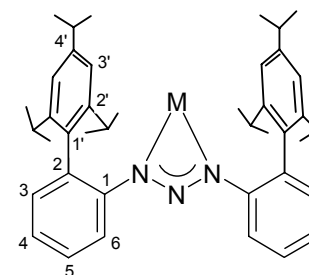
Tabelle II.6. $^1\text{H-NMR}$ -Parameter (chemische Verschiebungen [ppm], beobachtete Multiplizitäten) und ausgewählte Strukturparameter (mittlerer Torsionswinkel N-N-C1-C6 [°]) der in dieser Arbeit dargestellten N_3Tph_2 -Derivate ^{a,b}



M	<i>o</i> -CH ₃ (d, 12H)	<i>o</i> -CH ₃ (d, 12H)	<i>p</i> -CH ₃ (d, 12H)	<i>p</i> -CH (sep, 2H)	<i>o</i> -CH (sep, 4H)	3'-H (s, 4H)	4-H (t/td, 2H)	3-H (d/dd, 2H)	5-H (t/td, 2H)	6-H (d/dd, 2H)	NNC1C6	weitere Signale
H ^c	0,99	1,08	1,34	2,97	2,56	7,08	7,22	7,12	7,40	7,65	2,3/23,8 ^d	9,00 (s, 1H, NH)
Li(thf)	1,02	1,15	1,19	2,72	3,05	7,04	6,99	7,01	7,34	8,16	1,4	1,25 (m, 4H, THF); 2,80 (m, 4H, THF)
Li	1,08	1,09	1,24	2,84	2,78	7,17	6,88	6,92	7,14	6,60	73,9	
Na	0,82/0,97	1,05	1,22	2,91	2,77	^e	^e	^e	^e	8,27	2,1	
K	0,82	1,07	1,05	2,62	3,03	6,89	7,02	7,16	7,39	8,38	4,1	
Rb	0,84	1,07	1,04	2,60	3,06	6,88	7,01	7,13	7,39	8,42	5,0	
Cs	0,88	1,08	1,01	2,59	3,10	6,88	7,01	7,12	7,40	8,47	2,6	
Tl	1,02	1,06	1,14	2,67	2,90	7,10	6,99	7,09	7,36	8,13	3,6	
Cu	0,96	1,05	1,41	2,98	2,78	7,27	6,93	6,99	7,13	5,99	97,8	
Cu(PPh ₃) ₂	0,93	1,14	1,25	2,86	2,93	7,14	6,89	^f	7,12	6,55	98,5	6,93–7,03 (m, 32H, PPh ₃ + 3-C ₆ H ₄)
Cu(CN <i>t</i> Bu)	1,17	1,19	1,27	2,82	3,03	7,13	6,99	7,10	7,30	7,96	^g	0,83 (s, 9H, <i>t</i> Bu)
AlMe ₂	1,04	1,16	1,28	2,84	2,69	7,15	6,97	7,10	7,14	7,36	21,4	-1,01 (s, 6H, AlMe ₂)
ZnMe	1,03	1,06	1,25	2,79	2,79	7,09	6,96	7,00	7,23	8,14	2,8	-1,46 (s, 3H, ZnCH ₃)
ZnEt	1,04	1,07	1,26	2,82	2,81	7,14	6,97	6,98	7,23	8,07	3,1	-0,59 (q, 2H, CH ₂ CH ₃); 0,80 (t, 3H, CH ₂ CH ₃)

^a Falls nicht anders angegeben wurde als Lösungsmittel C₆D₆ benutzt. ^b Je nach Auflösung erscheinen die Multipletts der 3-H bis 6-H-Wasserstoffatome als Dupletts (d) oder Dupletts von Dupletts (dd) bzw. Tripletts (t) oder Tripletts von Dupletts (td). ^c Lösungsmittel CD₂Cl₂. ^d Zwei Polymorphe. ^e Breite, nicht aufgelöste Signale im Bereich von 7,57 bis 6,95. ^f Signale verdeckt. ^g Keine Einkristallstrukturdaten verfügbar.

Tabelle II.7. Ausgewählte ^{13}C -NMR-Verschiebungen [ppm] der in dieser Arbeit dargestellten N_3Tph_2 -Derivate ^{a,b}



M	<i>o</i> -CH ₃	<i>o</i> -CH ₃	<i>p</i> -CH ₃	<i>o</i> -CH	<i>p</i> -CH	6- <i>C</i>	(m-Trip)					(i-Trip)			1- <i>C</i>	
							3'- <i>C</i>	4- <i>C</i>	5- <i>C</i>	3- <i>C</i>	2- <i>C</i>	4'- <i>C</i>	2'- <i>C</i>	1- <i>C</i>		
H ^c	23,7	24,3	24,6	30,9	34,7	^d	121,3	^d	128,3	131,8	^d	^d	149,0	147,2	^d	
Li(thf)	24,3	24,3	24,6	30,7	34,4	117,8	120,5	121,7	128,3	131,6	130,9	138,0	146,7	147,4	151,6	25,1; 67,9 (THF)
Li	23,9	24,2	25,3	30,8	34,5	120,8	121,8	122,4	127,9	132,4	130,0	137,2	148,2	146,5	150,4	
Na	23,8	24,5	24,5	30,7	34,6	114,2	^e	^e	^e	^e	^e	139,2	148,2	146,5	149,7	
				31,0		115,0						139,5	148,6	147,9	151,2	
K	23,9	24,2	24,5	30,6	34,1	114,8	119,5	120,5	128,9	129,3	130,7	140,9	147,4	148,9	153,2	
Rb	23,9	24,1	24,6	30,6	34,3	115,0	119,8	120,4	128,8	129,5	130,6	141,3	147,5	148,8	153,9	
Cs	23,9	24,1	24,6	30,7	34,4	115,2	120,4	120,4	128,8	129,6	130,5	141,8	147,4	148,6	154,6	
Tl ^f	24,2	24,4	24,2	30,7	34,5	115,7	121,7	122,3	128,6	130,3	130,8	137,9	148,1	148,0	152,3	
Cu	23,5	24,7	24,5	30,8	35,0	125,8	121,9	124,9	128,2	132,2	132,8	135,3	148,1	146,8	148,8	
Cu(PPh ₃) ₂	24,1	25,0	24,5	31,1	34,6	121,0	120,9	123,0	127,2	132,8	130,7	139,1	146,5	146,5	150,8	^g
Cu(CN <i>t</i> Bu)	24,5	24,9	24,5	30,9	34,6	119,0	120,9	122,0	128,4	131,3	130,7	^h	147,3	147,3	151,0	^g
AlMe ₂	23,3	25,6	24,3	31,0	34,9	119,9	121,6	125,4	128,5	132,6	132,0	134,4	143,8	147,0	149,1	-11,1 (AlMe ₂)
ZnMe	24,2	24,5	24,2	30,8	34,8	117,2	121,9	124,1	128,6	131,7	131,2	134,3	146,2	147,1	149,1	-14,1 (ZnMe)
ZnEt	24,2	24,4	24,1	30,8	34,7	117,7	122,0	124,0	128,6	131,7	131,0	134,6	146,6	147,0	148,9	12,6; 0,1 (ZnEt)

^a Falls nicht anders angegeben wurde als Lösungsmittel C₆D₆ benutzt. ^b Der besseren Unterscheidbarkeit halber sind im obigen Formelschema als 1', 2', 3' und 4' bezeichneten Kohlenstoffatome in der Tabelle zu *i*-Trip, *o*-Trip, *m*-Trip und *p*-Trip unbenannt. ^c Lösungsmittel CD₂Cl₂. ^d wegen starker Signalverbreitung nicht eindeutig detektierbar.

^e Zuordnung wegen starker Signalverbreitung und -überlappung nicht möglich. ^f Meßtemperatur 65 °C. ^g Siehe Experimenteller Teil. ^h Signal nicht detektierbar

II.3 Isostrukturelle Kalium- und Thalliumtriazenide

II.3.1 Überblick

Thallium, das schwerste Element der Gruppe 13, zeigt Ähnlichkeiten zu anderen Elementen im Periodensystem, insbesondere zu den Alkalimetallen sowie zu Silber, Quecksilber und Blei.⁵⁴ Aus diesem Grund bezeichnete es *Dumas* bereits 1862 als das „Schnabeltier unter den Elementen“.^{55,56} Beispielsweise können Verbindungen des einwertigen Thalliums hinsichtlich ähnlicher Eigenschaften wie Löslichkeit oder Basizität denen des Kaliums (z. B. Hydroxide, Carbonate, Sulfate) oder des Silbers (z. B. Oxide, Sulfide, Halogenide) gegenübergestellt werden.⁵⁷ Die ähnlichen Ionenradien von Tl^+ und K^+ (1.64 Å vs. 1.55 Å bei 6-facher Koordination)^{58,59} und die höhere Affinität von Tl^+ zu Enzymzentren sind für die leichte Aufnahme bzw. die hohe Toxizität löslicher Thalliumverbindungen verantwortlich. Aus diesem Grund besteht viel Interesse an der Verwendung von Tl^+ als Sonde in biochemischen Systemen, da Thallium viel einfacher durch Beugungsmethoden⁶⁰ oder NMR-spektroskopisch detektierbar ist.⁶¹

Obwohl verschiedene einfache Thallium- oder Kaliumsalze isotyp kristallisieren,⁶² ist dies bei molekularen Organometall- oder Koordinationsverbindungen nicht der Fall. Wie etwa in einer kürzlich erschienenen Veröffentlichung von *Wiesbrock* und *Schmidbaur*⁶³ festgestellt wird, zeigen Thallium(I)-Kationen oft ungewöhnlich niedrige Koordinationszahlen, wobei die Koordinationssphäre weitgehend leer bleibt.⁶⁴ Im Gegensatz dazu ist bei Kalium-Kationen die Koordinationssphäre unter Optimierung von Coulomb- und Interligand-Wechselwirkungen möglichst lückenlos und symmetrisch ausgefüllt. Dieses unterschiedliche Verhalten wird gewöhnlich mit der relativistisch kontrahierten Valenzschale und der stereochemischen Aktivität des freien $6s^2$ -Elektronenpaares beim Thallium erklärt.⁶⁵

Eine Recherche in der Cambridge Structural Database (Vers. Jan. 2009) liefert eine nur sehr kleine Anzahl strukturell charakterisierter K(I)- oder Tl(I)-Spezies mit derselben chemischen Zusammensetzung (Tab.II.8). Diese geringe Anzahl an Verbindungen ist wohl durch die höhere Tendenz des K^+ -Kations zur Koordination zusätzlicher Lösungsmittelmoleküle begründet. So sind beispielsweise die Thalliumcyclopentadienyle $[TlC_5HMe_4]$,^{66a} $[TlCp^*]$ ^{66b} und $[TlC_5(CH_2Ph)_5]$,^{66c,d} das Thalliumpyrazolat $[Tl(Ph_2pz)]$ ($Ph_2pz = 3,5$ -diphenylpyrazolat)^{66e} und das Thalliumcarboxylat $[TlO_2C(2-NH_2)C_6H_4]$.^{66f} frei von σ -koordinierten Donor-Lösungsmitteln während die korrespondierenden Kaliumderivate üblicherweise mit koordinierten Solvens-Molekülen kristallisieren. Beispiele sind etwa die Verbindungen $[KC_5HMe_4(dme)]$,^{67a} $[KCp^*(thf)_n]$ ($n = 1, 2$),^{67b} $[KC_5(CH_2Ph)_5(thf)_3]$,^{67c} $[K(Ph_2pz)(thf)]$ ^{67d} oder $[KO_2C(2-NH_2)C_6H_4(H_2O)]$ ^{67e}.

Tabelle II.8. Ausgewählte Strukturdaten analoger Kalium- und Thalliumverbindungen^a

Verbindung	Raumgruppe	Beschreibung	Intramolekulare Abstände und Winkel	Intermolekulare Abstände und Winkel	Literatur
KCp	$P\bar{4}21c$	polymere Struktur verknüpfter Ketten	K–C 2,96–3,14 {3,05} cent–K–cent 138,0	K···C 3,33/3,39 K···K > 4,45	68
TlCp	$C2/c$	polymere Kettenstruktur	Tl–C 2,90–3,09 {2,99} cent–Tl–cent 130,1	Tl···C > 3,89 Tl···Tl > 3,94	69
KN(SiMe ₃) ₂	$P2_1/a$	assoziierte Dimere	K–N 2,77/2,80 K···C 3,34/3,47 K···K 3,79	K···C 3,30/3,49 K···K > 5,51	70
TlN(SiMe ₃) ₂	$P2_1/n$	Dimere	Tl–N 2,58 Tl···C > 3,50 Tl···Tl 3,65	Tl···C > 4,03 Tl···Tl > 3,94	71
KOMe	$P4/nmm$	Doppelschichtstruktur	K–O 2,66/2,80 K···K 3,68		72
TlOMe	$Pca2_1$	Tetramere	Tl···Tl 3,84		73
K(18-cr-6)ClO ₄	$P2_1/c^c$	K in der O ₆ -Ebene	K–O 2,78–2,88 {2,82} K–OCIO ₃ 2,75	K–OCIO ₃ 2,85	74
Tl(18-cr-6)ClO ₄	$P2_1/c^c$	Tl außerhalb der O ₆ -Ebene	Tl–O 2,81–3,04 {2,93} Tl–OCIO ₃ 2,94/3,04	Tl–OCIO ₃ 3,05	65

^a Mittelwerte stehen in geschweiften Klammern. ^b cent = Centroid der koordinierten Cp-Ringe. ^c Es werden unterschiedliche Zellparameter beobachtet.

Die niedrige Tendenz von Tl^+ zur Koordination von σ -Donor-Lösungsmitteln ist sehr gut am Kristallisationsverhalten des Pyrazolats $[Tl(Ph_2pz)]^{66c}$ zu erkennen. Aus Benzol kristallisieren trinukleare Aggregate $[Tl(Ph_2pz)]_3$, die durch intermolekulare $Tl-\pi(\eta^6\text{-Aren})$ -Wechselwirkungen verknüpft sind, während die Kristallisation aus 1,2-Dimethoxyethan tetranukleare Einheiten $[Tl(Ph_2pz)]_4$ mit einem zusätzlichen, in die Hohlräume der Struktur eingebauten DME-Molekül liefert.

In Abwesenheit koordinierender Lösungsmittel aggregieren die überwiegend ionisch vorliegenden Kaliumverbindungen unter Maximierung der Coulomb-Anziehung über verbrückende Donoratome, intermolekulare Metall \cdots Aren-Wechselwirkungen oder agostische Metall \cdots C-H-Kontakte.⁷⁵ Ähnliche Faktoren tragen zur Aggregation von Thalliumverbindungen⁶⁴ bei, die allerdings als weniger ionisch angesehen werden. Darüber hinaus wird das Aggregationsverhalten durch schwach anziehende, sog. „thallophile“ Wechselwirkungen zwischen $Tl(I)$ -Zentren beeinflusst.⁷⁶

Strukturelle Unterschiede zwischen den bekannten analogen Kalium- und Thalliumverbindungen (Tabelle II.8) lassen sich wie folgt zusammenfassen: Die Festkörperstruktur der Verbindungen $[MCp]$ ($M = K,^{68} Tl^{69}$) kann als „Multidecker“-Struktur mit zwei η^5 -koordinierten Cp-Ringen an jedem Metallatom beschrieben werden. Die Metallatome bilden dabei eine Zickzack-Kette (Centroid \cdots M \cdots Centroid 138° für K^+ bzw. 130° für Tl^+) und wechselwirken mit zwei benachbarten Multidecker-Ketten entweder über $K\cdots\eta^2\text{-C}_5\text{H}_5$ - oder $Tl\cdots Tl$ -Kontakte (Abb. II.12a/b). Dimere Einheiten werden bei den Silylamiden $[MN(\text{SiMe}_3)_2]$ beobachtet. In der Kaliumverbindung⁷⁰ sind die Dimere über weitere intermolekulare agostische $K\cdots\text{CH}_3$ -Kontakte unter Ausbildung einer Schicht-Struktur verknüpft (Abb. II.12c). Dagegen zeigt der entsprechende Thalliumkomplex eine Säulenstruktur (Abb. II.12d), in der dimere Untereinheiten über schwache $Tl\cdots Tl$ -Kontakte aggregiert sind.⁷¹

Das salzartige $KOCH_3$ kristallisiert in einer Doppelschichtstruktur; hier sind die $KOCH_3$ -Baueinheiten senkrecht zur Schicht orientiert und die Methylreste zeigen abwechselnd nach oben und unten.⁷² Im Gegensatz dazu bildet die analoge Thalliumverbindung im Festkörper eine tetramere Heterokubanstruktur aus.⁷³ Bei der letzten zu diskutierenden Verbindungsklasse handelt es sich um Komplexe mit Kronenethern der Zusammensetzung $[M(18\text{-cr-6})][ClO_4]$; sie kristallisieren ebenfalls nicht isotyp. Im Kaliumkomplex⁷⁴ ist das Kation näherungsweise in der von den Sauerstoffatomen des Kronenethers gebildeten Ebene lokalisiert, während im Thalliumkomplex⁶⁵ das Kation um $0,75 \text{ \AA}$ aus dieser Ebene herausgerückt ist. Nach quantenchemischen Berechnungen von *Mudring* und *Rieger* ist dieser strukturelle Unterschied auf eine antibindende Wechselwirkung des $6s$ -Elektronenpaars vom Thallium mit entsprechenden sauerstoffzentrierten Orbitalen des Kronenethers zurückzuführen.⁶⁵

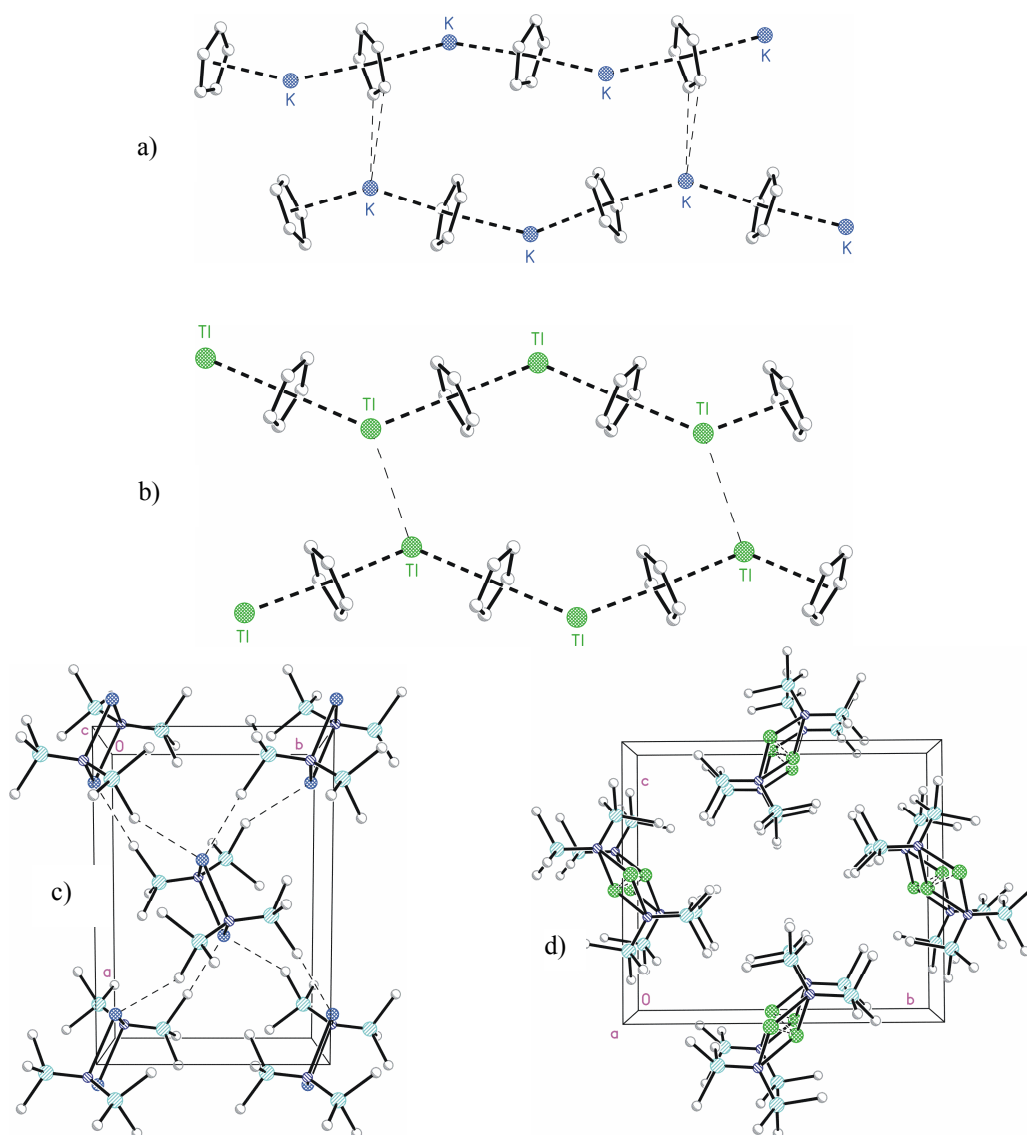


Abb. II.12. Festkörperstrukturen von KCp [a)], TICp [b)], KN(SiMe₃)₂ [c)] und TIN(SiMe₃)₂ [d)].

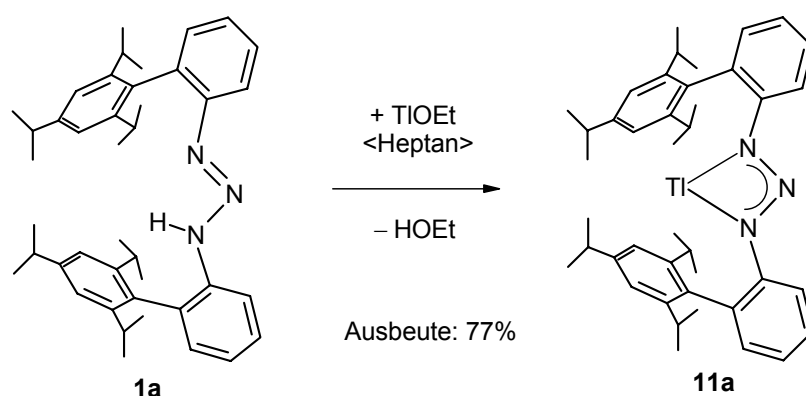
Im Folgenden wird die Synthese und Charakterisierung von Kalium- und Thalliumsalzen biphenyl-substituierter Triazene beschrieben. Bei diesen Komplexen handelt es sich um das erste Beispiel isostrukturell kristallisierender molekularer Verbindungen.

Nach den Ausführungen des vorigen Kapitels, waren strukturell charakterisierte Alkali-metalltriazenide bis zum Beginn unserer Arbeiten kaum bekannt; lediglich zwei solvatisierte Spezies mit Toly substituenten, ein dimerer Lithium- und ein polymerer Kaliumkomplex,¹³ fanden sich in der Literatur. Allerdings wurde vor Kurzem über die Synthese und strukturelle Charakterisierung eines weiteren solvensfreien, polymeren Kaliumtriazenids berichtet.¹⁵ Über strukturell gesicherte Thallium(I)triazenide gab es bisher nur zwei Veröffentlichungen in der die dimere Komplexe beschrieben wurden.^{12i,k}

II.3.2 Synthese, Charakterisierung und DFT-Rechnungen

Synthese und spektroskopische Untersuchungen

Der Kalium- (**7a**) und Thallium-Komplex (**11a**) ist durch Metallierung der Diaryltriazenen Tph₂N₃H (**1a**) (Tph = 2-TripC₆H₄ mit Trip = 2,4,6-^{*i*}Pr₃C₆H₂) mit metallischem Kalium oder Thalliummethanolat in *n*-Heptan als Lösungsmittel bei 20 °C (Schema II.9) zugänglich. Nach Kristallisation wurden die Verbindungen [M(N₃Tph₂)] (M = K {**7a**}, Tl {**11a**}) in guten Ausbeuten von etwa 80% isoliert. Die dabei erhaltenen tiefgelben (**7a**) bzw. orangefarbenen (**11a**) Feststoffe sind feuchtigkeitsempfindlich und weisen eine mäßige bis gute Löslichkeit in aliphatischen oder aromatischen Kohlenwasserstoffen auf. Sie zeigen eine beachtliche thermische Stabilität und zersetzen sich erst bei höheren Temperaturen (326–332°C {**7a**}, 289–293°C {**11a**}) unter N₂-Entwicklung. In den IR-Spektren treten starke ν_{as} (N₃)-Absorptionsbanden im Bereich von 1228 bis 1279 cm⁻¹ auf und weisen damit auf einen chelatisierenden Bindungsmodus der Triazenido-Liganden hin. Die Diskussion der NMR-Spektren erfolgte bereits in Abschnitt II.2.3.



Schema II.9. Synthese des Komplexes **11a**

Festkörperstrukturen

Für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle der Komplexe **7a** und **11a** wurden im NMR-Röhrchen durch Kristallisation aus C₆D₆ erhalten. Beide Verbindungen kristallisieren solvensfrei mit isomorphen Zellen in der Raumgruppe $P\bar{1}$. Angaben zur Datensammlung und Strukturverfeinerung finden sich in Tab. II.9. Abb. II.13 zeigt die Molekülstrukturen, wichtige Bindungsparameter sind in Tab. II.10 zusammengestellt.

Tabelle II.9. Ausgewählte kristallographische Daten für Verbindungen **7a** und **11a**

Verbindung	7a	11°
Formel	C ₄₂ H ₅₄ KN ₃	C ₄₂ H ₅₄ TiN ₃
Molare Masse	639,98	805,25
Farbe, Habitus	tiefgelb, Block	orangefarben, Prisma
Kristallgröße (mm)	0,75 × 0,75 × 0,35	0,50 × 0,45 × 0,20
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$
<i>a</i> (Å)	9,4209(14)	9,4318(14)
<i>b</i> (Å)	14,406(3)	14,4350(16)
<i>c</i> (Å)	14,624(3)	14,8042(15)
α (°)	101,089(16)	101,603(8)
β (°)	104,113(13)	104,350(10)
γ (°)	91,023(14)	90,816(11)
<i>V</i> (Å ³)	1884,5(6)	1908,4(4)
<i>Z</i>	2	2
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,128	1,401
μ (mm ⁻¹)	0,173	4,263
2 θ -Meßbereich (°)	3–55	4–56
Gesammelte Reflexe	9154	9757
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	8625/0,019	9211/0,024
Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$ (<i>N</i> _o)	7499	8042
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	441/3	440/0
<i>R</i> 1 ($I > 2\sigma(I)$) ^b	0,052	0,033
<i>wR</i> 2 (alle Daten) ^c	0,146	0,078
GOF ^d	1,028	1,243
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,52/–0,60	1,00/–1,03

^a Meßtemperatur jeweils –100°C mit MoK α -Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil S. 100.

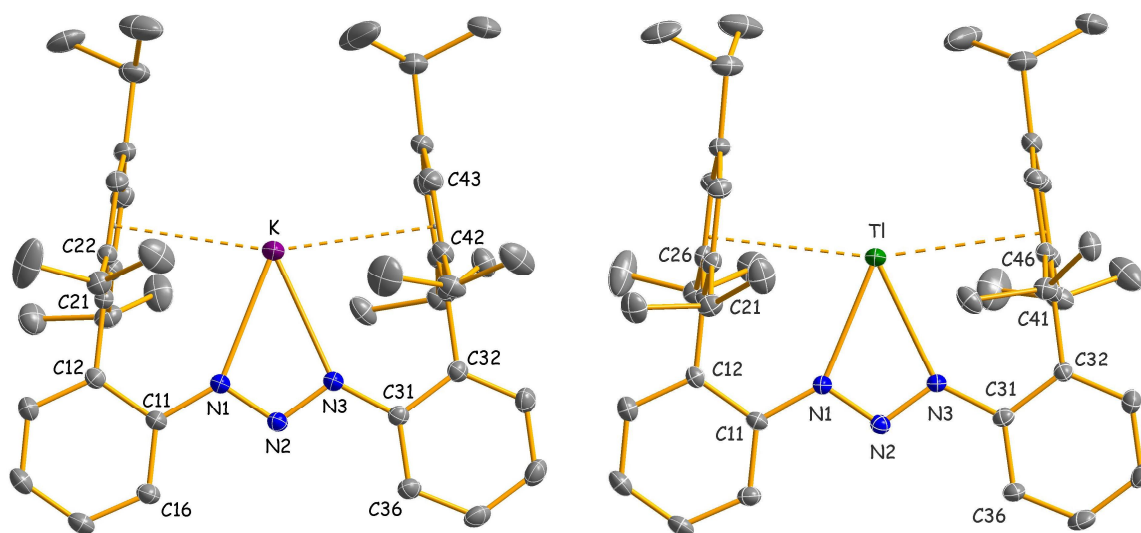


Abb. II.13. Molekülstrukturen der Komplexe **7a** und **11a**.^{35,37}

Die Größe der η^2 -gebundenen Triazenido-Liganden führt zur Bildung von Monomeren, in denen die Metallkationen bei Vernachlässigung zusätzlicher Metall-Aren-Kontakte die auffällig niedrige Koordinationszahl 2 aufweisen. Im Anbetracht einer Länge von 1,301(4) bis 1,3086(17) Å sind die N–N Abstände im Triazenido-Gerüst mit der Bildung delocalisierter Bindungen vereinbar. Die Koordination dieser Liganden ist dabei mit einer nur geringen Variation der K–N- (gemittelt 2,716(1) Å) oder Tl–N-Bindungslänge (gemittelt 2,593(3) Å) von weniger als 0,03 Å nahezu symmetrisch. Die K–N-Abstände sind deutlich kürzer als entsprechende Abstände in den polymeren Komplexen $[\{KN_3Tol_2(dme)\}_2]_\infty$ (Tol = 4-MeC₆H₄; gemittelt 2,886 Å)¹³ und $[\{KN_3(4-NO_2C_6H_4)_2\}_2]_\infty$ (gemittelt 2,944 Å)¹⁵ mit 7- bzw. 8-fach-koordinierten Metallatom. Auch in der Thalliumverbindung **11a** wird erwartungsgemäß ein beträchtlich kürzerer Tl–N-Abstand als in den dimeren Komplexen $[\{TlN_3Ph_2\}_2]$ (2,615 bis 3,031 Å, Mittelwert 2,78 Å)¹²ⁱ und $[\{TlN_3(4-NO_2C_6H_4)_2\}_2]$ (2,934 bis 3,031 Å, Mittelwert 2,92 Å)^{12k} beobachtet. Diese besitzen unter Vernachlässigung zusätzlicher Tl \cdots O-, Tl \cdots Tl- und Tl \cdots Aren-Kontakte höhere Koordinationszahlen von 3 bis 4. Deutlich kürzere Tl–N-Bindungslängen wurden bei monomeren, niedrig koordinierten Thallium(I)-Amiden [CN(Tl) = 1 (+ zusätzliche Tl \cdots Aren-Kontakte), 2,348 bis 2,379 Å],⁷⁷ β -Diketiminaten [CN(Tl) = 2, 2,403 bis 2,471 Å],^{78,79} und Amidinaten [CN(Tl) = 2 (+ zusätzliche Tl \cdots Aren-Kontakte), 2,445 Å] gefunden.⁸⁰ Die längeren Abstände in **11a** sind höchstwahrscheinlich eine Folge des im Vergleich zu den verwandten Amidinaten und β -Diketiminaten geringeren Donor-Charakters der Triazenide; eine derartige Erklärung wurde bereits in Abschnitt II.1 diskutiert. Sie könnten zumindest teilweise auch von zusätzlichen Metal $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen herrühren.

Tabelle II.10. Ausgewählte Bindungslängen (Å), Bindungswinkel (°) und Torsionswinkel (°) der Verbindungen **7a** und **11a**.^{a-d}

	7a	11a		7a	11a
M–N1	2,7093(14)	2,578(3)	N1–N2	1,3016(18)	1,301(4)
M–N3	2,7232(14) {2,716}	2,607(3) {2,593}	N2–N3	1,3086(17)	1,301(4)
M···N2	3,2467(13)	3,115(3)			
M···C21	3,3166(16)	3,299(3)	M···C41	3,3583(16)	3,373(3)
M···C22	3,3472(16)	3,371(3)	M···C42	3,4435(17)	3,454(3)
M···C23	3,3636(17)	3,493(3)	M···C43	3,4759(18)	3,564(3)
M···C24	3,3689(17)	3,569(3)	M···C44	3,4482(18)	3,614(3)
M···C25	3,3074(18)	3,477(4)	M···C45	3,3359(18)	3,519(3)
M···C26	3,2948(17) {3,333}	3,351(3) {3,427}	M···C46	3,3060(17) {3,395}	3,412(3) {3,489}
η^n/η^m	η^6/η^5	η^5/η^5	X6···M···X6'	159,7	154,0
M···X6/M···Xn	3,027	3,131/3,114	N2–N1–C11–C16	3,7(2)	2,2(5)
M···X6'/M···Xm	3,095/3,088	3,198/3,185	N2–N3–C31–C36	–4,4(2)	–4,9(5)

^a Mittelwerte stehen in geschweiften Klammern. ^b X6/X6' = Centroide der C21→C26/C41→C46-Ringe. ^c η^n/η^m = zugeordnete Haptizitäten für die Arenringe C21→C26/C41→C46 (siehe Abschnitt II.2.2, Seite 43 bis 45). ^d Xn/Xm = Centroide entsprechend der zugeordneten Haptizitäten.

Der interessanteste Aspekt in den Festkörperstrukturen von **7a** und **11a** ist neben dem monomeren Charakter der Komplexe die Anwesenheit zusätzlicher Metalle··· π -Aren-Kontakte zu den flankierenden Arenringen; sie tragen zur sterischen und elektronischen Absättigung der Metallkationen wesentlich bei. In **7a** wechselwirken das Metallion und die Trip-Ringe der Biphenylsubstituenten über einen η^6/η^5 -Koordinationsmodus mit K···C-Abständen im Bereich von 3,2948(17) bis 3,3689(17) Å (C21→C26) und von 3,3060(17) bis 3,4482(18) Å (C41, C42, C44→C46). Die Neigung von Kalium-Kationen zur Wechselwirkung mit aromatischen Ringen ist mittlerweile an zahlreichen Beispielen beschrieben worden⁷⁵ der hier mit 3,06 Å beobachtete mittlere K···Centroid-Abstand zu den π -gebundenen Trip-Aren-Ringen fällt in den auch aus anderen Beispielen bekannten Bereich und ist insofern nicht außergewöhnlich.⁸¹

Wie schon zuvor festgestellt, basiert die Ermittlung der Haptizität bei den hier diskutierten Metall··· π -Aren-Wechselwirkungen auf der Auswertung der M···Centroid-Abstände und dem Winkel zwischen dem M···Centroid-Vektor und der Flächennormalen der Arenringe (siehe Abschnitt II.2.2). Um einen besseren Vergleich zu ermöglichen, zeigt Tabelle II.10 nicht nur die

M···Centroid- (X_n/X_m) Abstände — X_n/X_m stehen für die entsprechend der Haptizitäten η^n/η^m zugeordneten Centroide — sondern auch die Abstände zu den Zentren ($X6/X6'$) der koordinierten Arenringe. In **11a** sind somit die Thallium··· π -Aren-Wechselwirkungen als η^5/η^5 zu klassifizieren. Die als bindend anzusehenden Tl···C-Abstände liegen im Bereich von 3,299(3) bis 3,493(3) Å (C21→C23, C24, C25, C26) und von 3,373(3) bis 3,564(3) Å (C41→C43, C44, C45, C46) mit entsprechenden Tl···Centroid-Entfernungen (Tl···X6/X6') von 3,13 Å und 3,20 Å. Letztere fallen in den Bereich typischer Tl···Centroid-Abstände von 2,85 bis 3,18 Å⁸², wie sie auch für andere strukturell charakterisierte Tl··· π -Aren-Komplexe⁸³ beobachtet wurden. Die kürzesten Tl···Aren-Abstände treten in Verbindungen mit schwach koordinierenden Anionen und elektronenreichen Aromaten wie etwa $[\text{Tl}(\eta^6\text{-MesH})_2][\text{B}(\text{OTeF}_5)_4]$ ^{83b} auf.

In **7a** und **11a** führt die coplanare Anordnung der C₆H₄-Ringe mit der NNN-Ebene, ablesbar an den Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 von 3,7(2)° (**7a**) und 2,2(5)° (**11a**) sowie N2–N3–C31–C36 von –4,4(2)° (**7a**) und –4,9(5)° (**11a**) und die orthogonale Ausrichtung der Trip-Substituenten zu einer ungewöhnlichen Koordination der Metallkationen. Sie ist als T-formig zu beschreiben, wenn die Zentren der beiden Arenringe und N2 als Schwerpunkt des Triazenido-Liganden als Pseudoliganden herangezogen werden. Zum Schluß bleibt festzustellen, daß die Abwesenheit kürzerer intermolekularer M···C- (**7a** K···C >5,3 Å, **11a** Tl···C >5,1 Å) oder Tl···Tl-Kontakte (>9,0 Å) den streng monomeren Charakter beider Verbindungen im festen Zustand belegt.

DFT-Rechnungen

Um ein besseres Verständnis der Bindungssituation in den Metalltriazeniden **7a** und **11a** zu gewinnen, in denen einerseits verhältnismäßig schwache K–N-Bindungen und starke K··· π -Aren-Wechselwirkungen und andererseits verhältnismäßig starke Tl–N-Bindungen und schwache Tl··· π -Aren-Wechselwirkungen vorliegen, wurden Dichtefunktionaltheorie- (DFT-) Rechnungen durchgeführt.⁵² Dabei wurde berücksichtigt, daß diese Methoden unter Umständen schlechte Ergebnisse bei der Beschreibung schwacher Wechselwirkungen, wie etwa der van-der-Waals- und Dipol-Dipol-Kräfte oder der Wasserstoffbrücken-Bindungen liefern. Deshalb wurden neben Standard-funktionalen wie B3LYP vom *Becke*-Typ oder MPW1PW91 vom *Perdew*-Typ auch *Truhlers* MPW1B95-Funktional benutzt. Letzteres ist speziell für Systeme mit einem hohen Anteil nicht-kovalenter Bindungen entwickelt und angepasst worden.⁸⁴ Die zunehmende Rechenleistung moderner PCs erlaubt es, nicht nur einfache Modellsysteme sondern, zumindest auf DFT-Niveau, auch experimentell zugängliche Verbindungen wie die biphenyl-substituierten Kalium- und Thalliumtriazenide MN₃Tph₂ zu untersuchen.

In Tabelle II.11 sind ausgewählte experimentelle und DFT-berechnete Bindungsparameter der Komplexe **7a** und **11a** zusammengestellt. Im Allgemeinen werden die experimentell bestimmten M–N- und N–N-Bindungslängen durch die Rechnungen mit relativen Unterschieden von 0,8% bzw. 1,0% zufriedenstellend wiedergegeben. Bei Verwendung des Funktionals B3LYP trifft dies jedoch nicht für die M···C-Abstände zu, welche mit +5,5% (**7a**) and +8,5% (**11a**) beträchtlich überschätzt werden. Etwas bessere, aber immer noch unakzeptable Resultate liefert das Funktional MPW1PW91 mit Werten von +4,0% (**7a**) und +8,5% (**11a**). Die Verwendung von Truhlars MPW1B95-Funktional führt zu deutlich besseren Ergebnissen, die Tl···C-Kontakte werden nun um nur +1,5% zu groß und die K···C-Abstände um –2,3% zu klein erhalten. Die mit einem relativen Fehler von –0,9% besten Ergebnisse werden bei den K···C-Abständen mit diffusen Funktionen für die leichteren Atome N, C und H erzielt.⁸⁵

Ein weiterer Einblick in die Bindungsverhältnisse von **7a** und **11a** wird durch NBO- („natural bond orbital“) und NPA- („natural population analysis“) Analysen⁸⁶ ermöglicht. Bei **7a** verdeutlichen die hohe NPA-Ladung von +0,889 am Kaliumatom und die niedrigen *Wiberg*-Bindungsordnungen⁸⁷ von 0,037 und 0,029 für die K–N1/N3- bzw. K–N2-Bindung den überwiegend ionischen Charakter. Für **11a** wird anhand einer geringeren NPA-Ladung von +0,698 am Thalliumatom ein höherer kovalenter Charakter der entsprechenden Tl–N-Bindung und eine etwas höhere *Wiberg*-Bindungsordnung von 0,085 bzw. 0,074 vorhergesagt. Die M···C-Wechselwirkungen folgen mit allerdings insgesamt deutlich geringeren *Wiberg*-Bindungsordnungen von 0,003 bis 0,006 für K···C und von 0,009 bis 0,018 für Tl···C einem ähnlichen Trend. Die nichtsdestotrotz kürzeren K···C-Abstände kommen durch stärkere Coulomb-Beiträge zustande, wie an den verschiedenen NPA-Ladungen an K und Tl einerseits und an den π -gebundenen Trip-Arenringen andererseits — die gemittelten und summierten Ladungen betragen im $C_6H_2iPr_3$ -Ring, –0,013 bei **7a** und +0,040 bei **11a** sowie im C_6H_2 -Fragment, –0,116 **7a** und –0,089 **11a** — abzulesen ist. Eine sorgfältige Analyse möglicher Donor-Akzeptor-Wechselwirkungen zwischen gefüllten und leeren NBOs durch die „second-order perturbation theory“ zeigt keine signifikante Ladungsdelokalisation zwischen dem freien Elektronenpaar am Thalliumatom (99,3% *s*-Charakter) und geeigneten ligandzentrierten Akzeptor-Orbitalen.

Tabelle II.11. Ausgewählte experimentelle und DFT-berechnete Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°) der Komplexe **7a** und **11a**.^a

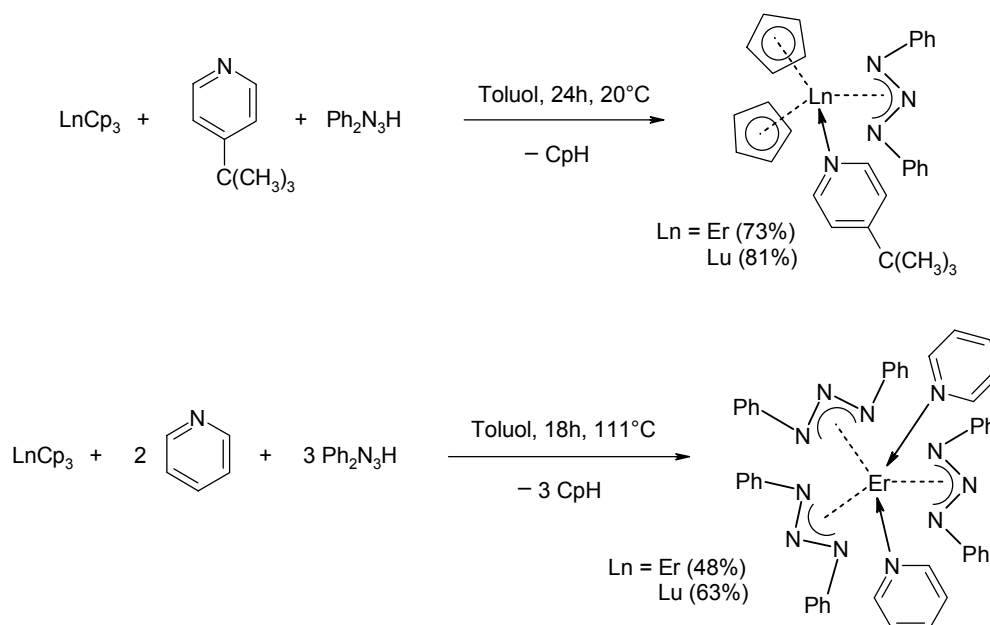
	7a	7a	7a	7a	7a
	[11a]	[11a]	[11a]	[11a]	[11a]
	Exp.	B3LYP	MPW1PW91	MPW1B95	MPW1B95
		6-31G*	6-31G*	6-31G*	6-31+G*
M–N ^a	2,716	2,712	2,701	2,729	2,730
	[2,593]	[2,603]	[2,585]	[2,605]	[2,613]
N–N ^a	1,305	1,305	1,297	1,294	1,293
	[1,301]	[1,300]	[1,292]	[1,288]	[1,288]
M···C ^a	3,364	3,549	3,500	3,285	3,334
	[3,458]	[3,753]	[3,638]	[3,511]	[3,518]
M···X6 ^a	3,061	3,259	3,198	2,973	3,026
	[3,165]	[3,484]	[3,360]	[3,224]	[3,221]
X6···M···X6	159,7	163,2	163,3	162,5	162,7
	[154,0]	[159,4]	[158,8]	[161,6]	[161,9]
N–N–C–C ^a	4,1	7,5	8,6	12,2	12,7
	[3,6]	[5,9]	[9,2]	[15,9]	[16,2]

^a Bei diesen Abständen und Winkeln sind Mittelwerte angegeben.

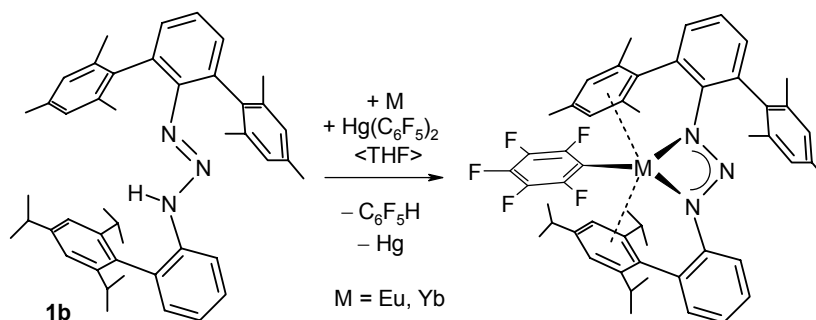
II.4 Protolysereaktionen mit Triazenen

II.4.1 Überblick

Leider verliefen Salzmetathesereaktionen zwischen den in Abschnitt II.2 und II.3 beschriebenen Alkalimetall- oder Thalliumtriazeniden und Seltenerdmetallhalogeniden $\{\text{LnX}_3(\text{thf})_x, \text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}; \text{LnI}_2(\text{thf})_x\}$ bisher enttäuschend. Zumeist werden entweder nur die Ausgangsverbindungen oder aber die protonierten Liganden isoliert, bestenfalls entstehen komplizierte Produktgemische. Ein alternativer synthetischer Zugang zu Seltenerdmetalltriazeniden sind Protolysereaktionen zwischen Lanthanoid^{II}- oder Lanthanoid^{III}-organylen und Triazenen. Tatsächlich wurden die ersten eindeutig charakterisierten Seltenerdmetalltriazenide 1999 von *Winter et al.*¹⁶ auf diesem Weg erhalten:



Die ersten Lanthanoid^{II}-triazenide konnten in unserem Arbeitskreis durch eine kombinierte Redox-transmetallierungs/Protolyse-Reaktion synthetisiert werden:¹⁹



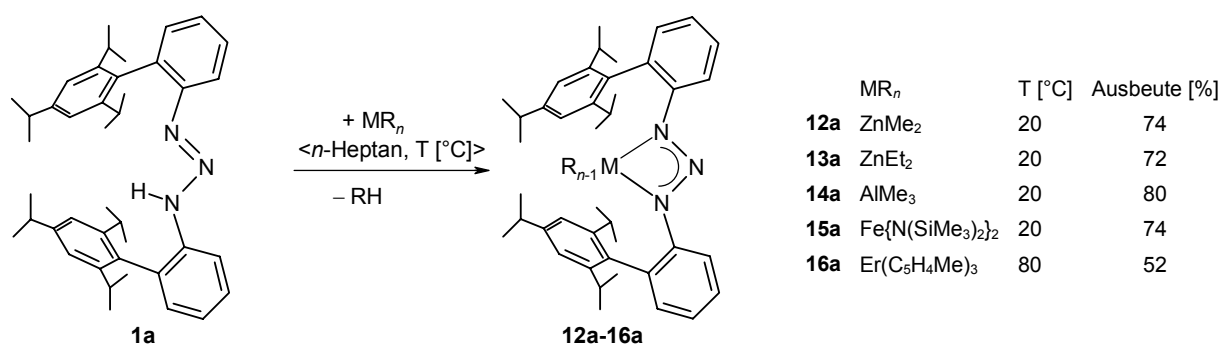
Im folgenden Abschnitt wird gezeigt, daß Protolysereaktionen, d. h. die Metallierung von Triazenen durch Metallorganyle hervorragend zur Darstellung von Triazenido-Derivaten der *s*-, *p*-, *d*- und

f-Block-Metalle geeignet sind. Wegen der vergleichsweise hohen Acidität der Triazene — die pK_S -Werte von $H_2N-N=NH$ und $C_6H_4N_3H$ (Benzotriazol) betragen 11,4⁸⁸ bzw. liegen zwischen 8,4 und 9,1⁸⁹ — können auch schwächere Basen wie Bis(trimethylsilyl)amide als Metallierungsreagenzien fungieren.

II.4.2 Synthese und Charakterisierung

Synthese und Spektroskopische Untersuchung

Die Synthese neuartiger heteroleptischer Metalltriazenide gelingt durch Umsetzung äquimolarer Mengen an Triazen **1a** mit dem jeweiligen Metallierungsreagenz in *n*-Heptan oder Toluol als Lösungsmittel (Schema II.10). Als Reaktionspartner wurden die Zinkorganyle $ZnMe_2$ und $ZnEt_2$, Trimethylaluminium, Eisen(II)-bis(trimethylsilylamid) und Tris(methylcyclopentadienyl)erbium verwendet. Dabei hängen die Reaktionsbedingungen von der Basizität und dem sterischen Anspruch der verwendeten Metallierungsmittel ab. Bei den Zink- und Aluminiumorganyle setzt schon bei Zimmertemperatur unter Farbvertiefung und Gasentwicklung eine spontane, nach wenigen Minuten beendete Reaktion ein. Bei den Umsetzungen mit dem Silylamid $Fe\{N(SiMe_3)_2\}_2$ und dem Metallocen $Er(C_5H_4Me)_3$ sind eine längere Reaktionsdauer und/oder höhere Reaktionstemperaturen erforderlich. Nach dem Abtrennen geringer Mengen unlöslicher Nebenprodukte können die orange-farbenen Triazenide Tph_2N_3ZnMe (**12a**) und Tph_2N_3ZnEt (**13a**), die tiefgelbe Verbindung $Tph_2N_3AlMe_2$ (**14a**) sowie der hellbraune Komplex $Tph_2N_3FeN(SiMe_3)_2$ (**15a**) aus den eingeengten Reaktionslösungen in hohen Ausbeuten von 72 bis 80% kristallin isoliert werden. Beim Erbium-Derivat $Tph_2N_3Er(C_5H_4Me)_2$ (**16a**) müssen Produkt und noch vorhandene Edukte über eine fraktionierte Kristallisation aus einer *n*-Heptan/Toluol-Mischung getrennt werden; hier fällt die Ausbeute mit 52% deutlich geringer aus. Bemerkenswerterweise zeigt kristallines **16a** ein dichroitisches Verhalten. In Abhängigkeit von der Blickrichtung besitzen die Kristalle entweder eine rosa oder eine gelbe Farbe, die die Eigenfarbe von Er^{3+} bzw. die Eigenfarbe des Liganden widerspiegelt.



Schema II.10. Synthese der heteroleptischen Metalltriazenide **12a-16a**

Nach NMR-spektroskopischen Befunden sind die heteroleptischen Zink- und Aluminiumtriazenide **12a** bis **14a** in Lösung im Hinblick auf eine Ligandenumverteilung kinetisch stabil. Derartige Verbindungen sind deshalb als potentielle Katalysatoren für Ringöffnungspolymerisationen von cyclischen Estern oder für die Kopolymerisation von Epoxiden und CO₂ interessant (s. Ref. 22 und weitere dort zitierte Literatur). So berichteten *Gibson* et al. parallel zu unseren Arbeiten über Versuche zur Darstellung von Triazenidozinkorganyle unter Verwendung des Liganden Dip₂N₃. Dieser erwies sich allerdings als nicht sperrig genug und die Autoren konnten lediglich den homoleptischen Komplex [Zn(N₃Dip₂)₂] isolieren.²²

Eine intensive breite $\nu_{\text{as-N}_3}$ -Absorptionsbande bei 1282 cm⁻¹ (**14a**) und 1247 cm⁻¹ (**16a**) deutet auf einen η^2 -chelatisierenden Bindungsmodus des Triazenido-Liganden in den Aluminium und Erbium-Komplexen hin. Ein kompliziertes Bandenmuster bei den Zinkkomplexen **12a** und **13a** ist entweder ein Indiz für eine hohe Mobilität der Metallkationen oder das Vorliegen unterschiedlich populierter Isomere mit η^1 - und η^2 -Koordinationsmoden (s. Abschnitt II.1.3, S. 28–29).

Festkörperstrukturen

Von allen Verbindungen konnten für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle aus *n*-Heptan oder Benzol erhalten werden; dabei wird nur bei **12a** eine Kokristallisation des verwendeten Lösungsmittels Benzol beobachtet. Ausgewählte Daten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung sind in Tab. II.13 aufgeführt. Abb. II.14–II.16 zeigen die Molekülstrukturen und wichtige Bindungsparameter. Wegen technischer Probleme bei der Datensammlung konnte von der Aluminiumverbindung **14a** nur ein Teildatensatz erhalten werden. Im Rahmen einer Kooperation mit der Arbeitsgruppe *Anwander*, bei der die Reaktivität des Triazens **1a** mit Seltenerdmetallaluminaten untersucht wurde, konnte an der Universität Bergen eine weitere Strukturbestimmung durchgeführt werden. Bezüglich deren Ergebnis sei auf eine gemeinsame Publikation verwiesen.⁹⁰

Strukturen der Zinktriazenide [Tph₂N₃ZnMe] (12a) und [Tph₂N₃ZnEt] (13a)

Beide Verbindungen kristallisieren in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$, wobei nur das Methylderivat mit einem weiteren Äquivalent Benzol, genauer zwei unabhängigen, auf Inversionszentren lokalisierten Molekülhälften des Solvens kokristallisiert. In beiden Metalltriazeniden liegt eine *syn/syn*-Konformation der beiden Tph-Substituenten mit Torsionswinkeln |NNCn1Cn6| zwischen 0,5 und 5,7° sowie eine daraus resultierende koplanare Anordnung der beiden C₆H₄-Arenringe und der NNN-Ebene vor; aus dieser Ebene sind auch die Zinkatome nur wenig ausgelenkt. Leider sind die Metallatome sowohl in **12a** als auch in **13a** fehlgeordnet (Abb. II.14). Obwohl eine Verfeinerung mit jeweils zwei Splitpositionen und Besetzungsfaktoren für Zn1 und Zn2 von 0,50/0,50 [**12a**] bzw.

Tabelle II.13. Ausgewählte kristallographische Daten der Metalltriazenide **12a**, **13a**, **15a** und **16a**

	12a · (C ₆ H ₆)	13^o	15a	16a
Formel	C ₄₉ H ₆₃ N ₃ Zn	C ₄₄ H ₅₉ N ₃ Zn	C ₄₈ H ₇₂ FeN ₄ Si ₂	C ₅₄ H ₆₈ ErN ₃
Molare Masse	759,39	695,31	817,13	926,38
Farbe, Habitus	orange, Prisma	orange, Prisma	hellbraun, Prisma	dichroitisch gelb/rosa, lattenförmig
Kristallgröße (mm)	0,65 × 0,50 × 0,45	0,70 × 0,60 × 0,45	0,60 × 0,45 × 0,40	0,50 × 0,22 × 0,10
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, <i>P</i> $\bar{1}$	triklin, <i>P</i> $\bar{1}$	monoklin, <i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	monoklin, <i>C</i> 2/ <i>c</i>
<i>a</i> (Å)	8,633(4)	9,7160(19)	21,501(3)	28,321(5)
<i>b</i> (Å)	13,698(5)	14,366(3)	9,8448(18)	8,9834(18)
<i>c</i> (Å)	19,265(6)	15,659(3)	25,385(4)	22,779(5)
α (°)	106,21(3)	71,735(16)	90	90
β (°)	94,31(3)	77,732(16)	111,272(10)	124,88(2)
γ (°)	92,43(3)	80,816(17)	90	90
<i>V</i> (Å ³)	2176,6(15)	2018,0(7)	5007,2(14)	4754,3(16)
<i>Z</i>	2	2	4	4
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,159	1,144	1,084	1,294
μ (mm ⁻¹)	0,599	0,640	0,382	1,802
2 θ -Meßbereich (°)	3–54	3–50	4–54	4–56
Gesammelte Reflexe	10142	6161	11786	5876
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	9495/0,104	5701/0,050	10815/0,030	5728/0,049
Reflexe mit <i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>) (<i>N</i> _o)	6671	3104	7109	4925
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	489/0	455/12	514/0	274/0
<i>R</i> 1 (<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)) ^b	0,058	0,073	0,041	0,032
<i>wR</i> 2 (all data) ^c	0,163	0,186	0,110	0,080
GOF ^d	1,048	1,199	0,889	1,109
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,81/–0,56	0,42/–0,33	0,22/–0,41	1,98/–1,17

^a Meßtemperatur –80°C (nur **13a**) und –100°C jeweils mit MoK α -Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil S. 100.

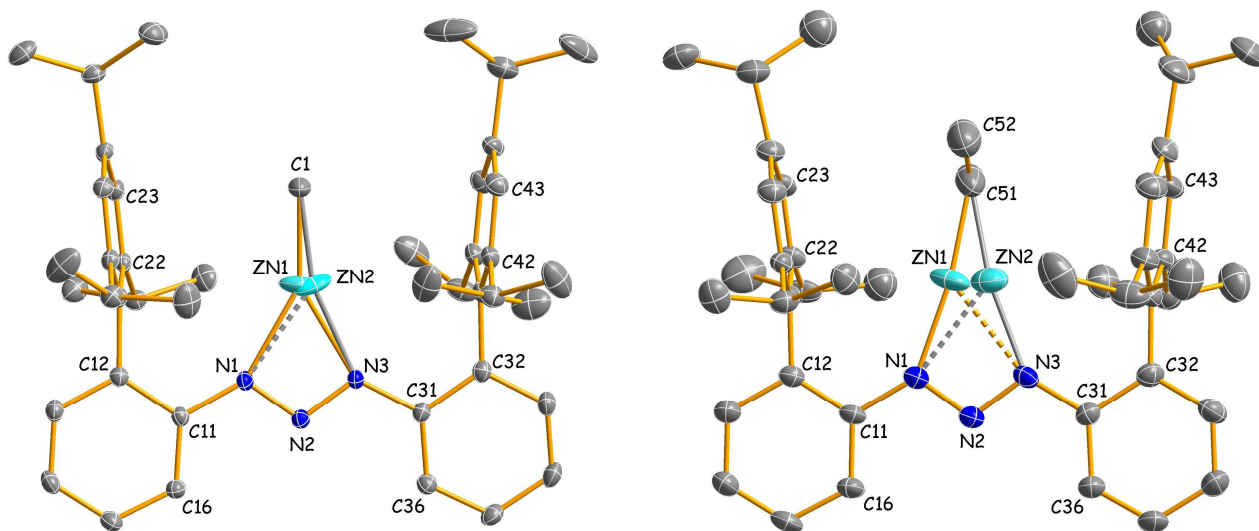


Abb. II.14. Molekülstrukturen der heteroleptischen Zinktriazenide **12a** und **13a** mit Darstellung der fehlgeordneten Metallatome.^{35,37,39} Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°):

[12a]: Zn1–N1 = 2,090(5), Zn1–N3 = 2,086(4), Zn1–C1 = 1,904(4), Zn2–N1 = 2,234(5), Zn2–N3 = 1,982(4), Zn2–C1 = 1,906(4), N1–N2 = 1,299(3), N2–N3 = 1,307(3), N1–C11 = 1,416(3), N3–C31 = 1,413(3), C1–Zn1–N1 = 149,7(3), C1–Zn1–N3 = 149,0(3), N1–Zn1–N3 = 60,84(12), C1–Zn2–N1 = 137,1(3), C1–Zn2–N3 = 163,0(3), N1–Zn2–N3 = 59,86(13), Zn1–N1–N2–N3 = 0,0(2), Zn2–N1–N2–N3 = –1,7(2), N2–N1–C11–C16 = 3,6(3), N2–N3–C31–C36 = 2,1(3). **[13a]:** Zn1–N1 = 1,960(4), Zn1–N3 = 2,360(5), Zn1–C51 = 1,946(6), Zn2–N1 = 2,324(5), Zn2–N3 = 1,954(6), Zn2–C51 = 1,981(8), N1–N2 = 1,319(5), N2–N3 = 1,310(5), N1–C11 = 1,424(5), N3–C31 = 1,411(6), C51–Zn1–N1 = 169,7(3), C51–Zn1–N3 = 130,6(2), N1–Zn1–N3 = 58,51(16), C51–Zn2–N1 = 129,1(3), C51–Zn2–N3 = 168,6(3), N1–Zn2–N3 = 59,27(19), Zn1–N1–N2–N3 = 1,0(4), Zn2–N1–N2–N3 = –0,5(3), N2–N1–C11–C16 = –5,7(6), N2–N3–C31–C36 = –0,8(6)

0,65/0,35 **[13a]** gelingt, deuten die beobachteten anisotropen Auslenkungsparameter auf eine hohe Mobilität des Metallatoms entlang einer parallel zu der Verbindungslinie N1 und N3 laufenden Achse hin. Die ermittelten Bindungsparameter der Zinkatome sind deshalb trotz akzeptabler Standardabweichungen nur wenig aussagekräftig, sollen aber trotzdem kurz diskutiert werden:

In **12a** entsprechen die fehlgeordneten Lagen der Zinkatome einem mit Zn1–N1 2,090(5) Å und Zn1–N3 2,086(4) Å eher symmetrischen und einem mit Zn2–N3 1,982(4) Å, Zn2–N1 2,234(5) Å eher unsymmetrischen Bindungsmodus des Triazenido-Liganden, während die beiden Positionen in **13a** auf eine mit Zn1–N1 1,960(4) Å und Zn1–N3 2,360(5) Å sowie Zn2–N1 2,324(5) Å, Zn2–N3 1,954(6) Å jeweils asymmetrische Koordination hinweisen. Die beobachtete deutliche Varianz der Zn–C-Bindungslängen [**12a**: Zn1–C1 1,904(4) Å, Zn2–C1 1,906(4) Å; **13a**: Zn1–C51 1,946(6) Å, Zn2–C51 1,981(8) Å] dürfte als Artefakt der Fehlordnung zuzuordnen sein.

Heteroleptische Triazenidozinkorganyle sind bisher aus der Literatur nicht bekannt. In Weiterführung dieser Arbeit konnte jedoch inzwischen *D. Vinduš* in unserem Arbeitskreis ein weiteres

Derivat der Zusammensetzung $[(\text{Me}_4\text{Ter})_2\text{N}_3\text{ZnMe}]$ darstellen; die Festkörperstruktur zeigt keine Fehlordnung und steht deshalb als Referenz zur Verfügung.⁹¹ In dieser Verbindung werden Zn–N- und Zn–C-Abstände von 2,0440(12) Å und 2,0813(13) Å bzw. 1,9280(18) Å beobachtet. In *Gibsons* Komplex $[\text{Zn}(\text{N}_3\text{Dip}_2)_2]$ beträgt die mittlere Zn–N-Bindungslänge 2,052(5) Å.²²

Struktur des Eisentriazenids $[\text{Tph}_2\text{N}_3\text{FeN}(\text{SiMe}_3)_2]$ (**15a**)

Der Komplex kristallisiert ohne Eigensymmetrie in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/n$ (Abb. II.15). Das Eisenatom ist von drei Stickstoffatomen, — und zwar N1 und N3 aus dem Triazenido-Liganden sowie N5 des Bis(trimethylsilyl)amido-Liganden — umgeben. Es liegt allerdings nicht die erwartete trigonal planare Koordination, sondern, wie an der Summe der Bindungswinkel von $351,2^\circ$ und der Auslenkung des Eisenatoms um 0,26 Å aus einer durch N1, N3 und N5 definierten Ebene deutlich wird, eine leichte Pyramidalisierung vor. Die Ursache für die Pyramidalisierung ist vermutlich eine schwache agostische Wechselwirkung zum Kohlenstoffatom einer Trimethylsilylgruppe ($\text{Fe}\cdots\text{C513} = 3,095(3)$). Auch die Interligandwinkel weichen deutlich von 120° ab, wobei der den Biss charakterisierende Winkel N1–Fe–N3 zum Triazenido-Liganden mit $61,58(6)^\circ$ die größte Abweichung zeigt. Der Unterschied in den beiden anderen Winkeln N1–Fe–N5 und N3–Fe–N5

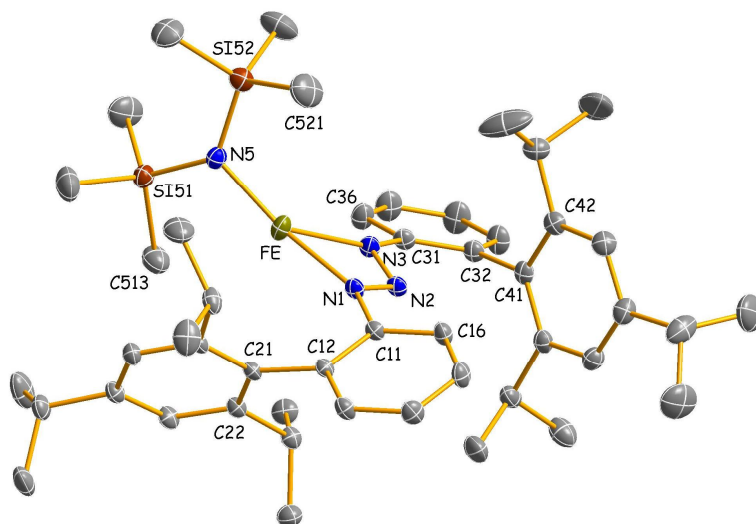


Abb. II.15. Molekülstruktur des heteroleptischen Eisentriazenids **15a**.^{35,37} Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel ($^\circ$) und Torsionswinkel ($^\circ$): Fe–N1 = 2,0274(15), Fe–N3 = 2,1320(16), Fe–N5 = 1,8892(16), Fe \cdots C513 = 3,095(3), Fe \cdots C21 = 3,522(2), N1–N2 = 1,325(2), N2–N3 = 1,316(2), N1–C11 = 1,420(2), N3–C31 = 1,416(2), N5–Si1 = 1,7157(17), N5–Si2 = 1,7244(18), Si1–C511 = 1,869(3), Si1–C512 = 1,874(3), Si1–C513 = 1,873(2), Si2–C521 = 1,868(3), Si2–C522 = 1,872(3), Si2–C523 = 1,862(3), N1–Fe–N5 = 157,33(7), N3–Fe–N5 = 132,29(7), N1–Fe–N3 = 61,58(6), N1–N2–N3 = 107,58(14), Si1–N5–Si2 = 127,30(9), Si1–N5–Fe = 114,64(9), Si2–N5–Fe = 117,24(9), Fe–N1–N2–N3 = 0,89(15), N2–N1–C11–C16 = 38,6(2), N2–N3–C31–C36 = 159,55(18).

(157,33(7)° vs. 132,29(7)°) läßt sich auf repulsive Wechselwirkungen zwischen der Bis(trimethylsilyl)amido-Gruppe und einem der beiden Trip-Substituenten zurückführen.

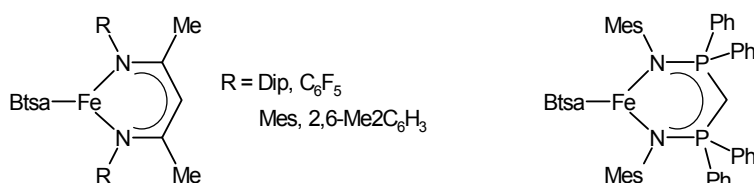
Wie an den Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 und N2–N3–C31–C36 von 38,6(2)° bzw. 159,55(18)° abgelesen werden kann, ist näherungsweise eine *syn/anti*-Konformation der beiden Tph-Substituenten verwirklicht. Mit einem Fe–N1 und Fe–N3-Abstand von 2,0274(15) Å bzw. 2,1320(16) Å liegt eine deutlich asymmetrische Koordination des Triazenido-Liganden vor. Der Fe–N5-Abstand zur Bis(trimethylsilyl)amido-Gruppe ist mit 1,8892(16) Å gegenüber dem mittleren Fe–N-Abstand (2,080 Å) zum Triazenido-Liganden um etwa 0,20 Å verkürzt; dies kann mit der niedrigeren negativen Ladungsdichte an den beiden Stickstoffatomen des Chelat-Liganden erklärt werden. Obwohl der Komplex **15a** das erste Beispiel für ein strukturell charakterisiertes Bis(trimethylsilyl)amido-eisen(II)triazenid ist, sind doch einige verwandte heteroleptische Verbindungen mit chelatisierenden, einfach negativ geladenen *N,N*-Donorliganden bekannt; sie sind in Tab. II.12 zusammengestellt. Die beobachteten Fe–N(*N,N*-Donor)- und Fe–N(Btsa)-Abstände spiegeln die unterschiedlichen Donoreigenschaften der chelatisierenden Liganden wider. Erstere liegen bei β -Diketiminato- und der Bis(iminophosphoranyl)methyl-Verbindung im relativ engen Bereich zwischen 1,995 Å und 2,008 Å und sind damit um etwa 0,08 Å kürzer als im Komplex **15a**. Demgegenüber werden die in **15a** längeren Fe–N-Bindungslängen zum Triazenido-Liganden durch einen gegenüber den Vergleichsverbindungen um etwa 0,02 bis 0,04 Å signifikant verkürzten Fe–N-Abstand zur Bis(trimethylsilyl)amido-Gruppe kompensiert. Dieser ist mit 1,8892(16) Å sogar kürzer als der terminale Fe–N-Abstand von 1,925 Å in der Festkörperstruktur der dimeren Stammverbindung $[\text{Fe}_2\{\mu\text{-N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2]$.⁹²

Tabelle II.12. Ausgewählte Fe–N-Bindungslängen [Å] in einigen heteroleptischen Eisenkomplexen der Zusammensetzung $[(\text{NN})\text{FeN}(\text{SiMe}_3)_2]$ ^{a,b}

(<i>NN</i>)	Fe–N(SiMe ₃) ₂	Fe–N(<i>NN</i>)	Lit.
(Dip)NC(Me)C(H)C(Me)N(Dip)	1,928(1)	2,008(1)	93
(C ₆ F ₅)NC(Me)C(H)C(Me)N(C ₆ F ₅)	1,908(1)	2,001(1)	93
(Mes)NC(Me)C(H)C(Me)N(Mes)	1,915(1)	1,9969(1)	93
(2,6-Me ₂ C ₆ H ₃)NC(Me)C(H)C(Me)N(2,6-Me ₂ C ₆ H ₃)	1,917(2)	1,995(2)	93
(Mes)NP(Ph) ₂ C(H)P(Ph) ₂ N(Mes)	1,932(3)	1,995(3)	94
(Tph)NN(Tph) (15a)	1,8892(16)	2,0797(16)	diese Arbeit

^a (*NN*) = chelatisierender, einfach negativ geladener *N,N*-Donorligand.

^b



Struktur des Erbiumtriazenids [*Tph*₂N₃Er(C₅H₄Me)₂] (**16a**)

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe *C2/c* (Abb. II.16). Eine zweizählige Drehachse verläuft durch das Metallatom und das zentrale Stickstoffatom und erzeugt die andere Molekülhälfte. Symmetriebedingt liegt somit ein symmetrisch koordinierter Triazenido-Ligand mit einer Er–N- und einer N–N-Bindungslänge von 2,373(2) Å bzw. 1,323(3) Å vor. Weist man den beiden η^5 -gebundenen Methylcyclopentadienyl-Ringen und dem Triazenido-Liganden nur jeweils eine Koordinationsstelle — repräsentiert durch die Centroide X5 und X5' sowie das zentrale Stickstoffatom N2 — zu, so besitzt das Erbium-Kation eine trigonal planare Umgebung mit Interligandwinkeln von 113,9° (N2⋯Er⋯X5 bzw. N2⋯Er⋯X5') und 132,2° (X5⋯Er⋯X5').

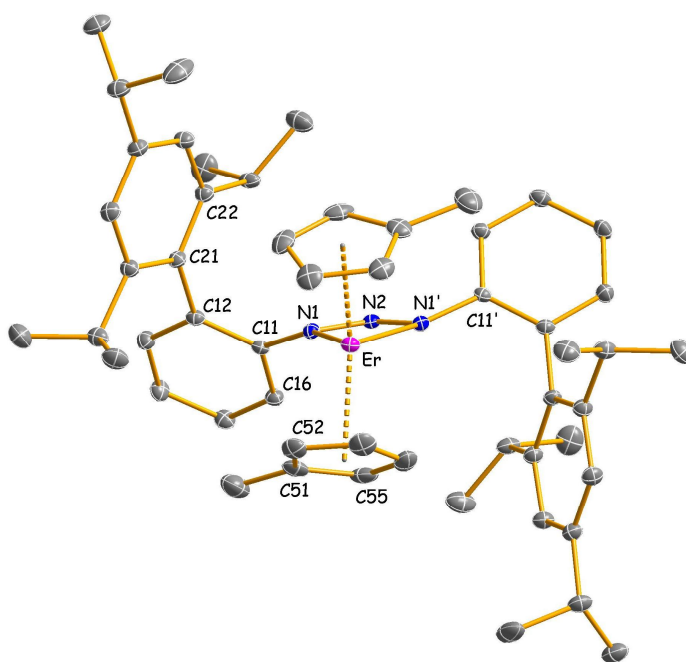


Abb. II.16. Molekülstruktur des heteroleptischen Erbiumtriazenids **16a**.^{35,37} Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Er–N1 = 2,373(2), Er–C51 = 2,656(3), Er–C52 = 2,620(3), Er–C53 = 2,587(3), Er–C54 = 2,593(4), Er–C55 = 2,621(3), Er–X5 = 2,324, N1–N2 = 1,323(3), N1–C11 = 1,431(4), N1–Er–N1' = 54,64(11), X5⋯Er⋯X5' = 132,2, N2⋯Er⋯X5 = 113,9, N1–N2–N1' = 110,8(3), Er–N1–N2–N1' = 0,0, N2–N1–C11–C16 = 47,8(3). Mit einem Apostroph gekennzeichnete Atome wurden durch die Symmetrieoperation (1–x, y, –z+3/2) erzeugt.

Die Er–N-Bindungslänge ist mit 2,373(2) Å gegenüber dem entsprechenden gemittelten Abstand von 2,416 Å im Komplex [Er(N₃Ph₂)₃(py)₂] mit ebenfalls achtfach koordiniertem Erbium signifikant verkürzt¹⁶. In der mit **16a** noch besser vergleichbaren Verbindung [ErCp₂(N₃Ph₂)(4-*tert*-BuC₅H₄N)]¹⁶ — sie enthält allerdings noch ein zusätzliches 4-*tert*-Butylpyridin-Molekül — beträgt die mittlere Er–N-Bindungslänge 2,435 Å. Die Er–C-Abstände liegen mit Werten von 2,587(3) bis 2,656(3) Å und einem Er⋯Centroid-Abstand von 2,324 Å in etwa im erwarteten Bereich. Zum Vergleich

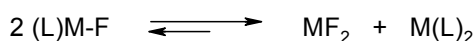
geeignete Er···X5-Abstände sind 2,373 Å in *Winters* Verbindung [ErCp₂(N₃Ph₂)(4-*t*BuC₅H₄N)] (CN_{Er} = 9)¹⁶ und 2,341 Å im Erbiumorganyl [Er(C₅H₄Me)₂(Dmp)] (CN_{Er} = 7).⁹⁵ Trotz des vergleichsweise sperrigen Substituenten liegen somit im Erbiumtriazenid **16a** keine durch sterische Überfrachtung verlängerten Bindungslängen vor. Es ist deshalb auch kein ungewöhnliches, sterisch induziertes Reaktionsverhalten zu erwarten,^{96,97} wie es etwa von *Evans* an einer Reihe von Tris(pentamethylcyclopentadienyl)-Verbindungen der Seltenerdmetalle beobachtet wurde.⁹⁶

Wie den zu 47,8(3)° bestimmten Torsionswinkeln N2–N1–C11–C16 und N2–N1'–C11'–C16' entnommen werden kann, sind die Tph-Substituenten deutlich aus der zentralen NNN-Ebene herausgedreht. Die dadurch drastisch reduzierte Wechselwirkung der π-Systeme äußert sich in einem gegenüber den [N₃Tph₂]-Derivaten mit koplanarer Anordnung geringfügig, aber signifikant verlängerten N1–C11-Abstand von 1,431(4) Å.

II.5 Thermolyse von (Pentafluorphenyl)erdalkalimetall- und (Pentafluorphenyl)europiumtriazeniden

II.5.1 Überblick

Die Synthese löslicher Komplexe mit Bindungen zwischen Fluoratomen und den schwereren Erdalkalimetallen Calcium, Strontium oder Barium wird durch unerwünschte, zu den thermodynamisch stabilen Metalldifluoriden führende Ligand-Umverteilungsreaktionen erschwert:



M = Ca, Sr, Ba; L = anionischer Ligand

Aus diesem Grund waren molekulare Verbindungen, mit Ausnahme einiger aggregierter Einschlußverbindungen wie etwa $[(Cp^*TiF_2)_6CaF_2(thf)_2]$ ⁹⁸ lange Zeit unbekannt. Vor kurzem berichteten allerdings *Roesky* et al.⁹⁹ und wenig später *Hill* et al.¹⁰⁰ über die Synthese und strukturelle Charakterisierung von β -Diketiminatocalciumfluoriden und -strontiumfluoriden.¹⁰¹

Hauber, Niemeyer et al. konnten zeigen, daß heteroleptische Pentafluorphenyl-Metalltriazenide durch eine einfache Eintopf-Transmetallierungs- und Protoyserieaktion zwischen dem Triazen $HN_3(Dmp)Tph$ (**1b**) und Bis(pentafluorphenyl)quecksilber sowie dem entsprechenden Erdalkalimetall¹⁷ oder Seltenerdmetall¹⁹ in Tetrahydrofuran als Lösungsmittel zugänglich sind. Nach Kristallisation aus *n*-Heptan wurden entweder die THF-freien Organyle $[M(C_6F_5)\{N_3(Dmp)Tph\}]$ (M = Sr, Ba, Yb, Eu) oder der THF-Komplex $[M(C_6F_5)\{N_3(Dmp)Tph\}(thf)]$ (M = Ca) erhalten (Schema II.11).

Die Pentafluorphenyl-Verbindungen der elektropositiven Metalle sind in der Regel thermolabil und können unter Fluoridtransfer und Eliminierung des Arins C_6F_4 abreagieren. So ist etwa Pentafluorphenyllithium nur unterhalb von ca. $-20\text{ }^\circ\text{C}$ stabil und kann sich beim Erwärmen vor allem größerer Ansätze unter äußerst heftiger Reaktion zersetzen.¹⁰² Im Folgenden wird gezeigt, daß auch Pentafluorphenyl-Erdalkalimetalltriazenide als Prekursoren für heteroleptische Komplexe $[MF\{N_3(Dmp)Tph\}(thf)_x]$ mit Erdalkalimetallfluorid- und Seltenerdmetallfluorid-Einheit oder homoleptische Metalltriazenide $[M\{N_3(Dmp)Tph\}_2]$ dienen können.

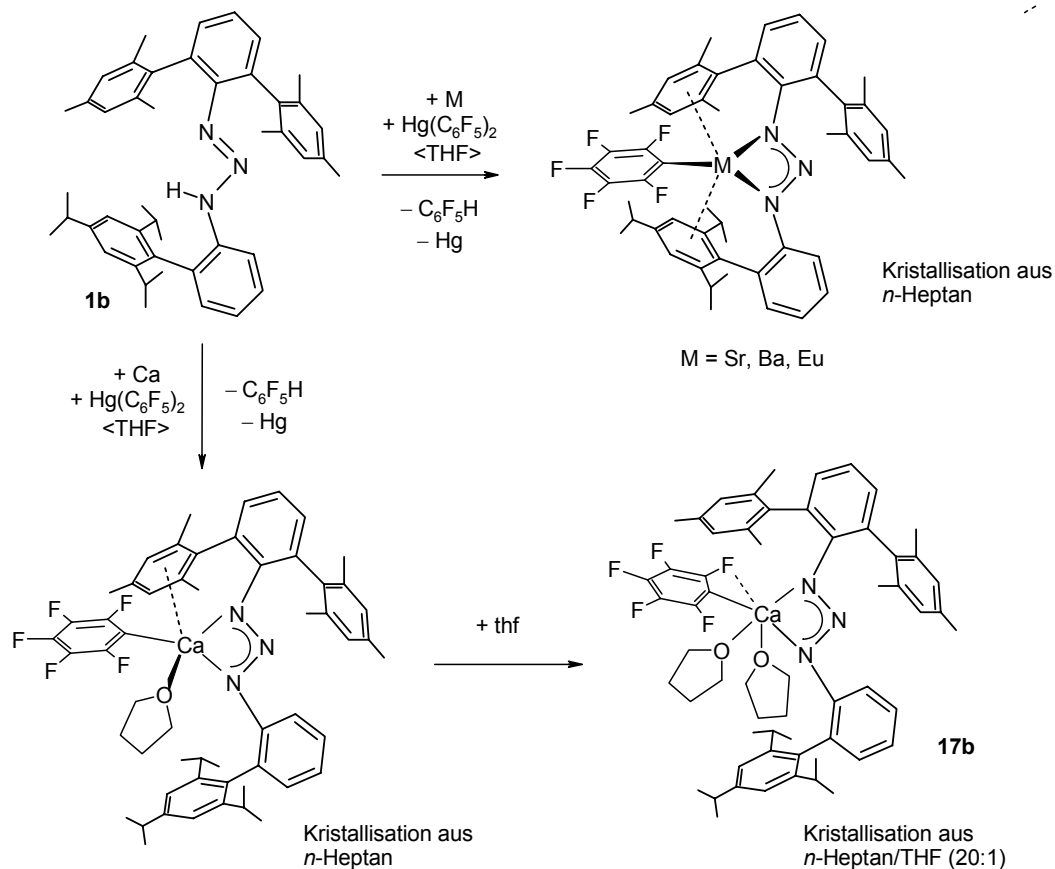
Die ersten solvatisierten Magnesium- und Calcium-bis(triazenide) der Zusammensetzung $[M(N_3Tol)_2(Solv)_2]$ (M = Mg, Solv = thf; M = Ca, Solv = dme) wurden von *Walsh* et al.¹⁴ über Salzmetathese- oder Protolysereaktionen erhalten. Unter Verwendung des größeren Bis(2,6-di-*iso*-propylphenyl)triazenido-Liganden $[N_3Dip_2]^-$ synthetisierten *Hill* et al. parallel zu unseren Arbeiten

die heteroleptischen Calcium- und Strontiumtriazenide $[\text{Ca}(\text{N}_3\text{Dip}_2)\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}(\text{thf})_2]$, $[\text{CaI}(\text{N}_3\text{Dip}_2)(\text{thf})_2]_2$ und $[\text{Sr}(\text{N}_3\text{Dip}_2)\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}(\text{thf})_2]$.²³ Diese Spezies sind jedoch in Hinblick auf Ligandenumverteilungen kinetisch nicht stabil. So konnte aus einer dieser Mischungen der Strontiumkomplex $[\text{Sr}(\text{N}_3\text{Dip}_2)_2(\text{thf})_2]$ isoliert werden, während die homologe Calciumverbindung $[\text{Ca}(\text{N}_3\text{Dip}_2)_2(\text{thf})]$ auf einem anderen Weg erhalten wurde. Die Versuche einen analogen Bariumkomplex zu synthetisieren lieferten statt dessen das heteroleptische Kaliumbariat $[\text{K}(\text{thf})_3\text{Ba}(\text{N}_3\text{Dip}_2)\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2(\text{thf})]$; es weist im festen Zustand eine ungewöhnliche Art der Koordination auf, bei dem sowohl die terminalen als auch die zentralen Stickstoffatome des $[\text{N}_3\text{Dip}_2]$ -Liganden beteiligt sind.

II.5.2 Synthese und Charakterisierung von molekularen Erdalkalimetall- und Europiumtriazeniden

Synthese und Spektroskopie

Die heteroleptischen Pentafluorphenyl-Metalltriazenide $[\text{M}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ ($\text{M} = \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Eu}$), und der THF-Komplex $[\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]$ wurden problemlos nach der von *Hauber, Niemeyer* et al. publizierten Vorschrift erhalten (Schema II.11).¹⁷ Wird allerdings bei der Synthese

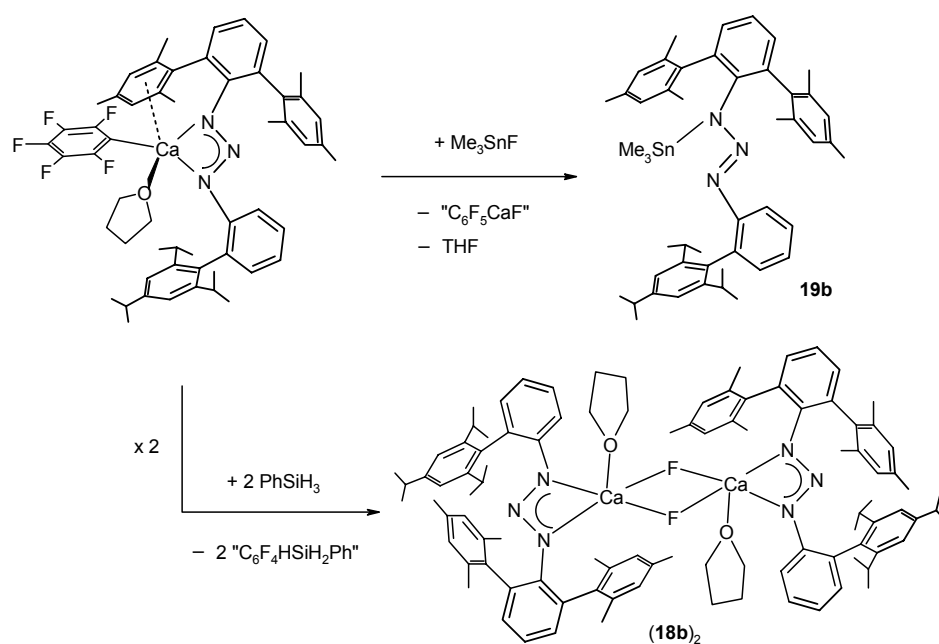


Schema II.11. Synthese der Pentafluorphenyl-Metalltriazenide $[\text{M}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ ($\text{M} = \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Eu}$), sowie der THF-Komplexe $[\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]$ und $[\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})_2]$ (**17a**)

der Calciumverbindung nicht wie in der Originalvorschrift aus reinem *n*-Heptan, sondern aus einer Heptan/THF-Mischung kristallisiert, so bildet sich der neuartige Bis(THF)-Komplex $[\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})_2]$ (**17b**). NMR-spektroskopisch läßt sich in C_6D_6 als Lösungsmittel bis auf den unterschiedlichen THF-Gehalt kein Unterschied zwischen Mono- und Bis(THF)-Komplex feststellen, da offenbar das zweite THF-Molekül in schwach koordinierenden Lösungsmitteln leicht abgegeben wird.

In ersten Versuchen zur Synthese heteroleptischer Triazenidometallfluoride wurden zunächst die Pentafluorphenylverbindungen in hochsiedenden Lösungsmitteln wie *n*-Heptan oder Xylol erhitzt. Bei der Zersetzung des Calciumderivats **17b** zeigt ein im ^{19}F -NMR-Spektrum beobachtetes Singulett bei $-72,3$ ppm die Bildung einer löslichen Spezies mit Ca–F-Bindung an. Im Unterschied dazu wird im ^{19}F -NMR-Spektrum vom jeweiligen Thermolyseprodukt des Strontium- und Bariumpentafluorphenyltriazenids kein entsprechendes Singulett beobachtet. Alle Versuche durch Kristallisation aus derartigen Lösungen eine einheitliche Verbindung zu isolieren waren zunächst erfolglos.

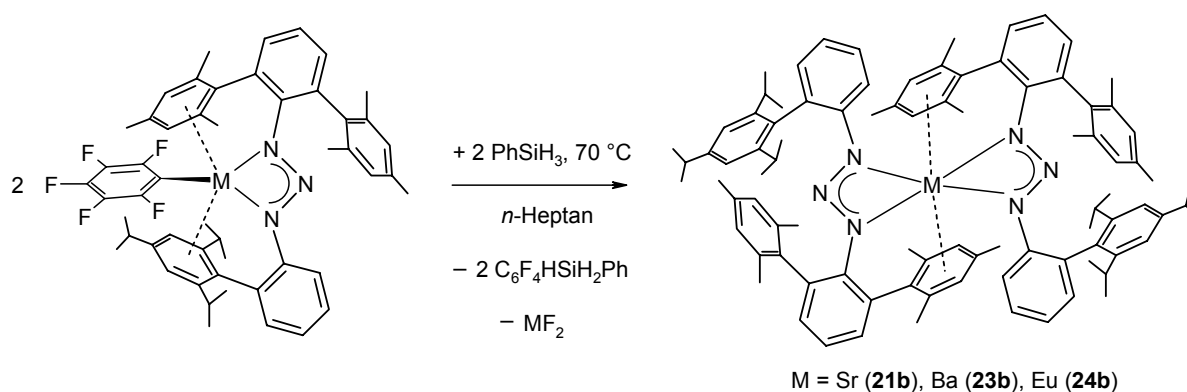
In einem weiteren Versuch zur Synthese eines Triazenido-calciumfluorids wurde **17b** mit dem Fluorid-Transferreagenz¹⁰³ Me_3SnF umgesetzt (Schema II.12). Statt des erhofften Produkts lieferte diese Reaktion in moderater Ausbeute von 58% lediglich das stanniierte Triazen $[\text{Me}_3\text{SnN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$ (**19b**). Letztendlich gelang aber die Isolierung eines CaF–haltigen Komplexes der Zusammensetzung $[\text{CaF}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]$ (**18b**) durch die Verwendung des Hydrid-Transferreagenzes Phenylsilan. Die Synthese von **18b** verläuft möglicherweise über ein intermediär gebildetes heteroleptisches Calciumhydrid " $[\text{CaH}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})_x]$ ", dessen Entstehung wiederum über einen Austausch zwischen dem Si–H- und dem Ca– C_6F_5 -Fragment



Schema II.12. Synthese der Triazenide $[\text{Me}_3\text{SnN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$ (**19b**) und $[\text{CaF}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]_2$ (**18b**)₂

erklärt werden kann. In einem zweiten Schritt reagiert dann das dabei gebildete Silan $\text{PhSiH}_2\text{C}_6\text{F}_5$ mit der Calciumhydrid-Spezies unter Fluorid-Hydrid-Austausch am Pentafluorphenyl-Substituenten zum Produkt **18b**, welches in einer eher mäßigen Ausbeute von 25% isoliert wurde.

Weitet man die Reaktion mit Phenylsilan auf die Pentafluorphenylderivate der schwereren Homologen Strontium und Barium sowie des Europiums aus, so gibt es keinen Hinweis auf die Bildung löslicher Verbindungen mit Metall-Fluor-Bindung. Bei der Aufarbeitung der Ansätze werden statt dessen die homoleptischen Metalltriazenide $[\text{M}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2]$ $\{\text{M} = \text{Sr}$ (**21b**), Ba (**23b**), Eu (**24b**) $\}$ in Ausbeuten zwischen 11 und 51% erhalten (Schema II.13).



Schema II.13. Synthese der homoleptischen Triazenide $[\text{MN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$ $\{\text{M} = \text{Sr}$ (**21b**), Ba (**23b**), Eu (**24b**) $\}$.

Offensichtlich führen Ligandenumverteilungsreaktionen und die Ausfällung der Metalldifluoride zur Bildung der homoleptischen Komplexe. Die relativ niedrigen Ausbeuten sowie die NMR-Spektren der Reaktionsmischungen legen die Anwesenheiten weiterer Produkte aus unterschiedlichen Reaktionspfaden nahe. Bei einem dieser Produkte handelt es sich um das Silan $[\text{H}_2\text{PhSiN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$ (**20b**); es konnte aus der Reaktion zwischen $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ und PhSiH_3 bei 20°C mit einer Ausbeute von 32% in reiner Form isoliert werden.

Eine bemerkenswerte Eigenschaft der homoleptischen Komplexe ist ihre geringe Tendenz zur Koordination zusätzlicher Solvenzmoleküle als σ -Donoren. So blieben etwa Versuche zur Darstellung von Tetrahydrofuran-Komplexen durch Kristallisation aus Heptan/THF-Mischungen erfolglos, es wurden jeweils nur die Ausgangsverbindungen wiedergewonnen. Bei Verwendung des stärkeren chelatisierenden Donors 1,2-Dimethoxymethan gelang aber die Isolierung des Komplexes $[\text{Sr}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}_2(\text{dme})]$ (**22b**).

In den IR-spektroskopisch untersuchten Verbindungen zeigen wie bei den Tph_2N_3 -Derivaten (Abschnitt II.1.3) intensive $\nu_{\text{as}}\text{-N}_3$ -Absorptionsbanden im Bereich von etwa 1150 bis 1320 cm^{-1} unterschiedliche Bindungsmodi der Triazenidoliganden an. So deutet eine ausgeprägte Bande bei

1166 cm⁻¹ (**19b**) und 1140 cm⁻¹ (**20b**) auf eine η¹-Koordination im Trimethylstannyl- und Phenylsilylderivat hin, während sich ein η²-chelatisierender Bindungsmodus im heteroleptischen Calciumtriazenid **17b** und im homoleptischen Europiumtriazenid **24b** durch starke Absorptionen bei 1231 bis 1256 cm⁻¹ (**17b**) und 1283 cm⁻¹ (**24b**) zu erkennen gibt.

Festkörperstrukturen

Von allen Verbindungen konnten für eine Strukturanalyse geeignete Kristalle aus *n*-Heptan, Benzol oder einer *n*-Heptan/THF-Mischung erhalten werden; dabei wird teilweise Kokristallisation des verwendeten Lösungsmittels beobachtet. Angaben zur Datensammlung und zur Strukturverfeinerung sind in Tab. II.14 und II.15 aufgeführt. Abb. II.17 bis II.24 sowie Tab. II.17 zeigen die Molekülstrukturen und wichtige Bindungsparameter.

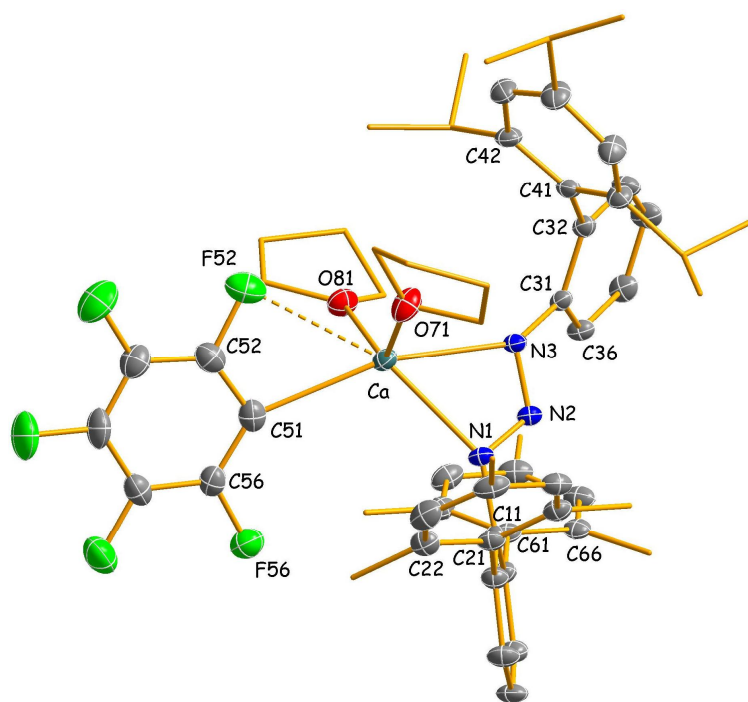


Abb. II.17. Molekülstruktur des heteroleptischen Calciumtriazenids **17b**.^{35,37,38} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome des Triazenids und die Kohlenstoffatome der THF-Moleküle sind stark Größenreduziert dargestellt. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°), Torsionswinkel (°) und Ebenenabstände (Å): Ca–N1 = 2,424(2), Ca–N3 = 2,459(2), Ca···N2 = 2,889(2), Ca–C51 = 2,563(4), Ca–O71 = 2,309(2), Ca–O81 = 2,375(2), Ca···F52 = 2,940(3), N1–N2 = 1,318(3), N2–N3 = 1,322(3), N1–C11 = 1,424(3), N3–C31 = 1,419(4), O71–Ca–O81 = 128,60(9), O71–Ca–N1 = 104,68(8), O81–Ca–N1 = 117,13(8), O71–Ca–N3 = 94,83(9), O81–Ca–N3 = 87,88(8), N1–Ca–N3 = 53,19(8), O71–Ca–C51 = 101,68(11), O81–Ca–C51 = 89,08(10), N1–Ca–C51 = 112,63(11), N3–Ca–C51 = 161,01(10), O71–Ca···N2 = 105,80(8), O81–Ca···N2 = 99,47(8), C51–Ca···N2 = 136,04(10), N2–N1–C11–C16 = –51,0(4), N2–N3–C31–C36 = 35,6(4), Ca/N1N2N3 = 0,743.

Struktur des Calciumtriazenids [Ca(C₆F₅){N₃(Dmp)Tph}(thf)₂] (17b)

Die Verbindung kristallisiert monomer in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ (Abb. II.17). Das Calciumatom ist durch das *ipso*-Kohlenstoffatom C51 des Pentafluorphenyl-Substituenten, die beiden äußeren Stickstoffatome N1 und N3 des Triazenids und zwei Sauerstoffatome O71 und O81 der THF-Moleküle fünffach koordiniert, wobei wegen des kleinen Bißwinkels des Triazenids (N1–Ca–N3 53,19(8)°) kein reguläres Koordinationspolyeder zugeordnet werden kann. Weist man dem Triazenidoliganden alternativ nur eine Koordinationsstelle — repräsentiert durch das zentrale Stickstoffatom N2 — zu, so besitzt das Metallatom eine verzerrt tetraedrische Umgebung mit einer allerdings beträchtlichen Variation der Interligandwinkel zwischen 89,08(10)° für O81–Ca–C51 und 136,04° für C51–Ca···N2. Die mittlere Ca–N-Bindungslänge ist mit 2,442(2) Å praktisch identisch zum entsprechenden Wert von 2,434(6) Å im Mono(THF)-Komplex. In letzterem Komplex liegen jedoch jeweils signifikant kürzere Ca–C- und Ca–O-Abstände von 2,499(11) Å und 2,308(5) Å vor; die entsprechenden Werte in **17b** sind aufgrund der höheren Koordinationszahl des Calciums mit 2,563(4) Å und 2,342(2) Å deutlich größer. In einer Reihe von Arylcalcium-Verbindungen, die in den letzten Jahren vor allem in der Arbeitsgruppe *Westerhausen* strukturell charakterisiert worden sind, werden in Abhängigkeit von der Koordinationszahl des Calciumatoms von sechs oder sieben und der Bindungsweise des Arylsubstituenten Ca–C-Bindungslängen zwischen 2,53 Å und 2,78 Å beobachtet (Tab. II.16).¹⁰⁴

Tabelle II.16. Ca–C-Bindungslängen [Å] in Arylcalciumverbindungen^a

Verbindung	CN(Ca)	Ca–C	Lit.
[Ca(C ₆ F ₅){N ₃ (Dmp)Tph}(thf)]	4	2,499(11)	17
[Ca(C ₆ F ₅){N ₃ (Dmp)Tph}(thf) ₂] (17b)	5	2,563(4)	diese Arbeit
[PhCaI(thf) ₄]	6	2,574(7)	104c
[PhCaBr(thf) ₄]	6	2,583(3)	104c
[TolCaI(thf) ₄]	6	2,556(5)	104c
[MesCaI(thf) ₄]	6	2,574(4)	104c
[NaphCaI(thf) ₄]	6	2,552(6)	104e
[{NaphCa(μ-Br)(thf) ₃ } ₂]	6	2,528(4)	104f
[(thf) ₃ Ca(μ-Ph) ₃ Ca(thf) ₃] ⁺ [CuPh ₂] ⁻	6	2,605(3)–2,625 {2,614}	104d
[{(thf) ₂ Ca(μ-Ph)Br} ₃ MgO]	6	2,779(5)	104d
[Ca ₄ (μ ₄ -O)(μ-Ph) ₃ (μ-I) ₃ (thf) ₇]	6	{2,57}	104b
[PhCaI(thf)(dme) ₂]	7	2,621(5)	104c
[Ca ₄ (μ ₄ -O)(μ-2,6-Me ₂ C ₆ H ₃) ₃]	7	2,716(4)–2,785(4) {2,749}	104a

^a Mittelwerte stehen in geschweiften Klammern.

Tabelle II.14. Ausgewählte kristallographische Daten der Metalltriazenide **17b** bis **20b**

	17b	18b	19b	20b
Formel	C ₅₉ H ₆₈ CaF ₅ N ₃ O ₂	C ₁₀₅ H ₁₃₆ Ca ₂ F ₂ N ₆ O ₂	C ₄₈ H ₆₁ N ₃ Sn	C ₅₁ H ₅₉ N ₃ Si
Molare Masse	986,24	1632,36	798,69	742,10
Farbe, Habitus	blaßgelb, Prisma	blaßgelb, Prisma	blaßgelb, lattenförmig	blaßgelb, Block
Kristallgröße (mm)	0,60 × 0,40 × 0,40	0,60 × 0,45 × 0,25	0,40 × 0,15 × 0,08	0,65 × 0,50 × 0,40
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$	triklin, $P\bar{1}$	monoklin, $P2_1/c$
<i>a</i> (Å)	12,036(3)	12,9660(19)	8,990(2)	21,146(4)
<i>b</i> (Å)	12,574(2)	16,105(3)	12,330(2)	9,602(2)
<i>c</i> (Å)	22,096(5)	27,354(5)	21,602(5)	23,158(4)
α (°)	90,432(12)	73,021(14)	84,040(14)	90
β (°)	100,476(14)	80,722(14)	86,959(16)	108,222(12)
γ (°)	117,464(14)	75,087(12)	68,933(14)	90
<i>V</i> (Å ³)	2901,6(11)	5256,0(15)	2222,2(9)	4466,0(14)
<i>Z</i>	2	2	2	4
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,129	1,031	1,194	1,104
μ (mm ⁻¹)	0,165	0,158	0,608	0,089
2 θ -Meßbereich (°)	4–50	4–46	4–50	4–54
Gesammelte Reflexe	10586	15034	8282	9977
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	10072/0,122	14289/0,047	7745/0,054	9711/0,052
Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$ (<i>N</i> _o)	6270	6940	4482	5294
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	675/5	1077/28	484/0	530/2
<i>R</i> 1 ($I > 2\sigma(I)$) ^b	0,069	0,065	0,056	0,057
<i>wR</i> 2 (all data) ^c	0,194	0,168	0,124	0,154
GOF ^d	0,910	0,809	0,829	0,850
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,68/–0,59	0,56/–0,53	0,83/–0,80	0,57/–0,47

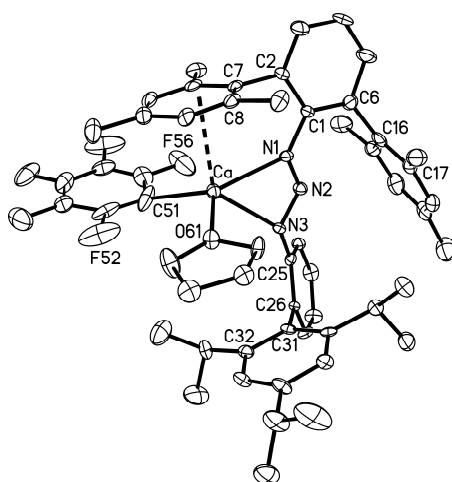
^a Messtemperatur –100°C jeweils mit MoK α -Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil, S. 100.

Tabelle II.15. Ausgewählte kristallographische Daten der Metalltriazenide **21b** bis **24b**

	21b · (C ₆ H ₆) _{1,5}	22b · (C ₇ H ₁₆)	23b	24b · (C ₇ H ₁₆)
Formel	C ₉₉ H ₁₁₃ N ₆ Sr	C ₁₀₁ H ₁₃₀ N ₆ O ₂ Sr	C ₉₀ H ₁₀₄ BaN ₆	C ₉₇ H ₁₂₀ N ₆ Eu
Molare Masse	1474,57	1547,73 [1447,53] ^e	1407,14	1521,95 [1421,75] ^e
Farbe, Habitus	gelb, Prisma	gelb, Prisma	gelb, Prisma	orange, Prisma
Kristallgröße (mm)	0,75 × 0,50 × 0,45	0,35 × 0,20 × 0,15	0,30 × 0,15 × 0,10	0,50 × 0,35 × 0,35
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, <i>P2₁/c</i>	orthorhombisch, <i>Pccn</i>	monoklin, <i>C2/c</i>	monoklin, <i>P2₁/c</i>
<i>a</i> (Å)	14,450(4)	15,1920(19)	26,840(4)	14,348(3)
<i>b</i> (Å)	23,779(4)	21,588(2)	16,452(2)	24,251(4)
<i>c</i> (Å)	24,628(5)	26,639(4)	19,209(3)	24,394(3)
α (°)	90	90	90	90
β (°)	95,356(18)	90	113,820(11)	96,046(12)
γ (°)	90	90	90	90
<i>V</i> (Å ³)	8425(3)	8736,7(19)	7759,6(19)	8441(2)
<i>Z</i>	4	4	4	4
Berechnete Dichte (g/cm ³)	1,163	1,177 [1,101] ^e	1,204	1,198 [1,119] ^e
μ (mm ⁻¹)	0,690	0,670 [0,665] ^e	0,560	0,792 [0,787] ^e
2θ-Meßbereich (°)	4–50	5–48	4–48	3–52
Gesammelte Reflexe	15903	6945	6179	17238
Zur Verfeinerung benutzte Reflexe/ <i>R</i> _{int}	14832/0,032	6828/0,043	6037/0,056	16557/0,039
Reflexe mit <i>I</i> > 2σ(<i>I</i>) (<i>N</i> ₀)	7812	2672	3231	11251
Anzahl Parameter (<i>N</i> _p)/Anzahl Restraints	979/0	478/2	474/6	903/0
<i>R</i> 1 (<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)) ^b	0,055	0,061	0,048	0,035
<i>wR</i> 2 (all data) ^c	0,127	0,158	0,087	0,083
GOF ^d	0,838	0,734	0,663	0,849
Max. und min. Differenzelektronendichte (e/Å ³)	0,47/–0,62	0,49/–0,50	0,44/–0,83	0,75/–0,50

^a Messtemperatur –100°C jeweils mit MoKα-Strahlung (0,71073 Å); ^{b-d} siehe Exp. Teil, S. 100; ^e Bei Werten in eckigen Klammern sind Beiträge von kokristallisierten Solvens-Molekülen nicht berücksichtigt (siehe Anhang).

Wie bereits im Überblick erwähnt, wäre ein plausibler Reaktionspfad für die Zersetzung von Metallpentafluorphenylen ein Fluoridtransfer unter Eliminierung von Tetrafluorarin. In einem ersten Schritt müsste es dabei zu einem ein kurzen Kontakt zwischen dem Metallatom und einem der *ortho*-C₆F₅-Fluoratome kommen. Im schon länger bekannten Mono(thf)-Komplexe [Ca(C₆F₅){N₃(Dmp)Tph}(thf)] (Schema II.14) führt allerdings eine zusätzliche Metall- π -Aren-Wechselwirkung zu einem der Mesitylringe des Terphenylsubstituenten, die NMR-spektroskopischen Befunden zufolge auch in Lösung vorliegt, zu einer kinetischen Stabilisierung der Verbindung. Durch diese Abschirmung werden keine besonders kurzen Calcium-Fluor-Kontakte (Ca \cdots F > 3,41 Å) beobachtet.¹⁷ In der Festkörperstruktur des Bis(THF)-Komplexes tritt hingegen ein relativ kurzer Ca \cdots F52-Kontakt von 2,940(3) Å auf. Er wird von deutlich unterschiedlichen Winkeln Ca–C51–C52 (105,2(3)°) und Ca–C51–C56 (141,6(3)°) begleitet; auch die Bindung C52–F52 ist gegenüber Werten von 1,352(4)–1,376(4) Å für die Abstände C5_n–F5_n [*n* = 3–6]) auf 1,401(4) Å verlängert.



Schema II.14. Molekülstruktur des bereits früher¹⁷ von *Hauber* und *Niemeyer* beschriebenen Mono(THF)-Komplexes [Ca(C₆F₅){N₃(Dmp)Tph}(thf)].

Struktur des Calciumkomplexes [CaF{N₃(Dmp)Tph}(thf)] (18b)

Die Molekülstruktur der in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ kristallisierenden Verbindung **18b** weist Fluorid-verbrückte Dimere auf (Abb. II.18). Eine näherungsweise vorhandene C₂-Symmetrie mit einer zweizähligen Drehachse durch die beiden Fluoratome wird unter anderem durch unterschiedliche Metall-Aren-Wechselwirkungen durchbrochen. Die beiden Calciumatome mit jeweils der Koordinationszahl fünf sind an zwei Stickstoffatome des η^2 -gebundenen Triazenido-Liganden, das Sauerstoffatom eines Tetrahydrofuran-Moleküls und zwei Fluoratome koordiniert. Zusätzlich werden schwache Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen zu jeweils einem Mesitylring der Terphenylsubstituenten beobachtet. Das Calciumatom Ca1 zeigt eine η^3 -Wechselwirkung zu den

Kohlenstoffatomen C21, C22 und C23 mit Ca \cdots C-Abständen im Bereich von 3,199(4) bis 3,365(4) Å während, das zweite Calciumatom Ca2 nur einen η^1 -Kontakt von 3,221(4) Å zum Kohlenstoffatom C76 aufweist. Ordnet man den Triazenido-Liganden nur jeweils eine Koordinationsstelle, symbolisiert durch das zentrale Stickstoffatom N2 oder N5, zu und berücksichtigt die zusätzlichen Metall $\cdots\pi$ -Aren-Wechselwirkungen, in Abb.II mit X3 bezeichnet, so liegt beide Male eine verzerrt trigonal-bipyramidale Koordination vor. Die axialen Positionen an Ca1 werden durch die Atome F1 und O1 bzw. an Ca2 durch F1 und O2 eingenommen. Die Ca–F-Abstände liegen mit Werten von 2,157(3) bis 2,211(3) Å (MW 2,184 Å) nahe bei den entsprechenden Werten der β -Diketiminat-

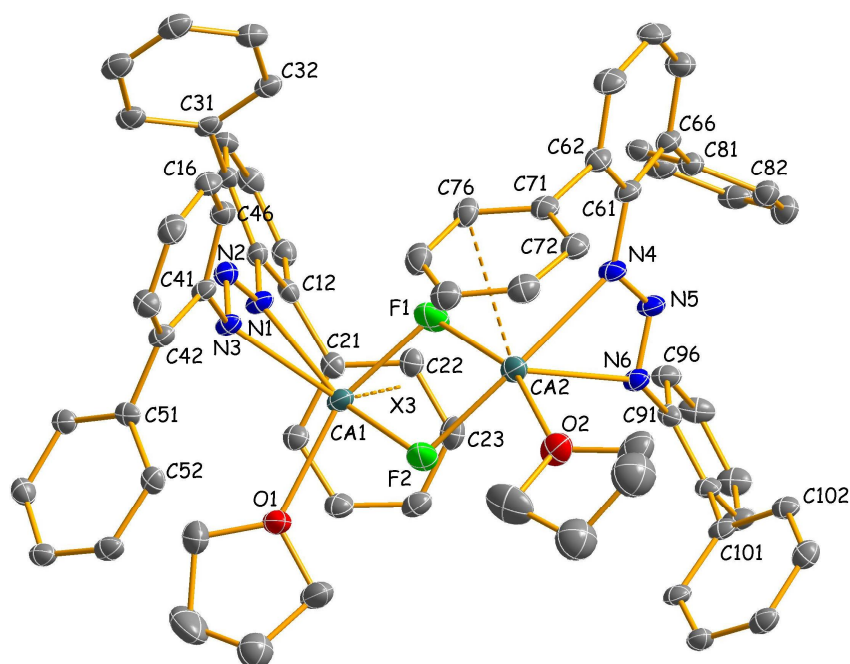


Abb. II.18. Molekülstruktur des heteroleptischen Komplexes **18b**.^{35,37,38} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome des Triazenidoliganden sind der besseren Übersicht halber nicht dargestellt. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°), Torsionswinkel (°) und Ebenenabstände (Å): Ca1–F1 = 2,157(3), Ca1–F2 = 2,211(3), Ca2–F1 = 2,173(3), Ca2–F2 = 2,194(3), Ca1–N1 = 2,431(3), Ca1–N3 = 2,528(3), Ca2–N4 = 2,427(3), Ca2–N6 = 2,511(3), Ca1–O1 = 2,369(3), Ca2–O2 = 2,354(3), Ca1 \cdots C21 = 3,253(4), Ca1 \cdots C22 = 3,199(4), Ca1 \cdots C23 = 3,365(4), Ca2 \cdots C76 = 3,221(4), N1–C11 = 1,396(5), N3–C41 = 1,425(5), N4–C61 = 1,395(5), N6–C91 = 1,433(5), N1–Ca1–N3 = 51,86(11), N4–Ca2–N6 = 52,19(11), F1–Ca1–F2 = 73,97(10), F1–Ca2–F2 = 73,99(10), F1–Ca1–O1 = 157,94(12), F1–Ca2–O2 = 157,17(11), F2–Ca1–O1 = 84,66(11), F2–Ca2–O2 = 86,47(12), F1–Ca1 \cdots N2 = 89,60(11), F1–Ca2 \cdots N5 = 94,71(10), F2–Ca1 \cdots N2 = 138,17(12), F2–Ca2 \cdots N5 = 140,48(12), O1–Ca1 \cdots N2 = 110,43(11), O2–Ca2 \cdots N5 = 107,96(11), F1–Ca1 \cdots X3 = 82,4, F2–Ca1 \cdots X3 = 115,1, O1–Ca1 \cdots X3 = 102,3, N2 \cdots Ca1 \cdots X3 = 99,9, F1–Ca2 \cdots C76 = 77,89(12), F2–Ca2 \cdots C76 = 117,19(12), O2–Ca2 \cdots C76 = 101,55(12), N5 \cdots Ca2 \cdots C76 = 96,24(11), N2–N1–C11–C16 = 3,9(6), N2–N3–C41–C46 = –37,7(5), N5–N4–C61–C66 = 12,6(7), N5–N6–C91–C96 = –40,9(5), Ca1/N1N2N3 = 0,892, Ca2/N4N5N6 = 0,774. X3 bezeichnet das Zentrum des durch die Atome C21, C22 und C23 gebildeten Dreiecks.

komplexierten Calciumfluoride [$\{L\text{CaF}(\text{thf})\}_2$] ($L = \text{CH}\{(\text{CMe})(2,6\text{-}i\text{Pr}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{N})\}_2$; MW 2,180(2) Å)⁹⁹ und [$\{L'\text{CaF}(\text{thf})\}_2$] ($L' = \text{CH}\{(\text{CF}_3)(2,6\text{-}i\text{Pr}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{N})\}_2$; MW 2,177(2) Å).¹⁰⁰

Die mittlere Ca–N-Bindungslänge entspricht mit 2,434 Å dem Vergleichswert von 2,432 Å im partiell fluorierten β -Diketiminat-Komplexe [$\{L'\text{CaF}(\text{thf})\}_2$],¹⁰⁰ ist aber deutlich größer als im unfluorierten Derivat [$\{L\text{CaF}(\text{thf})\}_2$].⁹⁹ Dieser Unterschied steht mit dem unterschiedlichen Donorcharakter dieser Liganden in Einklang. Die unterschiedliche Ausrichtung der Aryl-Substituenten in Bezug auf die zentrale NNN-Ebene des Triazenido-Liganden wird durch die entsprechenden NNCC-Torsionswinkel verdeutlicht. So weisen die beiden Terphenylreste eine nahezu koplanare Anordnung ($\text{N}2\text{--}\text{N}1\text{--}\text{C}11\text{--}\text{C}16 = 3,9(6)^\circ$, $\text{N}5\text{--}\text{N}4\text{--}\text{C}61\text{--}\text{C}66 = 12,6(7)^\circ$) auf, während die Biphenylreste gegenüber dieser Ebene deutlich gekippt sind ($\text{N}2\text{--}\text{N}3\text{--}\text{C}41\text{--}\text{C}46 = -37,7(5)^\circ$, $\text{N}5\text{--}\text{N}6\text{--}\text{C}91\text{--}\text{C}96 = -40,9(5)^\circ$). Diese unterschiedliche Konformation führt zu signifikant unterschiedlichen N–C_{ipso}-Bindungslängen ($\text{N}1\text{--}\text{C}11 = 1,396(5)\text{Å}$ und $\text{N}4\text{--}\text{C}61 = 1,395(5)\text{Å}$ vs. $\text{N}3\text{--}\text{C}41 = 1,425(5)\text{Å}$ und $\text{N}6\text{--}\text{C}91 = 1,433(5)\text{Å}$) und trägt wohl zur asymmetrischen Ca–N-Koordination ($\text{Ca}1\text{--}\text{N}1 = 2,431(3)\text{Å}$ und $\text{Ca}2\text{--}\text{N}4 = 2,427(3)\text{Å}$ vs. $\text{Ca}1\text{--}\text{N}3 = 2,528(3)\text{Å}$ und $\text{Ca}2\text{--}\text{N}6 = 2,511(3)\text{Å}$) bei.

Abschließend sei festgestellt, daß Interligandwechselwirkungen in der Molekülstruktur von **18b** zusammen mit dem überwiegend ionischen, ungerichteten Charakter der Calcium-Ligand-Bindungen zu einer deutlichen Auslenkung der Metallatome Ca1 und Ca2 aus der NNN-Ebene der Triazenido-Liganden mit 0,892 Å bzw. 0,774 Å führen.

*Strukturen der stannylierten und silylierten Triazene [$\text{Me}_3\text{Sn}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}$] (**19b**) und [$\text{PhH}_2\text{Si}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}$] (**20b**)*

Die monomeren Komplexe **19b** (Abb. II.19) und **20b** (Abb. II.20) kristallisieren ohne zusätzliche Symmetrie in den Raumgruppen $P\bar{1}$ und $P2_1/c$. In beiden Verbindungen liegt der Triazenido-Ligand als einzähniger Donor vor; er ist über das terphenylsubstituierte Stickstoffatom N1 an das Tetrelan-fragment koordiniert. Die Bevorzugung des Atoms N1 hat vermutlich sterische Gründe, da eine Koordination über das biphenylsubstituierte Stickstoffatom N3 zu stärkeren Abstoßungen zwischen den *iso*-Propyl-Gruppen und dem SnMe₃ bzw. SiH₂Ph-Fragment führen würde. Durch die unterschiedliche Größe der Liganden kommt es zu deutlichen Verzerrungen von der erwarteten tetraedrischen Koordination am Zinn- und Siliciumatom, wie dies an dem zu 119,4(3)° bzw. 119,01(10)° bestimmten Winkeln C51–Sn–C52 und N1–Si–C71 zu erkennen ist. Die η^1 -Koordination der Triazenido-Liganden führt zu lokalisierten N–N und N=N-Bindungen; dies verdeutlichen

entsprechende Stickstoff-Stickstoff-Abstände von 1,340(5) (**19b**) bzw. 1,364(2) Å (**20b**) für N1–N2 und 1,289(5) Å (**19b**) bzw. 1,266(2) Å (**20b**) für N2=N3.

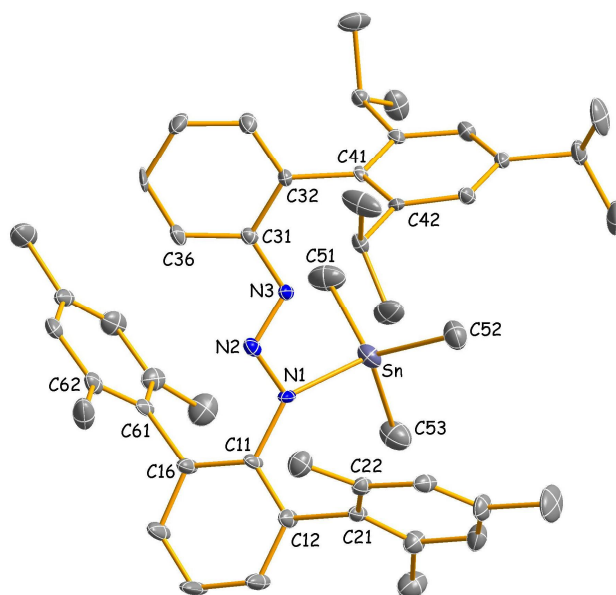


Abb. II.19. Molekülstruktur des Stannyltriazenids **19b**.^{35,37} Charakteristische Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Sn–N1 = 2,145(4), Sn–C51 = 2,118(7), Sn–C52 = 2,124(6), Sn–C53 = 2,145(6), N1–N2 = 1,340(5), N2–N3 = 1,289(5), N1–C11 = 1,457(6), N3–C31 = 1,418(6), C51–Sn–C52 = 119,4(3), C51–Sn–C53 = 106,1(3), C52–Sn–C53 = 108,5(3), C51–Sn–N1 = 104,9(2), C52–Sn–N1 = 112,3(2), C53–Sn–N1 = 104,6(2), N2–N1–C11–C16 = 53,9(6), N2–N3–C31–C36 = –23,5(7).

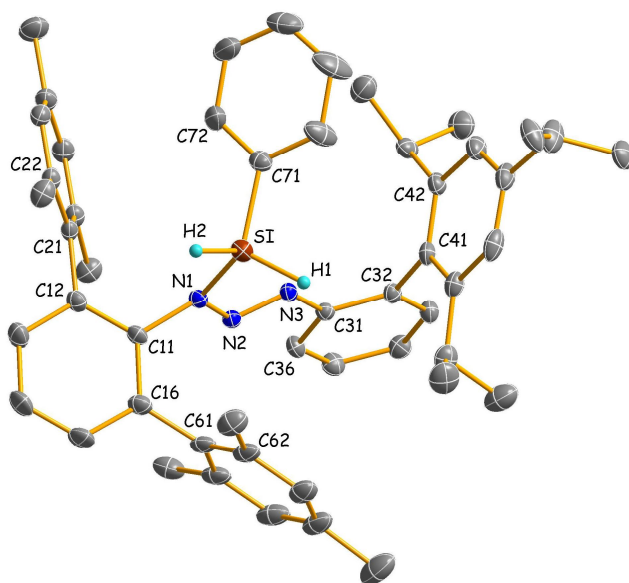
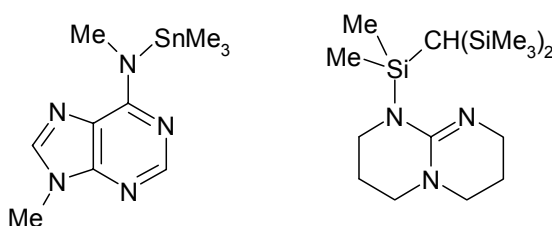


Abb. II.20. Molekülstruktur des Silyltriazenids **20b**.³⁵ Wasserstoffatome sind mit Ausnahme der SiH-Atome nicht eingezeichnet. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°) und Torsionswinkel (°): Si–N1 = 1,7828(19), Si–C71 = 1,862(2), Si–H1 = 1,45(3), Si–H2 = 1,41(2), N1–N2 = 1,364(2), N2–N3 = 1,266(2), N1–C11 = 1,453(3), N3–C31 = 1,436(3), N1–Si–C71 = 119,01(10), N1–Si–H1 = 112,0(11), C71–Si–H1 = 107,8(11), N1–Si–H2 = 100,8(10), C71–Si–H2 = 106,6(10), H1–Si–H2 = 110,2(14), N2–N1–C11–C16 = 62,1(3), N2–N3–C31–C36 = 11,2(3).

Die Abstände Sn–N1 und Si–N1 liegen mit Werten von 2,145(4) Å und 1,7828(19) Å, unter Berücksichtigung des schwachen Donorcharakters des Triazenido-Liganden im zu erwartenden Bereich, allerdings handelt es sich bei den Verbindungen **19b** und **20b** um die ersten Vertreter strukturell charakterisierter Zinn(IV)- und Silicium(IV)-Triazenide, so dass keine direkten Vergleichsverbindungen bekannt sind. Im kürzlich von *Damian* im Rahmen einer Staatsexamensarbeit¹⁰⁵ untersuchten Zinn(II)triazenid [Sn(Bttsa)(N₃Tph₂)] liegt ein η²-chelatisierender Bindungsmodus des Triazenido-Liganden mit Sn–N-Abständen von 2,2883(17) Å und 2,3165(19) Å vor. Zwei zu **19b** und **20b** verwandte Sn(IV)- und Si(IV)-Verbindungen, ein Adenin-¹⁰⁶ sowie ein Guanidin-Derivat,¹⁰⁷ sind in Schema II.14 abgebildet. Hier beträgt der Sn–N-Abstand 2,090(4) Å, der Si–N-Abstand 1,772(2) Å.



Schema II.14. Sn(IV)- und Si(IV)-Vergleichsverbindungen mit Bezug zu **19b** und **20b**.

*Molekülstrukturen der homoleptischen Triazenide [M{N₃(Dmp)Tph}₂] {M = Sr (**21b**), Ba (**23b**), Eu (**24b**)} und des Komplexes [Sr{N₃(Dmp)Tph}₂(dme)] (**22b**)*

Gelbe und orangefarbene, für eine Einkristallstrukturanalyse geeignete Kristalle der Komplexe [Sr{N₃(Dmp)Tph}₂] (**21b**) und [Eu{N₃(Dmp)Tph}₂] (**24b**) wurden aus einer gesättigten *n*-Heptan/Benzol-Mischung bzw. aus einer *n*-Heptan-Lösung bei Zimmertemperatur bzw. bei –20 °C erhalten. Wegen der nur geringfügig differierenden Ionenradien der M²⁺ Kationen (Sr 1,18 Å; Eu 1,17 Å; für CN 6)⁵⁸ ist nicht allzu überraschend, daß beide Komplexe isomorph zueinander in der monoklinen Raumgruppe *P*2₁/*c* kristallisieren (Tab. II 15). Sie unterscheiden sich allerdings in der Art der in Hohlräume der Struktur eingelagerten Solvensmoleküle; es werden jedoch keine signifikanten Wechselwirkungen zwischen den Metallatomen und diesen kokristallisierenden Benzol- oder *n*-Heptan-Molekülen beobachtet. Die Abbildungen II.21 und II.22 zeigen die Molekülstrukturen von **21b** und **24b**, wichtige Bindungsparameter sind in Tabelle II.17 zusammengestellt.

Die monomeren Komplexe weisen keine zusätzliche Pseudosymmetrie auf; die Metallatome zeigen in erster Näherung eine Koordinationszahl von vier. Die Metall-Stickstoff-Abstände zu den η²-*N,N*-chelatisierend gebundenen Triazenido-Liganden liegen im Bereich von 2,571(3) bis 2,677(3) Å (MW 2,619 Å) bei **21b** und von 2,571(2) bis 2,676(2) Å (MW 2,622 Å) für **24b**. Damit sind sie länger als die entsprechenden Bindungen in den Pentafluorphenyl-Prekursoren (Sr²⁺: 2,562 Å;¹⁷

Eu²⁺: 2,548 Å)¹⁹ und in einigen verwandten homoleptischen β -Diketiminato- (Sr²⁺: 2,510 Å,¹⁰⁸ 2,487 Å und 2,495 Å¹⁰⁹) und Guanidino-Komplexen (Sr²⁺: 2,538 Å und 2,566 Å für die terminalen Sr–N-Abstände in zwei Dimeren;¹¹⁰ Eu²⁺: 2,540 Å^{111a}) und spiegeln damit den unterschiedlichen Donorcharakter dieser Liganden wider. Mit Werten von 1,324(4) bis 1,335(4) Å bei **21b** und von 1,314(3) bis 1,321(3) Å bei **24b** weisen die N–N-Abstände der Triazenido-Liganden auf das Vorliegen delokaliserter Bindungen hin.

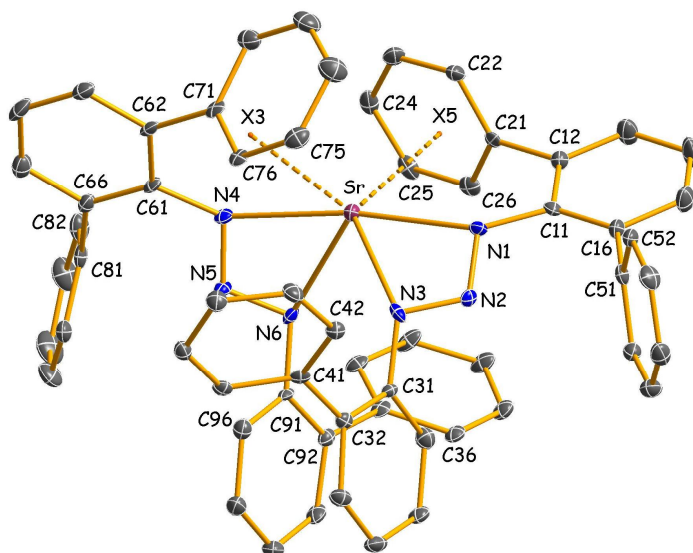


Abb. II.21. Molekülstruktur des homoleptischen Strontiumtriazenids **21b**.^{35,37,39} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome sind der besseren Übersicht halber nicht dargestellt. Wichtige Bindungsparameter sind in Tab. II.17 zusammengestellt.

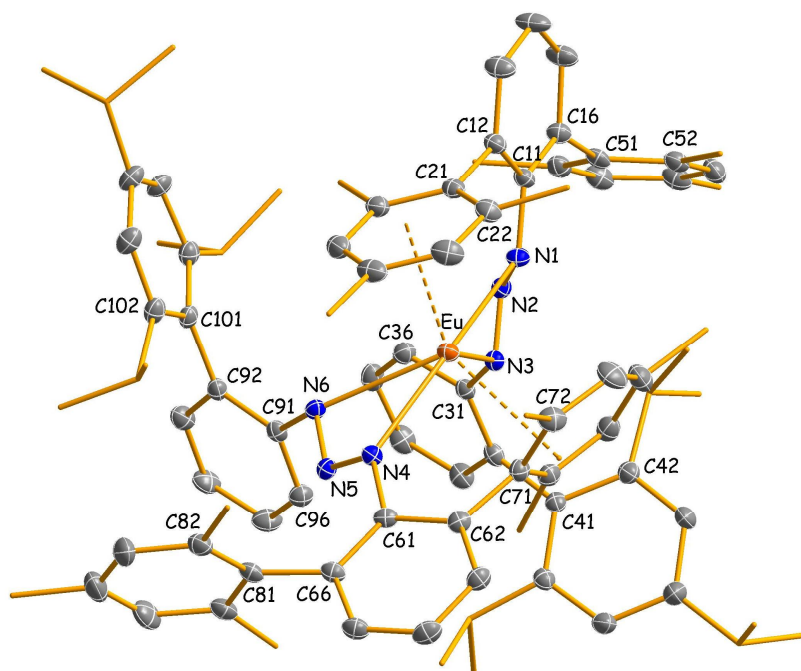


Abb. II.22. Molekülstruktur des homoleptischen Europiumtriazenids **24b**.^{35,37} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome des Triazenidoliganden sind der besseren Übersicht halber stark größenreduziert dargestellt. Charakteristische Bindungsparameter finden sich in Tab. II.17.

Tabelle II.16. Wichtige Bindungslängen (Å), -winkel (°), Torsionswinkel (°) und Ebenenabstände (Å) für die homoleptischen Triazenide **21b** and **24b**.^{a,b}

	M = Sr (21b)	M = Eu (23b)
M–N1	2,578(3)	2,581(2)
M–N3	2,677(3)	2,676(2)
M–N4	2,571(3)	2,571(2)
M–N6	2,650(3) {2,619}	2,659(2) {2,622}
M···N2	3,043(3)	3,028(2)
M···N5	3,028(3) {3,036}	3,020(2) {3,024}
N1–N2	1,327(4)	1,314(3)
N2–N3	1,324(4)	1,321(3)
N4–N5	1,328(4)	1,317(3)
N5–N6	1,335(4) {1,329}	1,320(3) {1,318}
N1–C11	1,431(5)	1,425(3)
N3–C31	1,453(4)	1,440(3)
M···C21	3,051(4)	3,025(3)
M···C22	3,261(4)	3,250(3)
M···C23	3,347(4)	3,339(3)
M···C24	3,311(4)	3,298(3)
M···C25	3,126(4)	3,086(3)
M···C26	3,011(4)	2,946(3)
M···C71	3,241(4)	3,218(3)
M···C72	3,737(4)	3,720(3)
M···C73	3,920(5)	3,918(4)
M···C74	3,717(5)	3,699(4)
M···C75	3,229(4)	3,201(3)
M···C76	2,980(4)	2,947(3)
η^n/η^m ^c	η^5/η^3	η^5/η^3
M···X5	2,839	2,803
M···X3	2,974	2,944
X5···M···X3	120,6	121,5
N2···M···N5	122,2	122,4
N1–M–N3	49,24(9)	49,03(7)
N4–M–N6	50,03(9)	49,61(7)
N1–N2–N3	111,5(3)	111,9(2)
N4–N5–N6	112,0(3)	112,7(2)
N2–N1–C11–C16	–40,9(5)	–41,9(4)
N2–N3–C31–C36	–45,9(4)	–45,6(3)
N5–N4–C61–C66	–38,4(5)	–40,2(4)
N5–N6–C91–C96	–44,9(4)	–44,5(3)
M/N1–N2–N3 und M/N4–N5–N6 ^d	1,291 und 1,217	1,352 und 1,241

^a Mittelwerte stehen in geschweiften Klammern; ^b Zentroide der Arenringe mit X5 für (C21, C22, C24, C25, C26) und X3 für (C71, C75, C76); ^c Haptizität der Arenringe; ^d Abstand der Metallatome von der NNN-Ebene.

Ein besonderes Merkmal in den Festkörperstrukturen von **21b** und **24b** ist die Anwesenheit zusätzlicher Metall \cdots (π -Aren)-Kontakte zu den flankierenden Arylresten, sie sorgen für eine sterische und elektronische Absättigung der Metallkationen. In beiden Verbindungen **21b** und $\mathbf{24b}$ wechselwirkt das Metallion mit den Mesitylringen der Terphenylsubstituenten in einem η^5/η^3 -Bindungsmodus mit M \cdots C-Abständen im Bereich von 3,011(4) bis 3,311(4) Å bzw. von 2,946(3) bis 3,298(3) Å für (C21, C22, C24 \rightarrow C26) sowie von 2,980(4) bis 3,241(4) Å bzw. von 2,947(3) bis 3,218(3) Å für (C71, C75, C76). Die Zuordnung der Haptizitäten zu den Metall-(π -Aren)-Wechselwirkungen basiert dabei, wie schon zuvor in Kapitel II.2.2 (S. 43–45) erläutert, auf der Bestimmung der kürzesten Metall \cdots Centroid-Abstände.

Unter Berücksichtigung dieser zusätzlichen Wechselwirkungen ergibt sich für die beiden Metallatome von **21b** und **24b** eine verzerrt tetraedrische Koordination durch zwei Triazenido-Liganden und zwei Arenringe. Diese zeichnet sich durch die Winkel N2 \cdots M \cdots N5 von 122,2° bzw. 122,4°, X5 \cdots M \cdots X3 von 120,6° bzw. 121,5° und N2/N5 \cdots M \cdots X5/X3 von 91,0 bis 111,5° bzw. 91,4 bis 110,5° aus. Dabei stellen X5 und X3 die Centroide der koordinierten Arenringe dar und den zweizähligen Triazenido-Liganden wird nur jeweils eine Koordinationsstelle, repräsentiert durch die zentralen Stickstoffatome N2 oder N5, zugewiesen.

Ein weiterer bemerkenswerter Aspekt in den Molekülstrukturen von **21b** und **24b** ist die starke Auslenkung der Metallatome aus den beiden NNN-Ebenen (N1N2N3 1,291 Å [**21b**], 1,352 Å [**24b**]; N4N5N6 1,217 Å [**21b**], 1,241 Å [**24b**]). Beide NNN-Ebenen sind zudem entgegen den Erwartungen nicht senkrecht zueinander orientiert, sondern weisen eine näherungsweise koplanare Anordnung auf — abzulesen an den Winkeln zwischen den Ebenennormalen von 26,9° (**21b**) und 24,4° (**24b**). Durch diese Anordnung werden wohl einerseits die Metall-(π -Aren)-Bindungen maximiert und andererseits Abstoßungen zwischen den Substituenten der Liganden minimiert.

Die Molekülstruktur des blaßgelben Komplexes [Sr{N₃(Dmp)Tph}₂(dme)] (**22b**) ist zusammen mit charakteristischen Bindungsparametern in Abb.II.22 dargestellt. Eine zweizählige Achse verläuft durch das Strontiumatom und teilt das koordinierende DME-Molekül in zwei symmetrieabhängige Hälften. Das Strontiumatom besitzt eine stark verzerrt oktaedrische Koordination, in der die terminalen Stickstoffatome der beiden Triazenido-Liganden N1, N3 sowie N1', N3' und die Sauerstoffatome O52 und O52' des DME-Moleküls jeweils eine *cis*-Position einnehmen müssen. Die Anwesenheit zweier Liganden mit kleinem "Biß" und entsprechend spitzen Winkeln von 48,11(13)° für N1–Sr–N3 und 66,06(17)° für O52–Sr–O52' sowie Winkel von 134,12(13)° (N1–Sr–O52) und 171,73(18)° (N3–Sr–N3') zwischen den annähernd *trans*-ständigen Donoratomen belegen starken Abweichungen von den Idealwerten einer oktaedrischen Koordination.

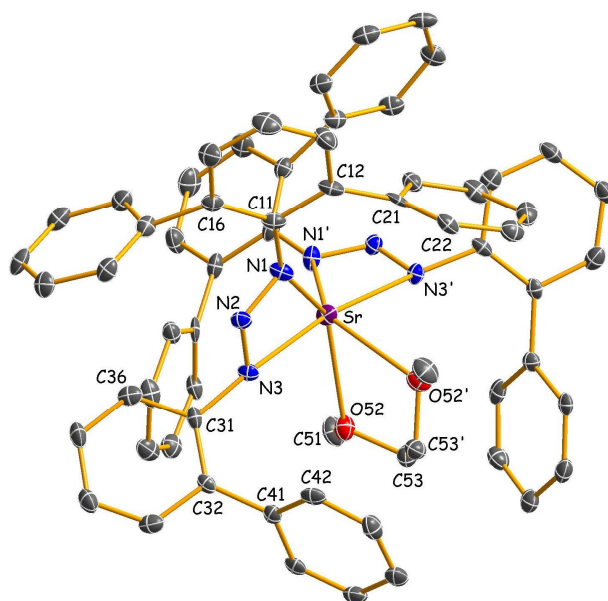


Abb. II.23. Molekülstruktur des solvatisierten Strontiumtriazenids **22b**.^{35,37,38} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome der Triazenido-Liganden sind der besseren Übersicht halber nicht dargestellt. Charakteristische Bindungslängen (Å), -winkel (°), Torsionswinkel (°) und ein Ebenenabstand (Å): Sr–N1 = 2,713(4), Sr–N3 = 2,730(4), Sr⋯N2 = 3,169(5), Sr–O52 = 2,559(4), N1–N2 = 1,310(5), N2–N3 = 1,315(6), N1–C11 = 1,419(6), N3–C31 = 1,478(6), N1–Sr–O52 = 134,12(13), N3–Sr–N3' = 171,73(18), N1–Sr–N1' = 128,03(19), N1–Sr–N3 = 48,11(13), N1–Sr–N3' = 136,96(13), N1–Sr–O52' = 92,21(13), N3–Sr–O52 = 88,38(12), N3–Sr–O52' = 84,68(12), O52–Sr–O52' = 66,06(17), N1–N2–N3 = 115,4(4), N2⋯Sr⋯N2' = 152,0, N2–N1–C11–C16 = –36,7(7), N2–N3–C31–C36 = 54,6(6), Sr/NNN = 0,617 (Symmetrieoperation für die mit (') gekennzeichneten Atome: 1,5–*x*, 0,5–*y*, *z*).

Die mittlere Sr–N-Bindungslänge und der Sr–O52-Abstand sind mit 2,722(4) Å bzw. 2,559(4) Å deutlich länger als entsprechende Werte von 2,600(2) Å und 2,467(2) Å in *Hills* Komplex [Sr(N₃Dip₂)₂(thf)₂]²³ und weisen damit auf eine sterische Überfrachtung in **22b** hin. Weitere Anzeichen hierfür sind die Verlängerung der N3–C31-Bindung auf 1,478(6) Å gegenüber 1,453(4) Å in **21b**, 1,448(6) Å in **23b**, 1,440(3) Å in **24b** sowie der mit 115,4(4)° aufgeweitete NNN-Winkel in Bezug auf 111,8(3)° in **21b**, 112,8(4)° in **23b** und 112,3(2)° in **24b**. Ein Vergleich mit dem solvensfreien Komplex **21b** zeigt eine unterschiedliche Ausrichtung der beiden NNN-Ebenen, die nun mit 85,6° (**21b**: 26,9°) nahezu senkrecht zueinander stehen. Außerdem ist die Auslenkung des Strontiumatoms mit 0,617 Å kleiner als in **21b** (Mittel 1,254 Å). Zum Schluß bleibt anzumerken, daß die Anwesenheit des zusätzlichen DME-Liganden stärkere Metall-(π -Aren)-Wechselwirkungen verhindert: der kürzeste Sr⋯C-Kontakt zu C26 beträgt mehr als 3,72 Å. Der zusätzliche Donor führt außerdem zu einer Aufweitung des in **22b** durch N2⋯Sr⋯N2' repräsentierten Winkels zwischen den Triazenido-Liganden auf 152,0°; der entsprechende Winkel N2⋯Sr⋯N5 in **21b** nimmt dem gegenüber einen Wert von 122,2° an.

Das homoleptische solvensfreie, in der Raumgruppe $C2/c$ kristallisierende Bariumtriazenid **23b** scheidet sich in gelben Prismen ab. Abb. II.24 zeigt die Molekülstruktur des monomeren Komplexes mit dem Metallatom auf einer zweizähligen Drehachse. Die erste Koordinationssphäre des Bariumkations besteht aus den vier Stickstoffatomen der beiden η^2 -chelatisierenden Triazenido-Liganden. Zusätzliche Metall- $(\eta^6-\pi\text{-Aren})$ -Wechselwirkungen werden zu zwei Mesityl-Ringen der Terphenylsubstituenten beobachtet. Die Koordination um das Metallatom kann als verzerrt pseudo-trigonal-bipyramidal mit einer freien äquatorialen Position beschrieben werden. Dies wird durch die Winkel $X6\cdots Ba\cdots X6'$ ($118,7^\circ$) und $N2\cdots Ba\cdots N2'$ ($156,7^\circ$) illustriert, wobei $X6$ und $X6'$ für die Centroide der koordinierenden Arenringe stehen und die zweizähligen Triazenido-Liganden nur jeweils eine Koordinationsstelle, repräsentiert durch die zentralen Stickstoffatom $N2$ und $N2'$, einnehmen. Dieser $N\cdots M\cdots N$ -Winkel ist um etwa 35° größer als die entsprechenden Winkel in den zuvor diskutierten Verbindungen **21b** und **24b**. Der mittlere $Ba-N$ -Abstand zu den leicht asymmetrisch gebundenen Triazenido-Liganden ist mit $2,926 \text{ \AA}$ beträchtlich größer als der entsprechende Wert im Pentafluorphenyl-Prekursor ($2,726 \text{ \AA}$). Dieser Unterschied ist etwas überraschend, da nur eine Differenz von eins in den Koordinationszahlen auftritt und beide Verbindungen ähnliche sekundäre Metall $\cdots(\pi\text{-Aren})$ -Kontakte aufweisen. Ein Vergleich mit dem von

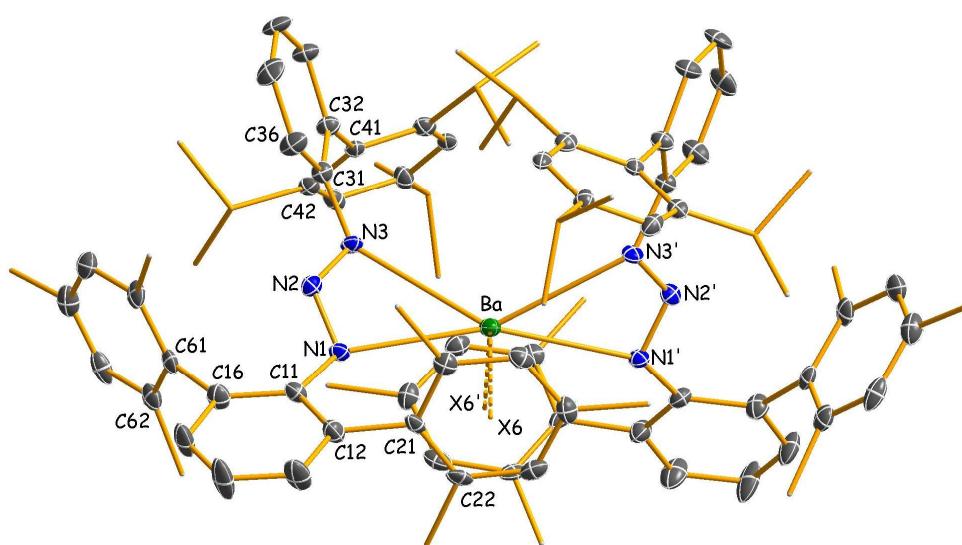


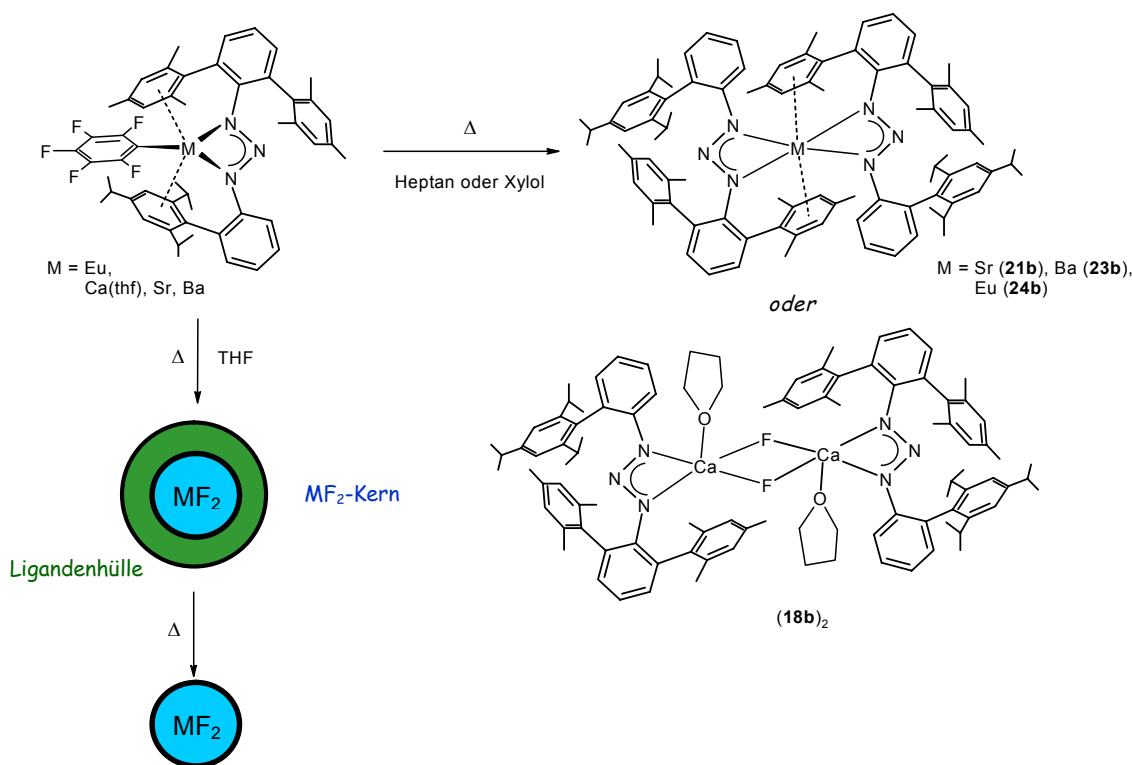
Abb. II.24. Molekülstruktur des homoleptischen Bariumtriazenids **23b**.^{35,37,38} Die Methyl- und *iso*-Propyl-Kohlenstoffatome des Triazenidoliganden sind der besseren Übersicht halber stark größenreduziert dargestellt. Charakteristische Bindungslängen (\AA), -winkel ($^\circ$), Torsionswinkel ($^\circ$) und Ebenenabstände (\AA): $Ba-N1 = 2,860(4)$, $Ba-N3 = 2,992(4)$, $Ba\cdots C21 = 3,369(5)$, $Ba\cdots C22 = 3,423(5)$, $Ba\cdots C23 = 3,424(5)$, $Ba\cdots C24 = 3,394(5)$, $Ba\cdots C25 = 3,312(5)$, $Ba\cdots C26 = 3,325(5)$, $Ba\cdots X6 = 3,074$, $N1-N2 = 1,333(5)$, $N2-N3 = 1,331(5)$, $N1-C11 = 1,430(6)$, $N3-C31 = 1,448(6)$, $N1-N2-N3 = 112,8(4)$, $N1-Ba-N3 = 44,49(11)$, $N2\cdots Ba\cdots N2' = 156,7$, $X6\cdots Ba\cdots X6' = 118,7$, $N2-N1-C11-C16 = 45,8(7)$, $N2-N3-C31-C36 = 35,2(6)$, $Ba/NNN = 1,168$; Symmetrieoperation für die mit (') gekennzeichnete Atome: $-x, y, 2,5-z$.

von Hill et al. beschriebenen Kaliumbariat $[\text{K}(\text{thf})_3\text{Ba}(\text{N}_3\text{Dip})_2\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2(\text{thf})]$ ($2,805(7) \text{ \AA}$ für den terminalen Ba–NNN-Abstand $\text{CN}(\text{Ba})=5$)²³ legt nahe, daß die verhältnismäßig großen Werte für die Ba–N-Bindungslängen auf den hohen sterischen Anspruch der beiden Triazenido-Liganden zurückzuführen sind. Die kürzeren Ba–N-Abstände in den beiden homoleptischen Diketiminaten $[\text{Ba}\{\text{CH}(\text{C}(\text{Me})\text{N}(\text{R}))_2\}_2]$ (R = Dip: $2,71 \text{ \AA}$ ¹⁰⁸; R = *t*Bu: $2,65 \text{ \AA}$ ¹⁰⁹) und dem Bis(phosphaniminat) $[\text{Ba}\{\text{CH}(\text{P}(\text{Ph})_2\text{N}(\text{Mes}))_2\}_2]$ ($2,75 \text{ \AA}$)^{111b}, den beiden anderen, bislang bekannten und somit für Vergleichszwecke zur Verfügung stehenden monomeren Bariumkomplexen mit zweizähligen N-Donorliganden spiegeln den stärkeren Donorcharakter dieser Liganden wider.

II.5.3 Synthese und Charakterisierung von Erdalkalimetall- und Europiumfluorid-Clustern

Wie im vorigen Abschnitt erläutert, führt die Thermolyse der heteroleptischen Pentafluorphenyl-erdalkalimetall- oder Pentafluorphenyleuropiumtriazenide $[\text{M}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ (M = Sr, Ba, Eu) in hoch siedenden und schwach koordinierenden Lösungsmitteln wie *n*-Heptan oder Xylol unter Ligandenumverteilung und Abscheidung von Metallfluorid zur Bildung von homoleptischen Metalltriazeniden. Die erzielbaren Ausbeuten werden dabei durch Zugabe von Phenylsilan erhöht. Nur bei der thermischen Zersetzung der Calciumverbindung $[\text{Ca}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]$ konnte ein heteroleptischer, alkanlöslicher fluoridhaltiger Komplex der Zusammensetzung $[\text{CaF}\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}(\text{thf})]$ isoliert werden.

Überraschenderweise zeigen alle Pentafluorphenyl-Verbindungen einen ganz anderen Reaktionsverlauf bei der Verwendung von Tetrahydrofuran als Lösungsmittel (Schema II.15). Nach ein-tägigem Erhitzen derartiger Lösungen unter Rückfluß isoliert man voluminöse, in allen gängigen Lösungsmitteln unlöslich Niederschläge, die deshalb nur durch Verbrennungsanalysen, IR-spektroskopisch, massenspektrometrisch und thermo- bzw. differenzthermogravimetrisch (DTA) charakterisiert werden konnten. Diese Analyseverfahren legen nahe, daß es sich bei den erhaltenen unlöslichen Feststoffen um ligandstabilisierte Metallfluorid-cluster handelt. So zeigen etwa die Verbrennungsanalysen der Strontium- und Europiumderivate CHN-Anteile um 35% (Eu: 35,1; Sr: 37,7%), ein deutlich höherer Anteil von 55,4% wird dagegen für das Calcium-haltige Produkt beobachtet. Heteroleptische Komplexe der Zusammensetzung $[\text{MFN}_3(\text{Dmp})\text{Tph}]$ sollten demgegenüber deutlich höhere CHN-Anteile zwischen 78,8% und 91,5% besitzen. Die thermogravimetrische Analyse des vom Komplex $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ erhaltenen Thermolyseprodukts weist unter



Schema II.15. Synthese von mesoskaligen organofunktionalisierten Metallfluorid-clustern.

Luftzutritt einen Masseverlust von 58,8% mit einem ausgeprägten Plateau bei etwa 600 °C auf. Unter Argon wird bis 800 °C lediglich ein Masseverlust von 36,7% beobachtet, da es unter diesen Bedingungen zur Abscheidung von Kohlenstoff, erkennbar an der schwarzen Farbe des erhaltenen Produkts, kommt. Ein Masseverlust von etwa 59% wäre beispielsweise mit dem Vorliegen eines Metallfluorid-clusters der Zusammensetzung $[(SrF_2)_4(FSrN_3(Dmp)Tph)]$ erklärbar.

Die vorliegenden experimentellen Befunde erlauben keine eindeutige Aussage über Art und Zusammensetzung der stabilisierenden Ligandenhülle. Massenspektrometrisch lassen sich zwar Anteile des $N_3(Dmp)Tph$ -Triazenido-Liganden nachweisen, allerdings fehlen in den entsprechenden IR-Spektren (Abb. II.25a und II.25b) die im Bereich von etwa 650 bis 850 cm^{-1} zu erwartenden signifikanten "out of plane"-CH-Schwingungen der aromatischen Gruppen. Lediglich eine mittelstarke, verbreiterte Bande bei 1238 cm^{-1} , wie sie typisch für die asymmetrische N_3 -Schwingung in chelatisierend gebundenen Metalltriazeniden ist, bietet einen Hinweis auf das Vorliegen von N_3R_2 -Liganden. Der in den Verbrennungsanalysen beobachtete geringe Wasserstoffanteil (z. B. 1,22% für das Sr-haltige Produkt) sowie eine intensive aufgespaltene IR-Bande bei 967 cm^{-1} , dem Bereich der CF-Valenzschwingungen,¹¹² sind ein Indiz für die Anwesenheit perfluorierter Liganden. Die Bildung von Metallfluoriden läßt sich durch pulverdiffraktometrische Untersuchungen, wie in Schema II.17a-c exemplarisch für das Strontium-haltige Produkt gezeigt, belegen. So sind die durch Thermolyse in THF primär erhaltenen Feststoffe zwar röntgenamorph, jedoch läßt sich der

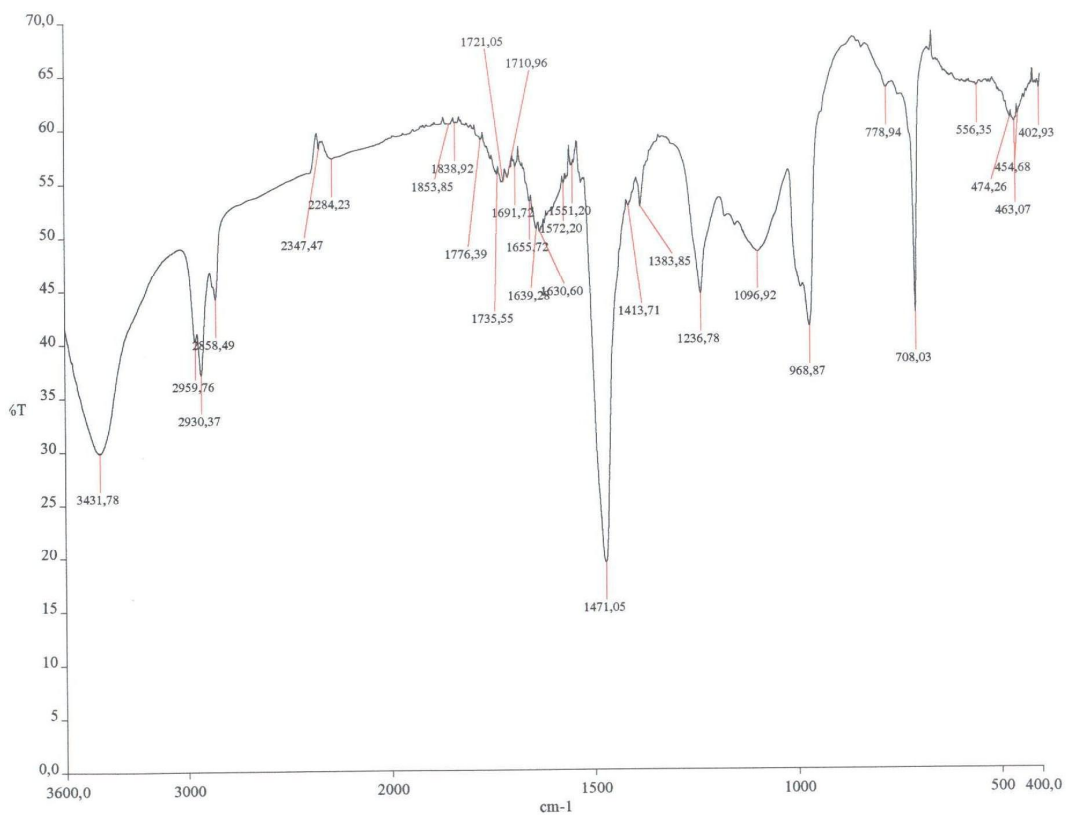
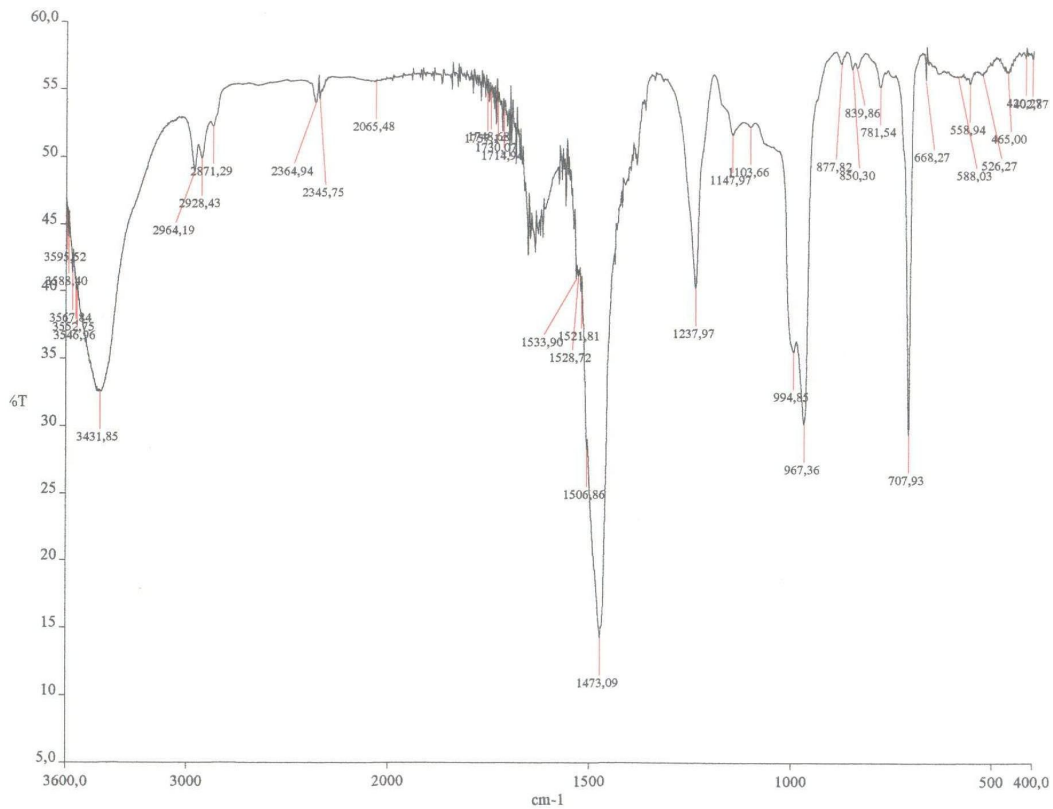


Abb. II.25a. IR-Spektren der aus siedendem THF (oben) bzw. heißem *n*-Dodecan (unten) gewonnen. Thermolyseprodukte von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ (mit 3% Eu dotiert)

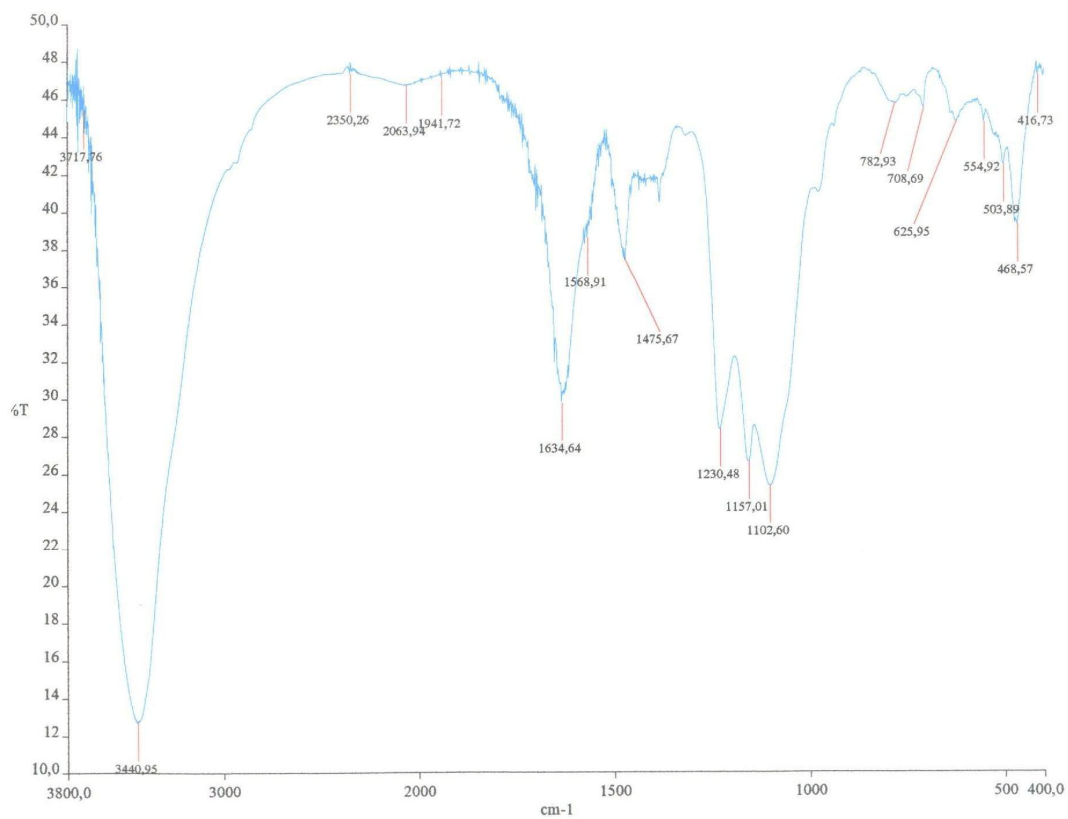
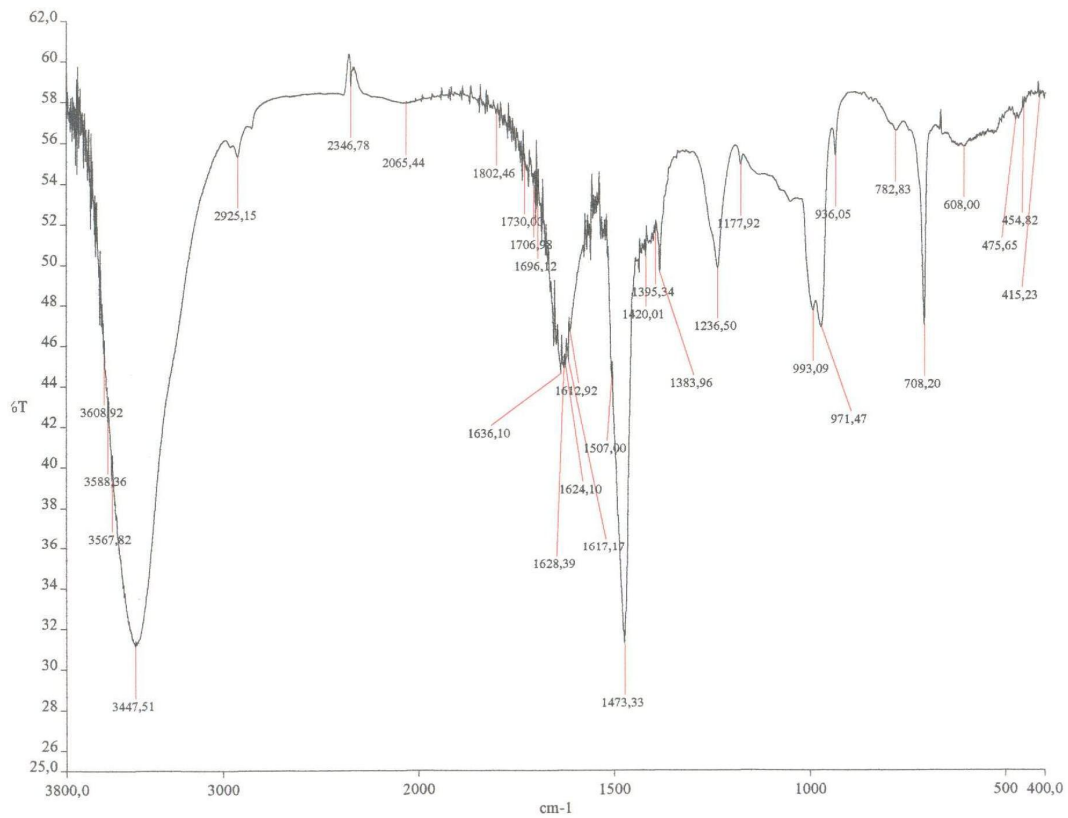


Abb. II.25b. IR-Spektren der Thermolyseprodukte von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ (mit 3% Eu dotiert) bei 300 °C (oben) und 500 °C (unten).

Kristallisationsgrad der Proben durch eine weitere Wärmebehandlung erhöhen. Nach 2-tägigem Erhitzen bei 190 °C in *n*-Dodecan lassen sich röntgenographisch breite Peaks detektieren, die den Reflexen des kubischen Strontiumdifluorids zugeordnet werden können (Abb. II.26a). Zwei weitere Proben wurden bei 400 °C und 700 °C in einem temperaturgesteuerten Ofen ausgelagert und pulverdiffraktometrisch ebenfalls untersucht (Abb. II.26b und II.26c). Erwartungsgemäß nimmt die Linienbreite der Reflexe mit zunehmender Auslagerungstemperatur ab. Weitere kristalline Phasen sind röntgenographisch nicht nachweisbar.

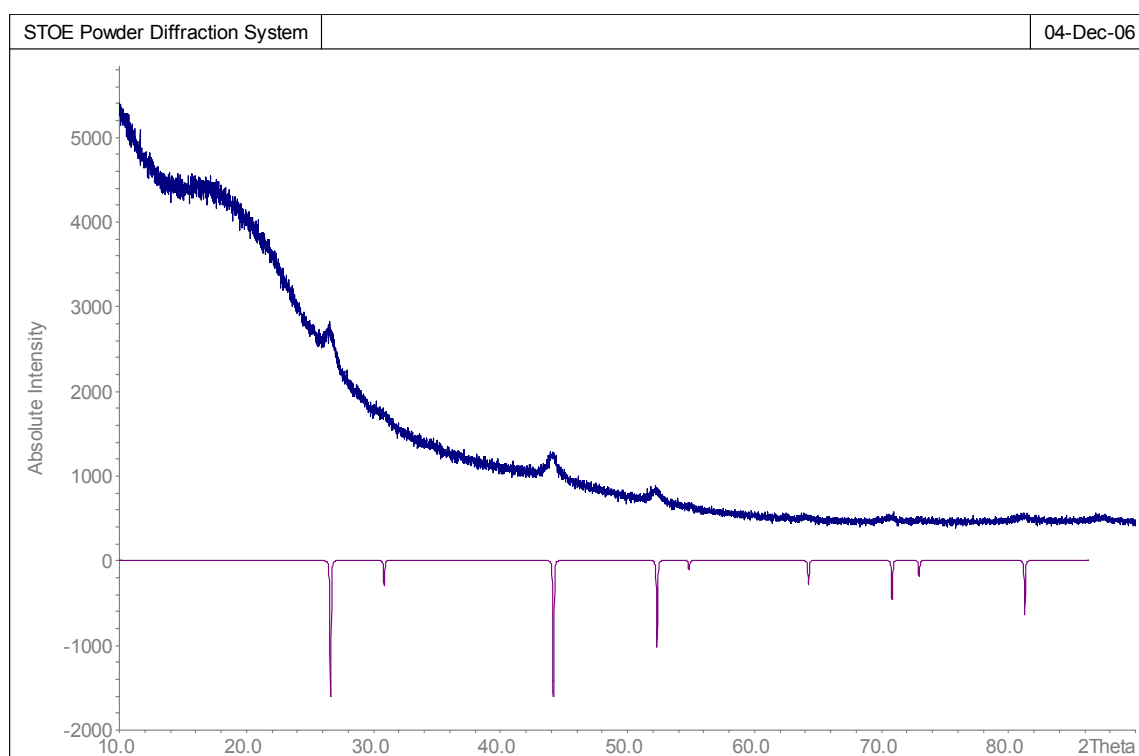


Abb. II.26a. Pulverdiffraktogramm des aus *n*-Dodecan bei 190 °C gewonnenen Thermolyseprodukts von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$.

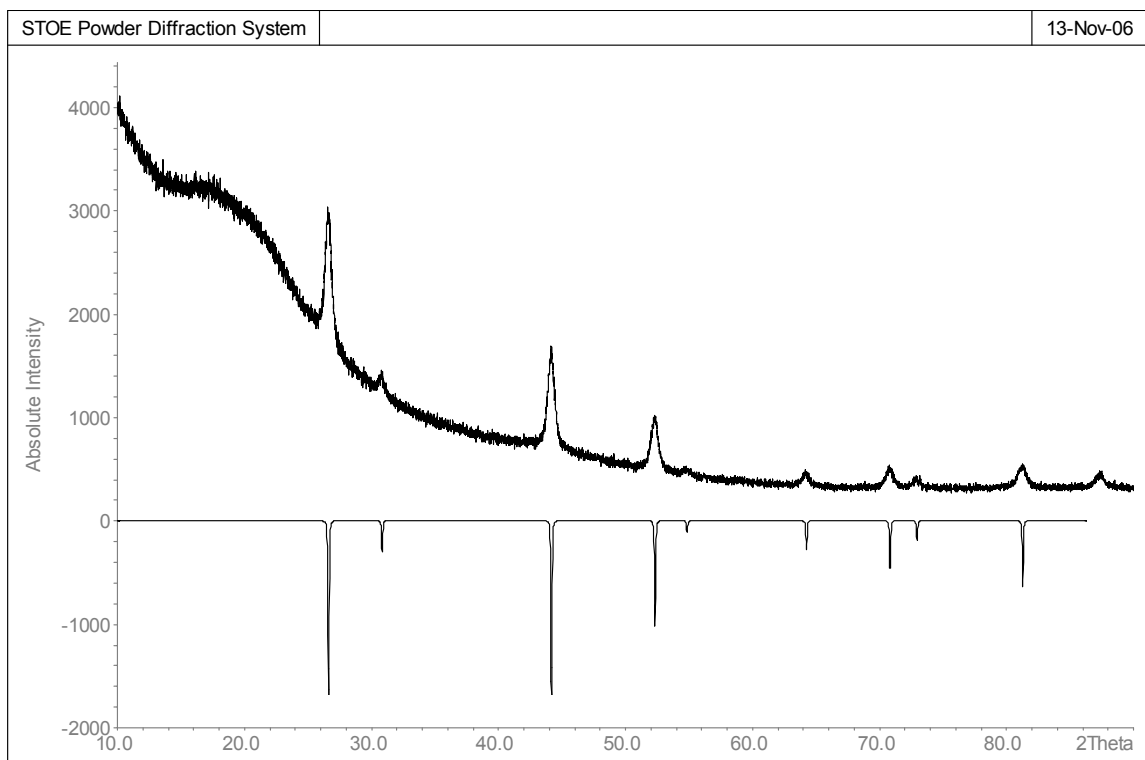


Abb. II.26b. Pulverdiffraktogramm des Thermolyseprodukts von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ nach Auslagerung bei 400 °C.

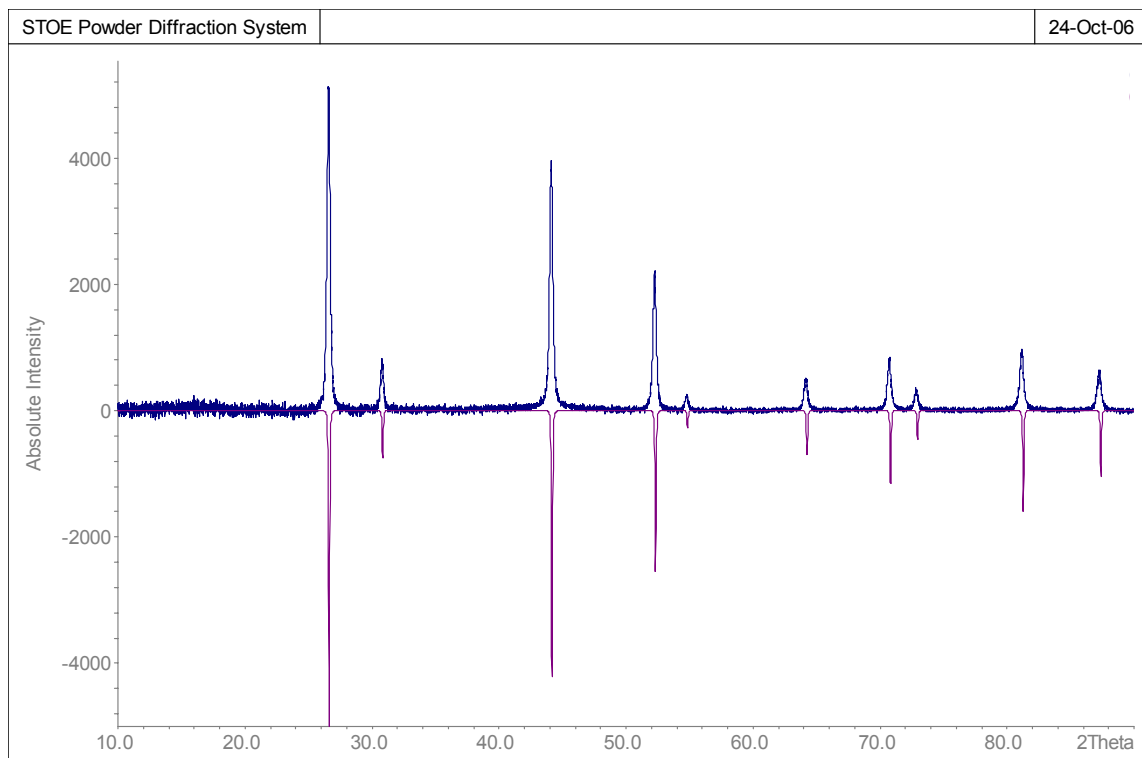


Abb. II.26c. Pulverdiffraktogramm des Thermolyseprodukts von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ nach Auslagerung bei 700 °C.

Zu den bemerkenswertesten Eigenschaften von Verbindungen der Lanthanoide zählen spezifische Lumineszenzerscheinungen.¹¹³ So sorgt $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{3+}$ für die brillante rote, $\text{Sr}_5\text{Cl}[\text{PO}_4]_3:\text{Eu}^{2+}$ für die blaue Lumineszenz in Farbfernsehröhren und $\text{BaFCl}:\text{Eu}^{2+}$ dient als Röntgenphosphor für die einzigartigen optischen Speichereigenschaften sogenannter "Imaging Plates". Da reine Lanthanoidverbindungen aufgrund von Lumineszenzlöschung nicht zu strahlungsintensiven Übergängen befähigt sind werden in der Regel optisch inerte Wirtsgitter verwendet, in welche die Seltenerdmetallkationen durch Dotierung eingebracht werden.

Aus diesem Grund wurden die photophysikalischen Eigenschaften der Europiumderivate in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe C. Wickleder untersucht. Die Thermolyse in THF erfolgte sowohl mit reinem $[\text{Eu}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ als auch mit Mischungen von $[\text{Sr}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$ und $[\text{Eu}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\text{N}_3(\text{Dmp})\text{Tph}\}]$. Die Dotierung von EuF_2 in ein SrF_2 -Wirtsgitter sollte dabei zu einer höheren Quantenausbeute und stärkeren Lumineszenz führen. Die in Abb.II.27 wiedergegebenen Emissionsspektren zeigen eine bemerkenswerte Abhängigkeit von der Zusammensetzung, d. h. dem Eu-Gehalt, und der Auslagerungstemperatur der Proben. Bei den aus *n*-Dodecan bei 190 °C erhaltenen Proben werden breite Emissionsmaxima beobachtet, die auf 5d-4f-Übergänge zurückzuführen sind. Bei der dotierten weiß lumineszierenden Probe mit einem Strontium/Europium-Verhältnis von 97:3 ist das Maximum bei 580 nm gegenüber der gelb lumineszierenden undotierten Probe mit 100% Eu-Anteil und einem Emissionsmaximum bei etwa 510 nm deutlich verschoben. Die gelbe Farbe ist auf partielle Oxidation der Eu^{2+} -Zentren zurückzuführen. Der Eu(III)-Gehalt gibt sich dabei durch zwei schwache Banden bei etwa 590 nm

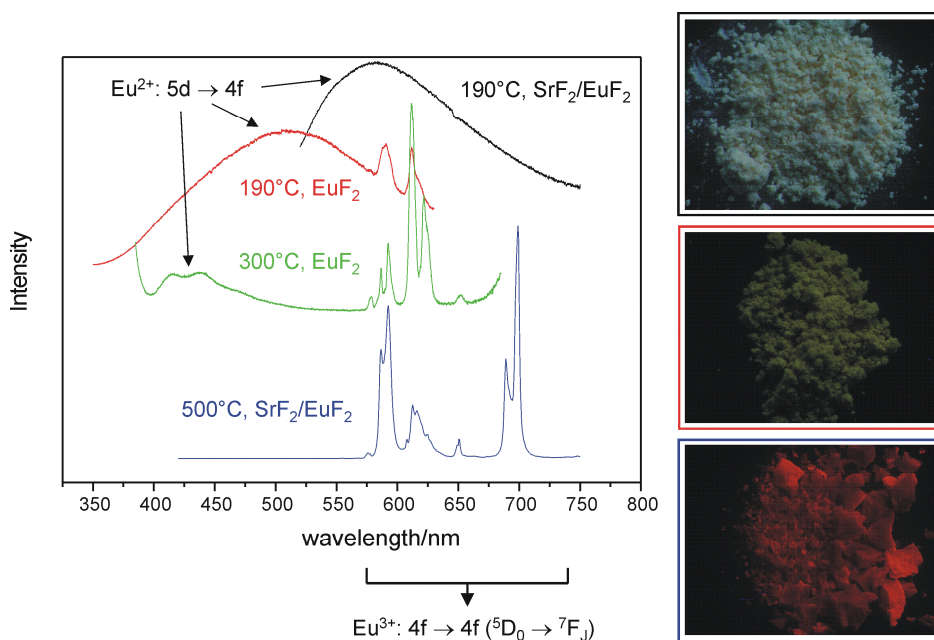


Abb. II.27. Emissionsspektren und mikroskopische Aufnahmen der EuF_2 - und SrF_2 - (+ 3% EuF_2)-haltigen Thermolyseprodukte in Abhängigkeit von der Auslagerungstemperatur.

und 615 nm zu erkennen, die auf charakteristischen 4f-4f-(5D_0 - 7F_J)-Übergängen beruhen. In der bei 300 °C ausgelagerten Probe dominieren bereits die Eu^{3+} -Zentren, in der bei 500 °C präparierten Probe sind keine 5d-4f-Übergänge mehr zu erkennen und es wird die für Eu(III) typische orangerote Lumineszenz beobachtet.

Entsprechende Versuche durch elektronenmikroskopische Aufnahmen etwas über die Größe und Morphologie der Thermolyseprodukte in Erfahrung zu bringen, waren leider bisher erfolglos, da das dafür erforderliche Hochvakuum durch starke Ausgasungen der Proben nicht erreicht werden konnte.

Kapitel III

Experimenteller Teil

III.0 Allgemeines

Alle Arbeiten wurden in Schlenk-Gefäßen unter einer Atmosphäre von nachgereinigtem und getrocknetem Argon (BTS-Katalysator¹¹⁴, P₄O₁₀) durchgeführt, die Lösungsmittel nach üblichen Verfahren^{115,116} getrocknet und unter Argon destilliert. Die Synthese der Ausgangsverbindungen **1b** (HN₃(Dmp)Tph),¹⁷ CuMes,¹¹⁷ Hg(C₆F₅)₂,¹¹⁸ TosN₃,¹¹⁹ TphI³² und TphN₃ (analog zur Darstellung von DmpN₃¹²⁰) gelang entsprechend den angegebenen Literaturvorschriften. Die Verbindungen Er(C₅H₄Me)₃ und Fe{N(SiMe₃)₂}₂ standen zur Verfügung. Die Metallorganyle AlMe₃, *n*BuLi, ZnEt₂ und ZnMe₂ wurden als 1 bis 2,5M Lösungen in Alkanen käuflich erworben.

Die Messung der NMR-Spektren erfolgte an den Spektrometern AM200, AC250 und AM400 der Bruker Physik AG; positives Vorzeichen steht für eine Tieffeldverschiebung. Die chemischen Verschiebungen der ¹H- und ¹³C-NMR-Spektren beziehen sich auf die Signale des Lösungsmittels (¹H: [D₅]Benzol mit $\delta = 7,15$, [D₇]THF mit $\delta = 1,73$ ppm; ¹³C: [D₆]Benzol mit $\delta = 128,0$, [D₈]THF mit $\delta = 25,3$ ppm). Bei den anderen Messkernen wurden die üblichen Referenzverbindungen (⁷Li: Lithiumchlorid, $c = 14,4$ mol l⁻¹ in D₂O; ³¹P: 85proz. wässrige Lösung; ²⁹Si: Tetramethylsilan; ¹¹⁹Sn: Tetramethylstannan; jeweils mit $\delta = 0$ ppm) als externe Standardsubstanzen eingesetzt.

Zur Aufzeichnung der IR-Spektren (CsBr-Scheiben, Nujolverreibungen bei Feststoffen, Abschätzung der Intensitäten: sehr stark vs, stark s, mittelstark m, schwach s, sehr schwach vw, Schulter sh, Angabe ohne Nujol-Banden) standen die Perkin-Elmer Spektrophotometer 883 und Paragon 1000 PC (Nujolverreibungen) sowie Nicolet 6700 FT-IR (Reflektionsmessungen) zur Verfügung.

Die C,H,N-Verbrennungsanalysen erfolgten an den Geräten PE 240 und PE 2400 der Firma Perkin-Elmer durchgeführt; teilweise wurde als Katalysator V₂O₅ zugefügt. Durch Solvensverlust bei der Probenvorbereitung sowie durch Carbidbildung während der Verbrennung fallen die gefundenen Kohlenstoffwerte oft zu niedrig aus.

Die Massenspektren wurden an den Spektrometern Varian MAT711 oder Finnegan MAT95 aufgenommen. Die angegebenen Massen und relativen Häufigkeiten beziehen sich auf das intensivste Signal der Ionenschar der jeweiligen Isotopomerengruppe.

Zur Abtrennung schwerlöslicher Niederschläge stand eine kühlbare Hettich Rotina 46R Schlenk-Zentrifuge mit einer maximalen Drehzahl von 2000 Umdrehungen min^{-1} zur Verfügung. Schmelzpunkte wurden unter Argon in zugeschmolzenen Kapillaren mit einer Büchi Schmelzpunktsbestimmungsapparatur nach Dr. Tottoli ermittelt.

Die Sammlung der Datensätze für die insgesamt 25 Einkristallstrukturanalysen erfolgte am Vierkreisdiffraktometer Siemens *P3*, einem aufgerüsteten Syntex *P2*₁-Diffraktometer (**1a**, **3b** (173 K), **5a**, **6a**, **7a**, **8a**, **9a**, **11a**, **12a** · C₆H₆, **13a**, **16a**) bzw. *P4* (**4a** · C₇H₈, **10a**, **15a**, **17b** · (C₇H₁₆)_{0,5}, **18b** · (C₇H₁₆)_{1,5}, **19b**, **20b**, **21b** · (C₆H₆)_{1,5}, **22b**, **23b**, **24b**) sowie am Gerät Bruker-Nonius κ-CCD (**2a**, **3b** · C₆H₆, **3b** (100 K)), jeweils ausgerüstet mit MoK_α-Strahlung und Graphitmonochromator. Die zu untersuchenden Kristalle wurden mit Hilfe eines Spatels aus den Schutzgasgefäßen in mit hochviskosem Öl (Paratone N, Exxon) gefüllte Uhrgläser überführt, ein geeignetes Exemplar unter dem Mikroskop ausgewählt, im Öltröpfchen an der Spitze eines Glasfadens befestigt und sofort in den Kältegasstrom des Diffraktometers eingebracht^{121,122}. Die Messung an dem in das schockgefrorene Öltröpfchen eingebetteten Kristall erfolgte in der Regel bei -100 °C im Wyckoff- (*P3*) oder ω-Scan (*P4*). Die in der Regel zwischen 1,2° und 2,4° liegende Scanbreite und die zwischen 2 bis 29,3 (*P3*) bzw. 2 bis 60° min^{-1} (*P4*) variable Scangeschwindigkeit wurden der jeweiligen Kristallqualität und -größe angepasst und zur Überwachung von Intensität und Orientierung zwei Kontrollreflexe im Intervall von 198 Reflexen gemessen. Die Lösung des Phasenproblems gelang in allen Fällen mit den in das Programmsystem SHELXTL PC 5.03¹²³ implementierten statistischen Methoden zur Phasenbestimmung oder mit Hilfe der Pattersonmethode. Bei den mit dem Programm SHELXL-97¹²⁴ durchgeführten Verfeinerungen der auf F²-Werten basierenden Strukturparameter wurden alle Messdaten mit $F_o^2 \geq -3\sigma(F_o^2)$ berücksichtigt. Die Gütefaktoren berechnen sich dabei wie folgt:

$$R_1 = \frac{\sum(|F_o| - |F_c|)}{\sum(F_o)}$$

$$wR_2 = \left\{ \frac{\sum[w(F_o^2 - F_c^2)^2]}{\sum[w(F_o^2)^2]} \right\}^{1/2} \text{ mit } w^{-1} = \sigma^2(F_o^2) + (aP)^2 + bP \text{ und } P = [\text{Max}\{(F_o^2)^2, 0\} + 2F_c^2]/3;$$

$$GOF = \left\{ \frac{\sum[w(F_o^2 - F_c^2)^2]}{(N_o - N_p)} \right\}^{1/2}.$$

N_o ist die Anzahl der zur Verfeinerung verwendeten Reflexe, N_p die Anzahl der verfeinerten Parameter. Die Konstanten a und b des Wichtungsschemas wurden jeweils optimiert. Sofern nicht anders vermerkt, sind alle schwereren Atome mit anisotropen Auslenkungsparametern verfeinert,

die Wasserstoffatome hingegen nur isotrop behandelt worden. Absorptionskorrekturen wurden gegebenenfalls semiempirisch mit Hilfe von ψ -Scans¹²⁵ durchgeführt.

Bei zwei Strukturbestimmungen (**17b** · (C₇H₁₆)_{0,5} und **18b** · (C₇H₁₆)_{1,5}) wurden die Beiträge von fehlgeordneten, in Kanälen der Struktur kokristallisierten Solvensmolekülen durch die BYPASS-Methode¹²⁶ unter Benutzung der im Programmpaket PLATON98 implementierten SQUEEZE-Routine eliminiert.¹²⁷

III.1 Darstellung des Triazens 1a und der Kupfertriazenide

III.1.1 Darstellung von 1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazen (HN₃Tph₂, **1a**)

n-Butyllithium (49,2 mmol, 2,5M Hexan-Lösung) wird bei 0 °C langsam zu einer Lösung von TphI (20,0 g, 49,2 mmol) in 250 ml Diethylether pipettiert und der Ansatz weitere 2 Stunden gerührt. Die resultierende klare Lösung des Lithiumaryls wird portionsweise mit einer Lösung von TphN₃ (15,8 g, 49,2 mmol) in 100 mL Diethylether versetzt. Nach Erwärmen auf Zimmertemperatur rührt man weitere 12 Stunden und gibt dann zur resultierenden rotbraunen Lösung ca. 400 mL Wasser, trennt die organische Phase im Scheidetrichter ab und extrahiert die wässrige Phase mit Diethylether (3 × 100 ml). Die gesammelte organische Phase wird mehrmals mit Wasser gewaschen und über Na₂SO₄ getrocknet. Man entfernt das Lösungsmittel im Rotationsverdampfer und kristallisiert den verbleibenden gelben Feststoff anschließend aus heißem Aceton um.

Ausbeute: 22,3 g hellgelbe Kristalle (37,0 mmol, 75%); Smp. 190–195 °C (Zers.).

¹H-NMR (400,1 MHz, CCl₂D₂): δ 0,99 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,08 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,34 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,56 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,97 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 7,08 (s, 4H, *m*-Trip), 7,12 (d, ³J_{HH}=7,6 Hz, 2H, 3-C₆H₄), 7,22 (t, ³J_{HH}=7,5 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,40 (t, ³J_{HH}=7,5 Hz, 2H, 5-C₆H₄), 7,65 (d, ³J_{HH}=7,6 Hz, 2H, 6-C₆H₄), 9,00 ppm (s, 1H, NH).

¹³C NMR (100,6 MHz, CCl₂D₂): δ 23,6, 24,2, 24,6 (*o*- + *p*-CH(CH₃)₂), 30,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,7 (*p*-CH(CH₃)₂), 121,3 (*m*-Trip), 128,3 (5-C₆H₄), 131,8 (3-C₆H₄), 147,2 (*o*-Trip), 149,0 (*p*-Trip) ppm. Weitere Signale konnten wegen starker Linienverbreiterung nicht eindeutig detektiert werden.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 3300 m, 1603 m, 1582 ms, 1567 sh, 1508 ms, 1488 sh, 1434, 1413 sh, 1361 s, 1316 ms, 1264 sh, 1241 s br, 1218 s br, 1166 s, 1150 s, 1092 ms, 1067 ms, 1054 ms, 1040 m, 1004 ms, 943 m, 877 ms, 841 w, 819 w, 780 w, 767 ms, 753 vs, 722 m, 653 ms, 638 m, 597 ms br, 532 w, 485 w, 460 w, 434 m.

EI-MS (70 eV): *m/z* (%): 601,4 (0,9) [M⁺], 573,3 (60) [Tph₂NH]⁺, 295,2 (100) [TphNH]⁺.

Elementaranalyse (C₄₂H₅₅N₃) gef. (ber.) [%]: C 83,73 (83,81); H 9,22 (9,21); N 6,70 (6,98).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.1.2 und Anhang, Tabellen A1–A3

III.1.2 Darstellung von 1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-kupfer ([CuN₃Tph₂], **2a**)

Eine Lösung von CuMes (0,365 g, 2 mmol) und Triazen **1a** (1,204 g, 2 mmol) in *n*-Heptan (60 ml) wird 2 Stunden lang gerührt, das Solvens zur Hälfte im Vakuum abdestilliert und der ausgefallene Niederschlag unter Erwärmen wieder gelöst. Aus der Lösung scheidet sich über Nacht **2a** als gelber kristalliner Niederschlag ab.

Ausbeute: 0,90 g (1,35 mmol, 76%).

¹H-NMR (250,1 MHz, C₆D₆): δ 0,96 (d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,04 (d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,41 (d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,78 (sep, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,98 (sep, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 7,27 (s, 4H, *m*-Trip), 7,13 (t, 2H, 5-C₆H₄), 6,99 (d, ³J_{HH} = 7,9 Hz, 2H, 3-C₆H₄), 6,93 (t, ³J_{HH} = 7,3 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 5,99 (d, ³J_{HH} = 8,0 Hz, 2H, 6-C₆H₄).

¹³C-NMR (100,6 MHz, C₆D₆): δ 23,5 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 24,7 (*o*-CH(CH₃)₂), 30,8 (*o*-CH(CH₃)₂), 35,0 (*p*-CH(CH₃)₂), 121,9 (*m*-Trip), 124,9 (4-C₆H₄), 125,8 (6-C₆H₄), 128,2 (5-C₆H₄), 132,3 (3-C₆H₄), 132,8 (2-C₆H₄), 135,3 (*i*-Trip), 146,8 (*o*-Trip), 148,1, 148,8 (1-C₆H₄, *p*-Trip).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1606 m, 1571 m, 1567 m, 1488 sh, 1361 s, 1338 vs, 1334 vs, 1284 s, 1250 m, 1241 m, 1184 m, 1168 m, 1157 m, 1127 w, 1103 m, 1069 m, 1055 m, 1003 m, 939 m, 877 ms, 780 w, 774 s, 760 vs, 753 vs, 722 m, 670 w, 626 w, 520 w 477 w, 422 m.

Elementaranalyse (C₄₂H₅₄CuN₃) gef. (ber.) [%]: C 76,12 (75,92); H 8,33 (8,19); N 6,13 (6,33).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.1.3 und Anhang, Tabellen A4–A6

III.1.3 Darstellung von 1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-*tert*-butylisocyano-kupfer {[Cu(N₃Tph₂)(CN*t*Bu)], **3a**}

Eine Lösung von **2a** (1,20 g, 2 mmol) in *n*-Heptan (50 ml) wird unter Rühren mit *t*BuNC (0,23 ml, 2 mmol) versetzt. Aus dem gelben Ansatz entfernt man einen Teil des Lösungsmittels im Vakuum, löst den ausgefallenen Feststoff durch Erwärmen und lagert die erhaltene Lösung einen Tag bei Zimmertemperatur bis zur Bildung eines kristallinen Niederschlags.

Ausbeute: 1,07 g hellgelbe Kristalle (1,43 mmol, 72 %); Smp. 210–214 °C.

¹H-NMR (400,1 MHz, C₆D₆): δ 0,83 (s, 9H, C(CH₃)₃), 1,17 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,19 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,27 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,82 (sep, ³J_{HH}

= 6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,03 (sep, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 2H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,99 (t, ³J_{HH} = 7,2 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,10 (d, ³J_{HH} = 7,5 Hz, 2H, 3-C₆H₄), 7,13 (s, 4H, *m*-Trip), 7,30 (t, ³J_{HH} = 7,6 Hz, 2H, 5-C₆H₄), 7,96 (d br, ³J_{HH} = 7,6 Hz, 2H, 6-C₆H₄).

¹³C-NMR (100,6 MHz, C₆D₆): δ 24,5, 24,5, 24,9 (2× *o*-CH(CH₃)₂, *p*-CH(CH₃)₂), 29,5 (C(CH₃)₃), 30,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 119,0 (6-C₆H₄), 120,9 (*m*-Trip), 122,0 (4-C₆H₄), 128,4 (5-C₆H₄), 130,7 (2-C₆H₄), 131,3 (3-C₆H₄), 147,1 (CNC(CH₃)₃), 147,3 (*o*-Trip), 147,3 (*p*-Trip), 151,0 (1-C₆H₄); Die Signale der CNC(CH₃)₃ und *i*-Trip-Kohlenstoffatome konnten nicht detektiert werden.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 2198 s($\tilde{\nu}_{CN}$), 1604 m, 1592 m, 1585 sh, 1567 m, 1508 m, 1484 sh, 1361 s, 1336 s, 1308 s br, 1242 vs br, 1193 s, 1158 ms, 1128 m, 1102 m, 1069 m, 1056 m, 1004 m, 953 w, 938 m, 919 w, 882 sh, 875 ms, 774 m, 756 vs, 727 ms, 693 w, 654 ms, 591 w, 555 w, 484 w.

III.1.4 Darstellung von {1-(2,4,6,2'',4'',6''-Hexamethyl-1,1':3',1''-terphenyl-2'-yl)-3-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N} *tert*-butylisocyano-kupfer {[Cu(N₃(Dmp)Tph)(CN*t*Bu)], **3b**}

Eine Lösung von **1b** (1,27 g, 2 mmol) und CuMes (0,365 g, 2 mmol) in *n*-Heptan (40 ml) wird 2 Stunden gerührt und anschließend mit *t*BuNC (0,23 ml, 2 mmol) versetzt. Nach weiteren 14 Stunden entfernt man einen Teil des Lösungsmittels durch Vakuumdestillation, löst den ausgefallenen Feststoff durch Erwärmen und lagert die erhaltene Lösung mehrere Tage bei Zimmertemperatur bis zur Bildung eines kristallinen hellgelben Niederschlags von **3b**. Kristalle des Packungskomplexes **3b** · C₆H₆ wurden aus einer gesättigten Benzollösung erhalten.

Ausbeute: 0,84 g (0,97 mmol, 49%). Smp: 186–194 °C.

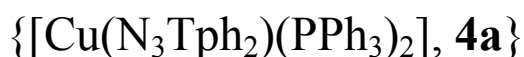
¹H-NMR (200,1 MHz, C₆D₆): δ 0,86 (s, 9H, C(CH₃)₃), 1,01 (d, ³J_{HH} = 7,0 Hz, 6H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,04 (d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 6H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,22 (d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 6H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,24 (s, 6H, *p*-CH₃), 2,27 (s, 12H, *o*-CH₃), 2,76 (sept, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 2H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,76 (sept, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 1H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,88 (s, 4H, *m*-Mes), 6,70–7,25 (m, 7H, Aryl-*H*), 7,00 (s, 2H, *m*-Trip).

¹³C-NMR (62,9 MHz, C₆D₆): δ 21,2 (*p*-CH₃), 21,4 (*o*-CH₃), 24,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*o*-CH(CH₃)₂), 25,0 (*o*-CH(CH₃)₂), 29,5 (NC(CH₃)₃), 30,6 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 55,9 (CNC(CH₃)₃), 118,0, 120,8, 123,5, 128,0, 130,5 (verschiedene aromatische CH), 120,8 (*m*-Trip), 128,2 (*m*-Mes), 129,8 (*m*-C₆H₃), 128,8, 133,9, 134,9, 135,6, 135,8, 140,1, 146,9, 147,2, 147,6, 149,7 (verschiedene aromatische C); das Signal des CNC(CH₃)₃-Kohlenstoffatoms konnte nicht detektiert werden.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 2193 s ($\tilde{\nu}_{CN}$), 1588 m, 1566 m, 1556 sh, 1536 s, 1530 s, 1500 sh, 1461 vs, 1415 m, 1378 vs, 1360 sh, 1306 m, 1275 ms, 1262 s, 1242 m, 1229 m, 1206 m, 1189 ms, 1167 s, 1069 sh, 1030 vw, 1001 w, 938 sh, 978 w, 785 m, 777 w, 754 vs, 739 ms, 724 ms, 695 m, 654 m, 600 w, 591 w, 575 w, 546 w, 515w.

Einkristallstrukturanalysen: siehe Kapitel II.1.3 und Anhang, Tabellen A7–A15

III.1.5 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}bis(triphenylphosphan-P)-kupfer



Man rührt eine Lösung von **2a** (1,20 g, 2,00 mmol) und PPh₃ (1,05g, 4,00 mmol) in Toluol (60 ml) 2 Stunden und destilliert anschließend das Lösungsmittel im Vakuum ab. Der verbleibende Feststoff wird in einer *n*-Heptan/Toluol-Mischung aufgenommen und die Lösung einige Tage lang bei 0 °C aufbewahrt, bis sich hellgelbe Kristalle des Packungskomplexes **4a** · C₇H₈ gebildet haben.

Ausbeute: 1,75 g (1,47 mmol, 74%); Smp. 185–190 °C.

¹H NMR (250,1 MHz, C₆D₆): δ 0,93 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,14 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,25 (d, ³J_{HH} = 6,8 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,1 (s, 3H, Toluol), 2,86 (sep, ³J_{HH} = 6,7 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,93 (sep, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,55 (d, ³J_{HH} = 7,8 Hz, 2H, 6-C₆H₄), 6,93-7,03 (m, 35H, PPh₃ + 3-C₆H₄ + Toluol), 6,89 (t, ³J_{HH} = 7,0 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,12 (m, 4H, 5-C₆H₄ + Toluol), 7,14 (s, 4H, *m*-Trip).

¹³C NMR (100,6 MHz, C₆D₆): δ 21,4 (Toluol), 24,1 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 25,0 (*o*-CH(CH₃)₂), 31,1 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 120,9 (*m*-Trip), 121,0 (6-C₆H₄), 123,0 (4-C₆H₄), 125,6 (Toluol), 127,2 (5-C₆H₄), 128,7 (d, ³J_{PC} = 8,4 Hz, *m*-PPh₃), 128,8 (Toluol), 129,3 (Toluol), 129,5 (d, ⁴J_{PC} = 0,5 Hz, *p*-PPh₃), 130,7 (2-C₆H₄), 132,8 (3-C₆H₄), 134,4 (d, ²J_{PC} = 16,5 Hz, *o*-PPh₃), 135,0 (d, ¹J_{PC} = 15,2 Hz, *i*-PPh₃), 137,8 (Toluol), 139,1 (*i*-Trip), 146,5 (*o*-Trip), 146,5 (*p*-Trip), 150,8 (1-C₆H₄).

³¹P NMR (162,0 MHz, C₆D₆): δ -1,9.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1604 w, 1556 s, 1530 ms, 1478 ms, 1455 ms, 1359 s, 1339s, 1249 s, 1202 ms, 1156 m, 1093 ms, 1069 s, 1057 w, 1001 m, 968 w, 942 m, 920 w, 895 w, 878 m, 873 m, 850 w, 845 vs, 779 w, 784 w, 769 m, 756 s, 743 vs, 729 s, 704 s, 694 vs, 660 m, 649 ms, 590 w, 556 w, 527 ms, 501 vs, 464 m, 439 w.

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.1.3 und Anhang, Tabellen A16–A18

III.2 Darstellung der Alkalimetall- und Thalliumtriazenide

III.2.1 Darstellung von 1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-lithium ([LiN₃Tph₂], **5a**)

Zu einer Lösung des Triazens **1a** (1,20 g, 2,00 mmol) in *n*-Heptan (50 ml) pipettiert man unter Rühren *n*-Butyllithium (2,00 mmol, 0,80 ml einer 2,5M Lösung in Hexan) und reduziert nach zwei Stunden das Volumen des tiefgelben Ansatzes durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation. Der ausgefallene Feststoff wird unter Erwärmen gelöst und die erhaltene Lösung über Nacht bis zur Bildung gelber prismatischer Kristalle von **5a** gelagert. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 0,88 g (1,45 mmol, 72%); Smp. 176–235 °C (unter Farbänderung über orange und rot und Zers. zu einer rotbraunen Fl.).

¹H-NMR (400,1 MHz, C₆D₆): δ 1,08 (d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,09 (d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,24 (d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,78 (sep, ³J_{HH}=6,8 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,84 (sep, ³J_{HH}=6,8 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,60 (d br, 2H, 6-C₆H₄), 6,88 (t, ³J_{HH}=7,3 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 6,92 (d, ³J_{HH}=7,3 Hz, 2H, 3-C₆H₄), 7,14 (t, 2H, 5-C₆H₄), 7,17 (s, 4H, *m*-Trip) ppm.

¹³C-NMR (100,6 MHz, C₆D₆): δ 23,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,2 (*o*-CH(CH₃)₂), 25,3 (*p*-CH(CH₃)₂), 30,8 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 120,8 (6-C₆H₄), 121,8 (*m*-Trip), 122,4 (4-C₆H₄), 127,9 (5-C₆H₄), 132,4 (3-C₆H₄), 130,0 (2-C₆H₄), 137,2 (*i*-Trip), 146,5 (*o*-Trip), 148,2 (*p*-Trip), 150,4 (1-C₆H₄) ppm.

⁷Li-NMR (155,5 MHz, C₆D₆): δ -0,11 ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1604 m, 1592 m, 1585 sh, 1567 m, 1508 m, 1484 sh, 1361 s, 1336 s, 1308 s br, 1242 vs br, 1193 s, 1158 ms, 1128 m, 1102 m, 1069 m, 1056 m, 1004 m, 953 w, 938 m, 919 w, 882 sh, 875 ms, 774 m, 756 vs, 727 ms, 693 w, 654 ms, 591 w, 555 w, 484 w.

Elementaranalyse (C₄₂H₅₄LiN₃) gef. (ber.) [%]: C 83,37 (82,99); H 8,93 (8,96); N 6,95 (6,91).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.2.2 und Anhang, Tabellen A19–A21

III.2.2 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}natrium ([NaN₃Tph₂], **6a**)

Man rührt eine Suspension von klein geschnittenen Natriumstücken (Überschuss) in einer *n*-Heptan Lösung (60 ml) des Triazens **1a** (1,20 g, 2,00 mmol) und dekantiert nach 2 Stunden von

verbleibendem Alkalimetall ab. Das Volumen der tiefgelben Reaktionslösung wird durch Destillation im Vakuum auf etwa die Hälfte reduziert, der ausgefallene Feststoff unter Erwärmen gelöst und der Ansatz über Nacht bis zur Bildung eines gelben kristallinen Niederschlags aufbewahrt. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 0,92 g (1,22 mmol, 74%).

$^1\text{H-NMR}$ (250,1 MHz, C_6D_6): δ 0,82 + 0,97 (2 \times d, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,05 (d, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,22 (d, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,77 (m, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,91 (m, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,95–7,57 (m, 10H, verschiedene Aryl-H), 8,27 (d, 2H, 6- C_6H_4) ppm.

$^{13}\text{C-NMR}$ (62,9 MHz, C_6D_6): δ 23,8 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 30,7 + 31,0 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 114,2 + 115,0 (6- C_6H_4), 139,2 + 139,5 (*i*-Trip), 146,5 + 147,9 (*o*-Trip), 148,2 + 148,6 (*p*-Trip), 149,7 + 151,2 (1- C_6H_4) ppm. Weitere Signale konnten wegen starker Signalverbreiterung und -überlappung nicht zugeordnet werden.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1603 m, 1583 m, 1567 m, 1505 m, 1456 vs, 1436 sh, 1418 sh, 1378 s, 1362 ms, 1305 m, 1299 m, 1267 m, 1242 s, 1227 s, 1167 m, 1149 m, 1101 w, 1067 w, 1068 m, 1053 m, 1041 w, 1002 ms, 944 w, 933 w, 879 ms, 861 w, 841 w, 781 sh, 751 vs, 716 s, 654 m, 646 m, 626 w, 594 m, 528 w, 481 w, 460 w, 434 w.

Elementaranalyse ($\text{C}_{42}\text{H}_{54}\text{NaN}_3$) gef. (ber.) [%]: C 80,93 (80,86); H 8,76 (8,72); N 6,71 (6,74).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.2.2 und Anhang, Tabellen A22–A24

III.2.3 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}kalium ($[\text{KN}_3\text{Tph}_2]$, **7a**)

Die Synthese erfolgte analog zur Darstellung der Natriumverbindung aus überschüssigem metallischem Kalium im Überschuss und Triazen **1a** (0,903 g, 1,50 mmol).

Ausbeute: 0,826 g, intensiv gelbe Nadeln (1,29 mmol, 86%); Smp. 326–332 °C (leichte Zers.), Farbänderung nach orange bei 270°C.

$^1\text{H-NMR}$ (250,1 MHz, C_6D_6): δ 0,82 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,05 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 1,07 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,62 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,03 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,89 (s, 4H, *m*-Trip), 7,02 (t, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, 2H, 4- C_6H_4), 7,16 (d, 2H, 3- C_6H_4), 7,39 (t, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, 2H, 5- C_6H_4), 8,38 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, 2H, 6- C_6H_4) ppm.

^{13}C -NMR (62,9 MHz, C_6D_6): δ 23,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,2 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,5 (*p*-CH(CH₃)₂), 30,6 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,1 (*p*-CH(CH₃)₂), 114,8 (6- C_6H_4), 119,5 (*m*-Trip), 120,5 (4- C_6H_4), 128,9 (5- C_6H_4), 129,3 (3- C_6H_4), 130,7 (2- C_6H_4), 140,9 (*i*-Trip), 148,9 (*o*-Trip), 147,4 (*p*-Trip), 153,2 (1- C_6H_4) ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1602 m, 1584 s, 1561 m, 1481 sh, 1437 s, 1358 ms, 1298 s br, 1266 s, 1236 vs br, 1212 sh, 1195 sh, 1147 m, 1126 m, 1102 m, 1068 m, 1055 m, 1035 w, 1002 ms, 946 w, 932 m, 898 w, 881 ms, 860 m, 841 w, 822 w, 786 m, 765 sh, 749 vs, 714 ms, 658 ms, 645 m, 624 w, 593 w, 545 w, 529 w, 477 m, 450 w.

EI-MS (70 eV): m/z (%): 639,4 (100) [M^+], 573,4 (2) [Tph_2NH^+].

Elementaranalyse ($\text{C}_{42}\text{H}_{54}\text{KN}_3$) gef. (ber.) [%]: C 78,20 (78,82); H 8,48 (8,50); N 6,58 (6,57).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.3.2 und Anhang, Tabellen A25–A27

III.2.4 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}rubidium ($[\text{RbN}_3\text{Tph}_2]$, **8a**)

Die Synthese erfolgte analog zur Darstellung der Natriumverbindung aus metallischem Rubidium im Überschuss und Triazen **1a** (0,903 g, 1,50 mmol).

Ausbeute: 0,675 g, intensiv gelber Feststoff (0,99 mmol, 66%); Smp. 342–345 °C.

^1H -NMR (250,1 MHz, C_6D_6): δ 0,84 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,04 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 1,07 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,60 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,06 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,88 (s, 4H, *m*-Trip), 7,01 (t, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, 4- C_6H_4), 7,01 (d, 2H, 3- C_6H_4), 7,39 (t, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, 5- C_6H_4), 8,42 (d, $^3J_{\text{HH}}=8,2$ Hz, 2H, 6- C_6H_4).

^{13}C -NMR (62,9 MHz, C_6D_6): δ 23,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,1 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 30,6 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,3 (*p*-CH(CH₃)₂), 115,0 (6- C_6H_4), 119,8 (*m*-Trip), 120,4 (4- C_6H_4), 128,8 (5- C_6H_4), 129,5 (3- C_6H_4), 130,6 (2- C_6H_4), 141,3 (*i*-Trip), 147,5 (*p*-Trip), 148,8 (*o*-Trip), 153,9 (1- C_6H_4).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1602 w, 1583 m, 1565 w, 1508 w, 1437 s, 1436 s, 1378 s, 1358 m, 1337 vw br, 1298 m, 1266 m, 1246 vs 1225 vs, 1195 m, 1168 w, 1147 w, 1125 w, 1068 w, 1054 w, 1036 w, 1002 m, 946 vw, 931 w, 880 m, 859 w, 765 sh, 749 vs, 715 m, 704 m, 657 m, 645 w, 593 w, 478 w.

Elementaranalyse (für $\text{C}_{42}\text{H}_{54}\text{N}_3\text{Rb}$) gef. (ber.) [%]: C 74,49 (73,50); H 8,18 (7,93); N 5,92 (6,12).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.2.2 und Anhang, Tabellen A28–A30

III.2.5 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}caesium ([CsN₃Tph₂], **9a**)

Die Synthese erfolgte analog zur Darstellung der Natriumverbindung aus metallischem Caesium im Überschuss und Triazen **1a** (0,602 g, 1,00 mmol).

Ausbeute: 0,668 g, intensiv gelber Feststoff (0,91 mmol, 91%); Smp. 340–358 °C.

¹H-NMR (250,1 MHz, C₆D₆): δ 0,88 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,01 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 1,08 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,59 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,10 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,88 (s, 4H, *m*-Trip), 7,01 (t, ³J_{HH}=7,3 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,12 (d, 2H, 3-C₆H₄), 7,40 (t, ³J_{HH}=7,6 Hz, 2H, 5-C₆H₄), 8,47 (d, ³J_{HH}=7,6 Hz, 2H, 6-C₆H₄).

¹³C-NMR (62,9 MHz, C₆D₆): δ 23,9 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,1 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 30,7 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,4 (*p*-CH(CH₃)₂), 115,2 (6-C₆H₄), 120,4 (*m*-Trip), 120,4 (4-C₆H₄), 128,8 (5-C₆H₄), 129,6 (3-C₆H₄), 130,5 (2-C₆H₄), 141,8 (*i*-Trip), 147,4 (*p*-Trip), 148,6 (*o*-Trip), 154,6 (1-C₆H₄).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1602 w, 1582 s, 1561 m, 1480 sh, 1434 sh, 1358 s, 1334 m, 1299 s, 1284 sh, 1266 s, 1243 vs, 1221 vs, 1194 vs, 1146 ms, 1124 m, 1100 ms, 1068 m, 1054 m, 1039 w, 1001 ms, 945 w, 932 w, 921 w, 879 ms, 860 w, 842 w, 820 w, 784 w, 765 sh, 749 vs, 716 ms, 657 ms, 644 m, 592 w, 529 w, 480 m, 451 w.

Elementaranalyse (C₄₂H₅₄CsN₃) gef. (ber.) [%]: C 68,72 (68,74); H 7,41 (7,42); N 5,73 (5,73).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.2.2 und Anhang, Tabellen A31–A33

III.2.6 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}(tetrahydrofuran-O)lithium {[Li(N₃Tph₂)(thf)], **10a**}

Zu einer Lösung des Triazens **1a** (0,60 g, 1,00 mmol) in *n*-Heptan (30 ml) pipettiert man unter Rühren zunächst *n*-Butyllithium (1,00 mmol, 0,40 ml einer 2,5M Lösung in Hexan) und anschließend etwa 1ml Tetrahydrofuran. Nach 30 Minuten wird das Volumen des gelben Ansatzes durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation reduziert, der ausgefallene Feststoff unter Erwärmen gelöst und die erhaltene Lösung über Nacht bei 0 °C bis zur Bildung gelber Kristalle gelagert. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 0,46 g (0,67 mmol, 67%);

$^1\text{H-NMR}$ (250,1 MHz, C_6D_6): δ 1,02 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,15 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,19 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 1,25 (m, 4H, thf), 2,72 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,80 (m, 4H, thf), 3,05 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,99 (t, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,01 (d, 2H, 3-C₆H₄), 7,04 (s, 4H, *m*-Trip), 7,34 (t, 2H, 5-C₆H₄), 8,16 (d, $^3J_{\text{HH}}=8,0$ Hz, 2H, 6-C₆H₄) ppm.

$^{13}\text{C-NMR}$ (62,9 MHz, C_6D_6): δ 24,3 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,3 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,6 (*p*-CH(CH₃)₂), 25,1 (thf), 30,7 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,4 (*p*-CH(CH₃)₂), 67,9 (thf), 117,8 (6-C₆H₄), 120,5 (*m*-Trip), 121,7 (4-C₆H₄), 128,3 (5-C₆H₄), 130,9 (2-C₆H₄), 131,6 (3-C₆H₄), 138,0 (*i*-Trip), 146,7 (*p*-Trip), 147,4 (*o*-Trip), 151,6 (1-C₆H₄) ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1604 w, 1586 s, 1566 m, 1508 w, 1485 s, 1436 vs, 1359 s, 1296 s, 1285 s, 1269 s, 1243 vs br, 1168 m, 1150 m, 1124 w, 1101 m, 1070 m, 1043 s, 1003 s, 935 m, 890 m, 875 s, 862 w, 841 w, 782 w, 758 vs, 750 vs, 719 s, 668 w, 654 s, 643 m, 621 w, 592 m, 552 w, 530 w, 479 m.

$^7\text{Li-NMR}$ (155,5 MHz, C_6D_6): δ 0,95 ppm.

Elementaranalyse (C₄₆H₆₂LiN₃O) gef. (ber.) [%]: C 80,93 (81,26); H 9,16 (9,19); N 6,12 (6,18).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.2.2 und Anhang, Tabellen A34–A36

III.2.7 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}thallium ([TlN₃Tph₂], **11a**)

Man pipettiert TlOEt (0,125 ml, 1,76 mmol) bei 0 °C unter Rühren zu einer Lösung des Triazens **1a** (1,04 g, 1,73 mmol) in 50 ml einer *n*-Heptan/Toluol-Mischung (4:1), erhitzt nach 30 Minuten die resultierende orangefarbene Suspension auf ca. 80°C und entfernt feste Nebenprodukte (hauptsächlich Tl-Metall) durch Zentrifugieren. Die überstehende Lösung wird abdekantiert und über Nacht bis zur Bildung eines orangefarbenen kristallinen Feststoffes aufbewahrt. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 1,08 g (1,34 mmol, 77%); Smp. 289–293 °C (Zers.).

$^1\text{H-NMR}$ (250,1 MHz, C_6D_6): δ 1,02 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,06 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,14 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,67 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,90 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 6,99 (td, $^3J_{\text{HH}}=7,2$ Hz, $^4J_{\text{HH}}=1,2$ Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,10 (s, 4H, *m*-Trip), 7,09 (dd, $^3J_{\text{HH}}=7,33$ Hz, $^4J_{\text{HH}}=1,8$ Hz, 2H, 3-C₆H₄), 7,36 (td, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, $^4J_{\text{HH}}=1,7$ Hz, 2H, 5-C₆H₄), 8,13 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,3$ Hz, 2H, 6-C₆H₄).

^{13}C -NMR (62,9 MHz, C_6D_6 , 338 K): δ 24,2 (br, p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 24,2 (br, o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 24,4 (o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 30,7 (o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 34,5 (p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 115,7 (6- C_6H_4), 121,7 (br, m -Trip), 122,3 (4- C_6H_4), 128,6 (5- C_6H_4), 130,3 (3- C_6H_4), 130,8 (2- C_6H_4), 137,9 (br, i -Trip), 148,0 (br, o -Trip), 148,1 (br, p -Trip), 152,3 (br, 1- C_6H_4).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1603 m, 1587 ms, 1564 m, 1483 sh, 1359 s, 1344 m, 1300 vs br, 1269 sh, 1248 vs br, 1209 sh, 1168 ms, 1150 ms, 1126 m, 1102 ms, 1068 ms, 1054 ms, 1038 m, 1003 ms, 947 w, 935 m, 920 w, 895 w, 879 ms, 860 m, 841 w, 821 w, 782 w, 751 vs, 714 ms, 655 ms, 646 sh, 624 w, 593 w, 527 w, 477 m.

Elementaranalyse ($\text{C}_{42}\text{H}_{54}\text{N}_3\text{Ti}$) gef. (ber.) [%]: C 62,40 (62,64); H 6,82 (6,76); N 5,25 (5,22).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.3.2 und Anhang, Tabellen A37–A39

III.3 Darstellung von heteroleptischen Zink-, Aluminium-, Eisen(II)- und Erbiumtriazeniden durch Metallierung von **1a**

III.3.1 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido- $\text{N,N}'$ }methylzink {[ZnMe(N_3Tph_2)], **12a**}

Zu einer Lösung des Triazens **1a** (1,20 g, 2,00 mmol) in *n*-Heptan (50 ml) pipettiert man Dimethylzink (2,10 mmol, 2,10 mL einer 1M Lösung in *n*-Heptan). Nach 2 Stunden wird ein Teil des Lösungsmittels durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation entfernt, der ausgefallene Feststoff durch Erwärmen gelöst und die erhaltene Lösung über Nacht bei 0 °C bis zur Bildung orangefarbener Kristalle gelagert. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 1,01 g (1,48 mmol, 74%); Smp. 250–262 °C.

^1H -NMR (400,1 MHz, C_6D_6): δ -1,46 (s, 3H, ZnMe), 1,03 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 12H, o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 1,06 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 12H, o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 1,25 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 12H, p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,79 (sep, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 2H, p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,79 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 4H, o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 6,96 (td, $^3J_{\text{HH}}=7,5$ Hz, $^4J_{\text{HH}}=1,3$ Hz, 2H, 4- C_6H_4), 7,00 (d, $^3J_{\text{HH}}=7,0$ Hz, 2H, 3- C_6H_4), 7,09 (s, 4H, m -Trip), 7,23 (td, $^3J_{\text{HH}}=7,6$ Hz, $^4J_{\text{HH}}=2,2$ Hz, 2H, 5- C_6H_4), 8,14 (d, $^3J_{\text{HH}}=8,1$ Hz, 2H, 6- C_6H_4) ppm.

^{13}C -NMR (100,6 MHz, C_6D_6): δ -14,1 (s, ZnMe), 24,2 (o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 24,2 (p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 24,5 (o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 30,8 (o - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 34,8 (p - $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 117,2 (6- C_6H_4), 121,9 (m -Trip), 124,1 (4- C_6H_4),

128,6 (5- C_6H_4), 131,2 (2- C_6H_4), 131,7 (3- C_6H_4), 134,3 (*i*-Trip), 146,2 (*p*-Trip), 147,1 (*o*-Trip), 149,1 (1- C_6H_4) ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1605 m, 1592 m, 1568 m, 1488 s, 1455 vs, 1361 s, 1272 s br, 1169 s, 1096 s, 1068 s, 1055 ms, 1047 ms, 1004 s, 967 w, 947 w, 938 s, 920 m, 879 s, 861 m, 840 m, 828 w, 780 m, 749 vs, 729 vs, 658 s, 624 m, 580 s, 526 m, 496 m, 479 s, 460 m.

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.4.2 und Anhang, Tabellen A40–A42

III.3.2 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}ethylzink {[ZnEt(N₃Tph₂)], **13a**}

Zu einer Lösung des Triazens **1a** (0,60 g, 1,00 mmol) in *n*-Heptan (30 mL) pipettiert man Diethylzink (1,05 mmol, 1,05 mL einer 1M Lösung in *n*-Heptan). Nach 2 Stunden wird ein Teil des Lösungsmittels durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation entfernt, der ausgefallene Feststoff durch Erwärmen gelöst und die erhaltene Lösung über Nacht bei 0 °C bis zur Bildung orangefarbener Kristalle gelagert. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 0,50 g (0,72 mmol, 72%); Smp. 214–229 °C.

¹H-NMR (400,1 MHz, C₆D₆): δ -0,59 (q, ³ J_{HH} =8,1 Hz, 2H, ZnCH₂CH₃), 0,80 (t, ³ J_{HH} =8,1 Hz, 3H, ZnCH₂CH₃), 1,04 (d, ³ J_{HH} =6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,07 (d, ³ J_{HH} =6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,26 (d, ³ J_{HH} =6,9 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,81 (sep, ³ J_{HH} =6,8 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,82 (sep, ³ J_{HH} =6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,97 (td, ³ J_{HH} =7,6 Hz, ⁴ J_{HH} =1,1 Hz, 2H, 4- C_6H_4), 6,98 (dd, ³ J_{HH} =7,3 Hz, ⁴ J_{HH} =1,6 Hz, 2H, 3- C_6H_4), 7,14 (s, 4H, *m*-Trip), 7,23 (td, ³ J_{HH} =7,4 Hz, ⁴ J_{HH} =2,5 Hz, 2H, 5- C_6H_4), 8,07 (d, ³ J_{HH} =8,1 Hz, 2H, 6- C_6H_4) ppm.

¹³C-NMR (100,6 MHz, C₆D₆): δ 0,1 (s, ZnCH₂CH₃), 12,6 (s, ZnCH₂CH₃), 24,1 (*p*-CH(CH₃)₂), 24,2 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,4 (*o*-CH(CH₃)₂), 30,8 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,7 (*p*-CH(CH₃)₂), 117,7 (6- C_6H_4), 122,0 (*m*-Trip), 124,0 (4- C_6H_4), 128,6 (5- C_6H_4), 131,0 (2- C_6H_4), 131,7 (3- C_6H_4), 134,6 (*i*-Trip), 146,6 (*p*-Trip), 147,0 (*o*-Trip), 148,9 (1- C_6H_4) ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1606 m, 1591 m, 1568 m, 1488 m, 1411 w, 1306 s br, 1288 s, 1271 s, 1260 s, 1213 m, 1168 m, 1096 m, 1068 m, 1054 m, 1047 m, 1004 s, 947 w, 937 ms, 919 w, 875 s, 860 sh, 842 w, 779 w, 753 vs, 727 s, 668 sh, 658 s, 625 m, 592 w, 575 w, 543 m, 526 m, 495 w, 478 m, 460 w, 419 w.

Elementaranalyse (für C₄₄H₅₉N₃Zn) gef. (ber.) [%]: C 76,09 (76,00); H 8,49 (8,55); N 6,12 (6,04).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.4.2 und Anhang, Tabellen A43–A45

III.3.3 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'} dimethylaluminium {[AlMe₂(N₃Tph₂)], **14a**}

Zu einer Lösung des Triazens **1a** (1,20 g, 2,00 mmol) in *n*-Heptan (30 ml) pipettiert man Trimethylaluminium (2,1 mmol, 1,05 ml einer 2M Lösung in Toluol). Nach 2 Stunden wird ein Teil des Lösungsmittels durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation entfernt, der ausgefallene Feststoff durch Erwärmen gelöst und die erhaltene Lösung über Nacht bei 0 °C bis zur Bildung gelber Kristalle gelagert. Durch Aufarbeiten der Mutterlauge läßt sich ein weiterer Anteil gewinnen.

Ausbeute: 1,05 g (1,60 mmol, 80%); Smp. 193–208 °C.

¹H-NMR (200,1 MHz, C₆D₆): δ -1,01 (s, 6H, AlMe₂), 1,04 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,06 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,25 (d, ³J_{HH}=6,9 Hz, 12H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,69 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,84 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,97 (t, ³J_{HH}=7,2 Hz, 2H, 4-C₆H₄), 7,10 (d, ³J_{HH}=7,5 Hz, 2H, 3-C₆H₄), 7,15 (s, 4H, *m*-Trip), 7,14 (t, 2H, 5-C₆H₄), 7,36 (d, ³J_{HH}=8,2 Hz, 2H, 6-C₆H₄) ppm.

¹³C-NMR (50,3 MHz, C₆D₆): δ -11,1 (s, AlMe₂), 23,3 (*o*-CH(CH₃)₂), 24,2 (*p*-CH(CH₃)₂), 25,6 (*o*-CH(CH₃)₂), 31,0 (*o*-CH(CH₃)₂), 34,9 (*p*-CH(CH₃)₂), 119,9 (6-C₆H₄), 121,6 (*m*-Trip), 125,4 (4-C₆H₄), 128,5 (5-C₆H₄), 132,0 (2-C₆H₄), 132,6 (3-C₆H₄), 134,4 (*i*-Trip), 143,8 (*p*-Trip), 147,0 (*o*-Trip), 149,1 (1-C₆H₄) ppm.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1607 m, 1593 m, 1569 m, 1507 sh, 1489 s, 1359s, 1282 vs br, 1208 m, 1188 m, 1167 w, 1128 w, 1097 m, 1068 w, 1055 w, 1050 m, 1005 m,s 941 m, 878 ms, 873 ms, 850 w, 839 w, 780 w, 768 sh, 763 s, 756 vs, 730 m, 703 vs, 668 sh, 657 ms, 623 w, 587 m, 529 m, 495 w, 480 w, 416 w.

Elementaranalyse (C₄₄H₆₀N₃Al) gef. (ber.) [%]: C 80,39 (80,32); H 9,24 (9,19); N 6,33 (6,39).

III.3.4 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'} {bis(trimethylsilyl)amido-N} eisen {[FeN(SiMe₃)₂(N₃Tph₂)], **15a**}

Eine Lösung von Triazen **1a** (1,20 g, 2,00 mmol) und Fe{N(SiMe₃)₂}₂ (0,75 g, 2,00 mmol) in *n*-Heptan (30 ml) wird über Nacht gerührt und anschließend ein Teil des Lösungsmittels durch Destillation im Vakuum entfernt. Geringe Anteile unlöslicher Nebenprodukte werden durch Zentri-

fugation abgetrennt und die erhaltene Lösung über Nacht bei $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis zur Bildung hellbrauner Kristalle gelagert.

Ausbeute: 1,22 g (1,49 mmol, 74%).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.4.2 und Anhang, Tabellen A46–A48

III.3.5 Darstellung von {1,3-Bis(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)triazenido-N,N'}bis(methylcyclopentadienyl)erbium

{[(MeC₅H₄)₂Er(N₃Tph₂)], **16a**}

Eine Lösung des Triazens **1a** (0,48 g, 0,8 mmol) und Er(C₅H₄Me)₃ (0,32 g, 0,8 mmol) in Toluol (20 ml) wird 16 Stunden bei 80°C gerührt und anschließend das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der verbleibende Feststoff wird mit *n*-Heptan eluiert und die Lösung für einige Tage bei 0 °C aufbewahrt, bis sich gelbe, bzw. in Abhängigkeit von der Blickrichtung, rosafarbene Kristalle von **16a** gebildet haben.

Ausbeute: 0,37 g (0,42 mmol, 52%); Smp. 182–194 °C.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1606 m, 1583 w, 1571 m, 1509 m, 1488 ms, 1436 vs, 1406 vs, 1381 vs, 1361 s, 1347 mw, 1338 w, 1317 m, 1297 sh, 1266 s, 1247 vs br, 1226 vs, 1210 vs, 1167 ms, 1152 ms, 1128 w, 1102 s, 1066 ms, 1057 s, 1050 ms, 1043 ms, 1029 s, 1004 s, 959 w, 931 ms, 892 w, 878 vs, 854 w, 831 s, 799 s, 787 vs, 775 vs, 762 vs, 754 vs, 723 m, 700 ms, 654 vs, 625 m, 594 w, 577 w, 558 w, 530 m, 512 s, 480 m, 435 w.

Elementaranalyse (C₅₄H₆₈ErN₃) gef. (ber.) [%]: C 69,88 (70,01); H 7,32 (7,40); N 4,52 (4,54).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.4.2 und Anhang, Tabellen A49–A51

III.4 Pentafluorphenyl-erdalkalimetall- und Pentafluorphenyl-europiumtriazenide als Prekursoren für molekulare Metallfluoride und homoleptische Metalltriazenide

III.4.1 Darstellung von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6, 2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido N,N'')-pentafluorphenyl-bis(tetrahydrofuran)calcium {[Dmp(Tph)N₃CaC₆F₅(thf)₂], **17b**}

Eine Mischung aus Triazen **1b** (0,635 g, 1,00 mmol), Bis(pentafluorphenyl)quecksilber (0,535 g, 1,00 mmol) und Calciumstücken (1,4 g, 35 mmol) wird in THF (ca. 40 ml) 14 Stunden gerührt. Anschließend wird das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert und der zurückbleibende schmutziggrüne Feststoff mit einer Mischung aus *n*-Heptan, Toluol und THF im Verhältnis 8:1:1 eluiert. Man trennt die unlöslichen Nebenprodukte durch Zentrifugieren ab und entfernt einen Teil des Lösungsmittels durch Vakuumdestillation. Die erhaltene smaragdgrüne Lösung wird über Nacht bei 5 °C bis zur Bildung gelber Kristalle des Bis(tetrahydrofuran)-Komplexes **17b** gelagert.

Ausbeute: 0,73 g (0,74 mmol, 74%).

¹H-NMR (250,1 MHz, C₆D₆): δ 1,04, 1,12, 1,16 (3× d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 3× 6H, *o*- + *p*-CH(CH₃)₂), 1,26 (m, 8H, THF), 1,99 (s, 6H, *p*-CH₃), 2,07 (s, 12H, *o*-CH₃), 2,64 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 2H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,71 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 1H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,38 (m, 8H, THF), 6,43–7,11 (m, 7H, verschiedene Aryl-H), 6,72 (s, 4H, *m*-Mes), 6,98 (s, 2H, *m*-Trip).

¹³C-NMR (62,9 MHz, C₆D₆): δ 20,8 (*o*-CH₃), 20,8 (*p*-CH₃), 23,6, 24,0, 25,2 (*o*- + *p*-CH(CH₃)₂), 25,4 (THF), 30,7 (*o*-CH(CH₃)₂), 33,3 (*p*-CH(CH₃)₂), 68,4 (THF), 119,4, 120,9, 122,1, 123,1, 127,5, 129,2, 129,9, 131,8 (aromatische CH), 131,3, 131,7, 132,0, 135,5, 135,6, 136,7, 141,1, 145,8, 146,4, 150,1 (aromatische C), Signale des C₆F₅-Restes konnten wegen Signalüberlappungen und ihrer geringen Intensität nicht vollständig ermittelt und zugeordnet werden.

¹⁹F-NMR (235,4 MHz, C₆D₆): δ -159,4 (m, 2F, *m*-C₆F₅), -158,7 (tt, ³J_{FF}=29,8 Hz, ⁴J_{FF}=3,4 Hz, 1F, *p*-C₆F₅), -110,7 (m, 2F, *o*-C₆F₅).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1626 w, 1605 m, 1567 m, 1532 m, 1455 vs, 1418 s, 1364 ms, 1300 m, 1256–1231 s br, 1106 w, 1072 ms, 1018 s br, 956 w, 918 ms, 873 m, 856 m, 848 m, 807 w, 780 m, 754 s, 742 m, 687 w, 653 w, 643 w, 601 w, 592 w, 574 m, 530 m, 507 w, 469 w.

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A52–A54

III.4.2 Fluoro(1-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido N,N'')-(tetrahydrofuran)calcium {[Dmp(Tph)N₃CaF(thf)], **18b**}

Eine Mischung aus Triazen **1b** (0,955 g, 1,50 mmol), Bis(pentafluorophenyl)quecksilber (0,802 g, 1,50 mmol) und überschüssigem Calcium wird über Nacht in THF (ca. 50 ml) als Lösungsmittel gerührt. Nach Zugabe von Phenylsilan (0,15 ml, 1,5 mmol) rührt man weitere 24 Stunden bei Zimmertemperatur und entfernt anschließend alle flüchtigen Bestandteile durch Vakuumdestillation. Der verbleibende Feststoff wird in *n*-Heptan aufgenommen, die unlöslichen Nebenprodukte durch Zentrifugieren abgetrennt und das Volumen der erhaltenen klaren grünen Lösung durch Vakuumdestillation reduziert. Nach mehrwöchiger Lagerung bei –20 °C haben sich hellgelbe Kristalle von **18b** gebildet.

Ausbeute: 0,29 g (0,38 mmol, 25%).

¹H-NMR (250,1 MHz, C₆D₆): δ 0,99, 1,06, 1,16 (3× d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 3× 6H, *o*- + *p*-CH(CH₃)₂), 1,25 (m, 4H, THF), 2,18 (s, 6H, *p*-CH₃), 2,07 (s, 12H, *o*-CH₃), 2,45 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 2H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,76 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 1H, *p*-CH(CH₃)₂), 3,11 (m, 4H, THF), 6,84–7,12 (m, 7H, verschiedene Aryl-H), 6,79 (s, 4H, *m*-Mes), 6,99 (s, 2H, *m*-Trip).

¹⁹F-NMR (235,4 MHz, C₆D₆): δ –71,8.

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A55–A57

III.4.3 Darstellung von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N)trimethylzinn {Dmp(Tph)N₃SnMe₃, **19b**}

Analog zur Vorschrift III.4.1 wird zunächst aus überschüssigem Calcium, **1b** (0,636 g, 1,00 mmol) und Hg(C₆F₅)₂ (0,534 g, 1 mmol) eine Lösung von **17a** in ca. 50 ml THF synthetisiert. Zu dieser

Lösung gibt man Me₃SnF (0,366 g, 1,0 mmol), rührt weitere 3 Stunden und entfernt anschließend das Lösungsmittel. Der verbleibende Feststoff wird mit *n*-Heptan behandelt und unlösliche Nebenprodukte werden durch Zentrifugieren abgetrennt. Die erhaltene grüngelbe Lösung wird durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation eingeeengt, der ausgefallene Feststoff durch Erwärmen gelöst und die abgetrennte Lösung mehrere Tage bei 5 °C bis zur Bildung blaß-gelber Kristalle von **19b** gelagert.

Ausbeute: 0,46 g (0,58 mmol, 58%); Smp. 148–168°C.

¹H-NMR (400,1 MHz, C₆D₆): δ -0,30 (s, 3H, SnCH₃; ²J_{119SnH}=57,8 Hz), 1,00, 1,17 (2× d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 2× 6H, *o*-CH(CH₃)₂), 1,27 (d, ³J_{HH}=6,8 Hz, 6H, *p*-CH(CH₃)₂), 2,15 (s, 6H, *p*-CH₃), 2,17 (s, 12H, *o*-CH₃), 2,63 (sep, ³J_{HH}=6,8 Hz, 2H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,83 (sep, ³J_{HH}=6,9 Hz, 1H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,87 (s, 4H, *m*-Mes), 6,78–7,19 (m, 7H, verschiedene Aryl-H), 7,02 (s, 2H, *m*-Trip).

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1936 w, 1879 w, 1756 w, 1721 w, 1610 s, 1581 s, 1567 s, 1509 s, 1456 vs br, 1316 m, 1258 ms, 1233 ms, 1196 s, 1188 s, 1166 vs, 1096 m, 1066 m, 1005 m, 966 m, 939 m, 874 s, 847 vs, 807 s, 780 vs, 766 vs, 752 vs, 739 s, 690 m, 652 vs, 626 w, 600 m, 593 s, 576 m, 548 s, 527 vs, 512 s, 495 w, 481 w, 461 w, 445 w.

Elementaranalyse (C₄₈H₆₁N₃Sn) gef. (ber.) [%]: C 72,76 (72,18); H 7,44 (7,70); N 5,28 (5,26).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A58–A60

III.4.4 Darstellung von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N)phenylsilan {Dmp(Tph)N₃SiH₂Ph, **20b**}

Analog zur Vorschrift III.4.1 wird zunächst aus überschüssigem Calcium, **1b** (0,953 g, 1,5 mmol) und Hg(C₆F₅)₂ (0,802 g, 1,50 mmol) eine Lösung von **17a** in ca. 50 ml THF synthetisiert. Hierzu gibt man Phenylsilan (0,15 ml, 1,5 mmol), rührt weitere 24 Stunden und entfernt anschließend das Lösungsmittel. Der verbleibende Feststoff wird mit *n*-Heptan behandelt und unlösliche Nebenprodukte werden durch Zentrifugieren abgetrennt. Die erhaltene gelbrote Lösung wird durch Destillation im Vakuum bis zur einsetzenden Kristallisation eingeeengt, der ausgefallene Feststoff durch Erwärmen gelöst und die abgetrennte Lösung mehrere Tage bei 5 °C bis zur Bildung blaß-gelber Kristalle von **20b** gelagert.

Ausbeute: 0,355 g (0,48 mmol, 32%).

$^1\text{H-NMR}$ (400,1 MHz, C_6D_6): δ 0,95, 0,99, ($2 \times \text{d}$, $^3J_{\text{HH}}=6,8$ Hz, $2 \times 6\text{H}$, $o\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 1,25 (d, $^3J_{\text{HH}}=6,8$ Hz, 6H , $p\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,10 (s, 12H , $o\text{-CH}_3$), 2,10 (s, 6H , $p\text{-CH}_3$), 2,81 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,9$ Hz, 2H , $p\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,62 (sep, $^3J_{\text{HH}}=6,8$ Hz, 1H , $o\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 4,62 (2H , SiH_2), 6,69 (s, 4H , $m\text{-Mes}$), 6,61–7,20 (m, 12H , verschiedene Aryl-H), 7,00 (s, 2H , $m\text{-Trip}$).

$^{29}\text{Si NMR}$ (62.9 MHz, C_6D_6): δ -37,7.

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 2165 m, 1458 vs, 1426 m, 1419 m, 1358 m, 1319 w, 1270 w, 1248 w, 1230 w, 1186 w, 1158 ms, 1140 vs br, 1115 m, 1097 m, 1053 w, 1043 w, 1004 m, 980 m, 937 s, 867 vs, 859 vs, 850 vs, 809 m, 786 s, 774 s, 767 s, 758 s, 741 m, 734 m, 698 m, 688 m, 663 m, 620 w, 605 m, 557 m, 536 m, 528 m, 507 w, 458 w, 420 w.

Elementaranalyse ($\text{C}_{51}\text{H}_{59}\text{N}_3\text{Si}$): gef. (ber.) [%]: C 81,70 (82,54); H 7,92 (8,01); N 5,64 (5,66).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A61–A63

III.4.5 Darstellung von Bis(1-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6, 2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')strontium ([{Dmp(Tph)N₃}₂Sr], **21b**)

Eine Suspension aus Triazen **1b** (0,953 g, 1,50 mmol), Bis(pentafluorophenyl)quecksilber (0,802 g, 1,50 mmol) und Strontiumstücken (2,1 g, 24 mmol) in 50 ml THF wird über Nacht gerührt. Aus der resultierenden grünen Reaktionsmischung entfernt man alle flüchtigen Bestandteile durch Vakuumdestillation, behandelt den Rückstand mit *n*-Heptan und separiert unlösliche Nebenprodukte durch Zentrifugieren. Nach Zugabe von Phenylsilan (0,15 mL, 1,5 mmol) rührt man weitere 17 Stunden bei 70 °C. Wiederum werden unlösliche Nebenprodukte durch Zentrifugieren abgetrennt und das Volumen der erhaltenen klaren gelben Lösung durch Vakuumdestillation reduziert. Die Lagerung bei -20 °C führt über Nacht zur Bildung eines leuchtend gelben, mikrokristallinen Niederschlags von **21b**.

Ausbeute: 0,42 g (0,309 mmol, 41% {Ligandenbasiert}).

Für eine Einkristallstrukturbestimmung geeignete Kristalle des Packungskomplexes **21b** · (C_6H_6)_{1,5} wurden durch Kristallisation aus einer *n*-Heptan/Benzol-Mischung erhalten.

$^1\text{H-NMR}$ (400,1 MHz, [D_8]Toluol): δ 0,89, 1,15, 1,17 ($3 \times \text{d}$, $^3J_{\text{HH}} = 6,7$ Hz, $3 \times 12\text{H}$, $o\text{-} + p\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,16 (s, 24H , $o\text{-CH}_3$), 2,12 (s, 12H , $p\text{-CH}_3$), 2,69 (sep, $^3J_{\text{HH}} = 6,7$ Hz, 4H , $o\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,92 (sep, $^3J_{\text{HH}} = 6,7$ Hz, 2H , $p\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$), 6,72 (s, 8H , $m\text{-Mes}$), 6,53–7,23 (m, 14H , verschiedene Aryl-H), 7,14 (s, 4H , $m\text{-Trip}$).

^{13}C NMR (62,9 MHz, $[\text{D}_8]\text{Toluol}$): δ 20,9 (*p*- CH_3), 21,1 (*o*- CH_3), 23,0, 23,7, 24,7 (*o+p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 30,5 (*o*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 33,1 (*p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 121,6, 122,2, 125,4, 125,5, 126,1, 128,2, 129,0, 129,3 (aromatische CH), 128,5, 130,9, 134,9, 135,8, 136,0, 137,2, 139,3, 147,7, 148,0, 149,3 (aromatische C).

Elementaranalyse ($\mathbf{21b} \cdot (\text{C}_6\text{H}_6)_{1,5}$ { $\text{C}_{99}\text{H}_{113}\text{N}_6\text{Sr}$ }) gef. (ber.) [%]: C 79,20 (79,63); H 7,95 (7,72); N 5,88 (6,19).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A64–A66

III.4.6 Darstellung von Bis(1-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6, 2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')(1,2-dimethoxyethan-O,O')strontium ([{Dmp(Tph)N₃}₂Sr(dme)], **22b**)

Der Komplex wurde durch Kristallisation von 0,30 g (0,22 mmol) der solvensfreien Verbindung **21b** aus einer Mischung von ca. 5 mL *n*-Heptan und zwei Tropfen 1,2-Dimethoxyethan bei $-20\text{ }^\circ\text{C}$ erhalten.

Ausbeute: 0,19 g (0,12 mmol, 55%). Die für die Charakterisierung benutzten Kristalle enthielten ein Molekül *n*-Heptan je Formeleinheit.

^1H -NMR (250,1 MHz, $[\text{D}_{10}]\text{DME}$): δ 0,77, 0,94, 1,22 ($3 \times \text{d}$, $^3J_{\text{HH}} = 6,95\text{ Hz}$, $3 \times 6\text{H}$, *o+p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 1,91 (s, 12H, *o*- CH_3), 2,18 (s, 6H, *p*- CH_3), 2,55 (sep, $^3J_{\text{HH}} = 6,8\text{ Hz}$, 2H, *p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 2,83 (sep, $^3J_{\text{HH}} = 6,9\text{ Hz}$, 1H, *o*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 3,22 (m, 4H, OCH_2), 3,40 (m, 6H, OCH_3), 6,75 (s, 4H, *m*-Mes), 6,77–7,10 (m, 7H, verschiedene Aryl-H), 6,96 (s, 2H, *m*-Trip).

^{13}C -NMR (100,6 MHz, $[\text{D}_{10}]\text{DME}$): δ 20,9 (*p*- CH_3), 21,0 (*o*- CH_3), 23,9, 24,2, 24,5 (*o+p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 31,0 (*o*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 35,0 (*p*- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 57,8 (OCH_3), 71,7 (OCH_2), 114,2, 121,9, 122,5, 124,8, 126,1, 127,3, 127,7, 129,9 (Aromatische CH), 128,2, 130,2, 134,1, 135,1, 136,1, 136,4, 137,8, 138,5, 148,0, 148,9 (Aromatische C); 14,3, 23,4, 29,3, 32,6 (*n*-Heptan).

Elementaranalyse ($\text{C}_{101}\text{H}_{130}\text{SrN}_6\text{O}_2$) gef. (ber.) [%]: C 77,99 (78,38); H 8,32 (8,47); N 5,52 (5,43).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A67–A69

III.4.7 Darstellung von Bis(1-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphen-2-yl)-3-(2,4,6, 2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')barium ([{Dmp(Tph)N₃}₂Ba], **23b**)

Die Synthese wurde analog zur Herstellung von **21b** unter Verwendung von Bariumstücken im Überschuss, Triazen **1b** (0,953 g, 1,5 mmol), Hg(C₆F₅)₂ (0,802 g, 1,5 mmol) und Phenylsilan (0,15 ml, 1,5 mmol) durchgeführt.

Ausbeute: 0,12 g (0,085 mmol, 11%) als leuchtend gelber Feststoff.

¹H-NMR (400,1 MHz, C₆D₆): δ 0,63, 0,78, 1,14 (3 × d, ³J_{HH} = 6,9 Hz, 3 × 12H, *o*+*p*-CH(CH₃)₂), 2,04 (s, 24H, *o*-CH₃), 2,17 (s, 12H, *p*-CH₃), 2,57 (sep, ³J_{HH} = 7,0 Hz, 4H, *o*-CH(CH₃)₂), 2,89 (sep, ³J_{HH} = 7,0 Hz, 2H, *p*-CH(CH₃)₂), 6,77 (s, 8H, *m*-Mes), 6,46–7,28 (m, 14H, verschiedene Aryl-H), 7,24 (s, 4H, *m*-Trip).

¹³C NMR (62,9 MHz, C₆D₆): δ 20,8 (*p*-CH₃), 21,0 (*o*-CH₃), 23,1, 24,2, 24,2 (*o*- + *p*-CH(CH₃)₂), 30,5 (*o*-CH(CH₃)₂), 33,8 (*p*-CH(CH₃)₂), 116,9, 122,0, 122,0, 123,1, 127,7, 128,6, 129,1, 129,4 (aromatische CH), 128,8, 131,5, 136,6, 137,4, 142,0, 142,4, 148,0, 150,3, 150,6, 152,1 (aromatische C).

Elementaranalyse (C₉₀H₁₀₄BaN₆) gef. (ber.) [%]: C 76,90 (76,82); H 7,40 (7,45); N 5,87 (5,97).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A70–A72

III.4.8 Darstellung von Bis(1-(2',4',6'-tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6, 2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')europium ([{Dmp(Tph)N₃}₂Eu], **24b**)

Die Synthese wurde analog zur Herstellung von **21b** unter Verwendung von überschüssigem Europium, Triazen **1b** (0,95 g, 1,5 mmol), Hg(C₆F₅)₂ (0,802 g, 1,5 mmol) und Phenylsilan (0,15 ml, 1,5 mmol) durchgeführt. Der orangefarbene Packungskomplex **23b** · (C₇H₁₄) wurde bei –20 °C aus *n*-Heptan erhalten.

Ausbeute: 0,58 g (0,38 mmol, 51%); Smp. 190–195 °C (Zers.)

IR (Nujol) $\tilde{\nu}$ = 1605 m, 1580 w, 1504sh, 1405m, 1283 ms br, 1192 s, 1178 s, 1128m, 1097 w, 1057 w, 1067 w, 1052 mw, 1033 w br, 1002 m, 934 w, 877 ms, 866 ms, 847 s, 803 m, 787m, 780 ms, 766

vs , 759 s, 754 s, 743 vs, 718 ms, 678 m, 651 ms, 646 ms, 626 w, 555 w, 540 w, 522 m, 514 m, 500 w, 458m, 430 w, 411 w.

Elementaranalyse (C₉₇H₁₂₀EuN₆) gef. (ber.) [%]: C 75,68 (76,55); H 7,94 (7,95); N 5,51 (5,52).

Einkristallstrukturanalyse: siehe Kapitel II.5.2 und Anhang, Tabellen A73–A75

III.5 Pentafluorphenyl-erdalkalimetall- und Pentafluorphenyl-europiumtriazenide als Prekursoren für Metallfluorid-Cluster

III.5.1 Thermolyse von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')-pentafluorphenyl-strontium in Tetrahydrofuran

Analog zur Vorschrift III.4.1 wird zunächst aus Strontium im Überschuss, **1b** (0,953 g, 1,5 mmol) und Hg(C₆F₅)₂ (0,802 g, 1,50 mmol) eine Lösung von [Dmp(Tph)N₃SrC₆F₅(thf)_x] in ca. 50 ml THF synthetisiert. Nach 16 Stunden trennt man das überschüssige Metall sowie geringe Mengen unlöslicher Nebenprodukte durch Abdekantieren bzw. Zentrifugieren ab. Die resultierende grüne Lösung wird anschließend weitere 20 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Der ausgefallene voluminöse Niederschlag wird durch Zentrifugieren abgetrennt und dreimal mit Aceton gewaschen. Der hellgraue Feststoff (Probe 1) wird im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 0,40 g (212% bezogen auf SrF₂, 36% bezogen auf "Dmp(Tph)N₃SrF", 95% bezogen auf "(SrF₂)₃{Dmp(Tph)N₃SrF}")

Elementaranalyse gef. [%]: C 35,21; H 1,22; N 3,27. Unvollständige Verbrennung durch Bildung von CF₄.

Weitere Proben wurden mit heißem *n*-Dodekan behandelt oder bei verschiedenen Temperaturen im Ofen ausgelagert.

Probe 2: Dodekan 190 °C / 18 h

Elementaranalyse gef. [%]: C 35,00; H 2,25.

Probe 3: Ofen 300 °C / 19 h

Elementaranalyse gef. [%]: C 31,26; H 0,38; N 1,54. Unvollständige Verbrennung durch Bildung von CF₄.

Probe 4: Ofen 400 °C / 19 h

Probe 5: Ofen 700 °C / 19 h

Pulverdiffraktogramme der Proben 2–4: siehe Abschnitt II.5.3, Abb. II.26a–II.26c

Thermogravimetrische Untersuchung von Probe 1: siehe Abschnitt II.5.3.

III.5.2 Thermolyse von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')-pentafluorophenyl-europium in Tetrahydrofuran

Analog zur Vorschrift III.4.1 wird zunächst aus Europium im Überschuss, **1b** (0,953 g, 1,5 mmol) und Hg(C₆F₅)₂ (0,802 g, 1,50 mmol) eine Lösung von [Dmp(Tph)N₃EuC₆F₅(thf)_x] in ca. 50 ml THF synthetisiert. Nach 16 Stunden trennt man das überschüssige Metall sowie geringe Mengen unlöslicher Nebenprodukte durch Abdekantieren bzw. Zentrifugieren ab. Die resultierende grüne Lösung wird anschließend weitere 20 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Der ausgefallene voluminöse Niederschlag wird durch Zentrifugieren abgetrennt, in ca. 10 ml *n*-Dodecan suspendiert und drei Tage auf 190 °C erhitzt. Das Alkan wird abdekantiert und der verbleibende beigefarbene Feststoff dreimal mit Petrolether gewaschen and anschließend im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 0,18 g (63% bezogen auf EuF₂, 15% bezogen auf "Dmp(Tph)N₃EuF")

Elementaranalyse gef. [%]: C 29,38; H 5,27; N 0,42.

Ein Teil des Feststoffs wird unter Luftzutritt im Ofen erhitzt (5h: 25 °C → 500 °C; 19h: 500 °C).

Untersuchungen zur Lumineszenz: siehe Abschnitt II.5.3, Abb. II.27

III.5.3 Thermolyse von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')-pentafluorophenyl-calcium in Tetrahydrofuran

Analog zur Vorschrift III.4.1 wird zunächst aus überschüssigem Calcium, **1b** (0,953 g, 1,5 mmol) und $\text{Hg}(\text{C}_6\text{F}_5)_2$ (0,802 g, 1,50 mmol) eine Lösung von $[\text{Dmp}(\text{Tph})\text{N}_3\text{CaC}_6\text{F}_5(\text{thf})_x]$ in ca. 50 ml THF synthetisiert. Nach 16 Stunden trennt man das überschüssige Metall sowie geringe Mengen unlöslicher Nebenprodukte durch Abdekantieren bzw. Zentrifugieren ab. Die resultierende grüne Lösung wird anschließend weitere 20 Stunden unter Rückfluß erhitzt, der ausgefallene voluminöse Niederschlag durch Zentrifugieren abgetrennt, dreimal mit Aceton gewaschen und anschließend im Vakuum getrocknet.

Elementaranalyse gef. [%]: C 50,41; H 3,01; N 1,97.

Ein Teil des Feststoffs wird unter Luftzutritt im Ofen erhitzt (18h, 300 °C).

Elementaranalyse gef. [%]: C 42,22; H 1,94; N 2,40.

III.5.4 Thermolyse einer Mischung von (1-(2',4',6'-Tri-*iso*-propylbiphenyl-2-yl)-3-(2,4,6,2'',4'',6''-hexamethyl-1,1':3';1''-terphenyl-2'-yl)triazenido-N,N'')-pentafluorophenyl-strontium und -europium in Tetrahydrofuran

Analog zur Vorschrift III.4.1 synthetisierte Reaktionsmischungen von $[\text{Dmp}(\text{Tph})\text{N}_3\text{SrC}_6\text{F}_5(\text{thf})_x]$ und $[\text{Dmp}(\text{Tph})\text{N}_3\text{EuC}_6\text{F}_5(\text{thf})_x]$ in Tetrahydrofuran werden in einem Volumenverhältnis von ca. 97 zu 3 gemischt und 2 Tage unter Rückfluß erhitzt. Der ausgefallene voluminöse Niederschlag wird durch Zentrifugieren abgetrennt, dreimal mit *n*-Heptan gewaschen and anschließend im Vakuum getrocknet.

Ein Teil des Feststoffs wird in wenig *n*-Dodecan suspendiert und der Ansatz zwei Tage auf 190 °C erhitzt. Das Alkan wird abdekantiert, der verbleibende Feststoff 3-mal mit *n*-Heptan gewaschen und anschließend im Vakuum getrocknet. Weiterer Teile des Feststoffs werden unter Luftzutritt im Ofen erhitzt (5h: 25 °C → 300 °C; 19h: 300 °C) bzw. (5h: 25 °C → 500 °C; 19h: 500 °C).

Untersuchungen zur Lumineszenz: siehe Abschnitt II.5.3, Abb. II.27

Probe 1: nicht erhitzt

IR (KBr-Preßling) $\tilde{\nu}$ = 2964 w, 2928 w, 2871 vw, 1630 m br, 1473 vs br, 1238 m, 1148 w, 1104 vw, 995 sh, 967 s, 878 vw, 850 vw, 840 vw, 782 vw, 708 s, 559 vw, 526 vw, 465 vw br.

Probe 2: Dodecan 190 °C

IR (KBr-Preßling) $\tilde{\nu}$ = 2960 w, 2930 m, 2858 vw, 1721 w br, 1631 m br, 1471 vs, 1384 w, 1237 m, 1097 m br, 995 sh, 969 ms, 779 vw, 708 ms, 556 vw br, 463 w br.

Probe 3: Ofen 300 °C

IR (KBr-Preßling) $\tilde{\nu}$ = 2960 sh, 2925 w, 2860 vw, 1628 ms br, 1473 vs br, 1384 w, 1237 w, 1177 vw, 993 sh, 971 m, 936 vw, 783 vw, 708 m, 608 w br, 474 vw.

Probe 4: Ofen 500 °C

IR (KBr-Preßling) $\tilde{\nu}$ = 1635 ms br, 1476 m br, 1230 ms, 1157 ms, 1103 s br, 783 w, 709 w, 626 w, 555 w, 504 w, 469 m br.

Literatur- und Anmerkungsverzeichnis

- [1] (a) *Lanthanides: Chemistry and Use in Organic Synthesis* (Kobayashi, S.; Ed.), Springer, Berlin, **1999**; (b) Cotton, S.; *Lanthanide and Actinide Chemistry*, John Wiley, Chichester, **2006**.
- [2] (a) Britovsek, G. J. P.; Gibson, V. C.; Wass, D. F. *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 448; (b) Gibson, V. C.; Spitzmesser, S. K. *Chem. Rev.* **2003**, *103*, 283.
- [3] (a) Edelmann, F. T. *Angew. Chem.* **1995**, *107*, 2647; (b) Anwander, R.; Herrmann, W. A. *Topics Curr. Chem.* **1996**, *179*, 1; (c) Edelmann, F. T.; Freckmann, D. M. M.; Schumann, H. *Chem. Rev.* **2002**, *102*, 1851.
- [4] (a) Barker, J.; Kilner, M. *Coord. Chem. Rev.* **1994**, *133*, 219; (b) Edelmann, F. T. *Adv. Organomet. Chem.* **2008**, *57*, 183.
- [5] Bourget-Merle, L.; Lappert, M. F.; Severn, J. R. *Chem. Rev.* **2002**, *102*, 3031.
- [6] Zeimentz, P. M.; Arndt, S.; Elvidge, B. R.; Okuda, J. *Chem. Rev.* **2006**, *106*, 2404.
- [7] Hinsichtlich erster Beispiele von kationischen Ln^{II}-Organylen mit σ -gebundenen Liganden siehe: Deacon, G. B.; Forsyth, C. M. *Chem. Eur. J.* **2004**, *10*, 1798.
- [8] (a) Bambirra, S.; van Leusen, D.; Meetsma, A.; Hessen, B.; Teuben, J. H. *Chem. Commun.* **2003**, 522; (b) Bambirra, S.; Bouwkamp, M. W.; Meetsma, A.; Hessen, B. *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, *126*, 9182; (c) Lee, L. W. M.; Piers, W. E.; Elsegood, M. R. J.; Clegg, W.; Parvez, M. *Organometallics* **1999**, *18*, 2947; (d) Hayes, P. G.; Piers, W. E.; McDonald, R. *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, *124*, 2132; (e) Hayes, P. G.; Piers, W. E.; Parvez, M. *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, *125*, 5622; (f) Hayes, P. G.; Welch, G. C.; Emslie, D. J. H.; Noack, C. L.; Piers, W. E.; Parvez, M. *Organometallics* **2003**, *22*, 1577; (g) Hayes, P. G.; Piers, W. E.; Parvez, M. *Organometallics* **2005**, *24*, 1173; (h) Knight, L. K.; Piers, W. E.; McDonald, R. *Organometallics* **2006**, *25*, 3289.
- [9] Moore, D. D.; Robinson, S. D. *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **1986**, *30*, 1.
- [10] Vrieze, K.; van Koten, G. in *Comprehensive Coordination Chemistry*; Wilkinson, G. (ed.), Pergamon Press, Oxford, **1987**, Vol. 2, p 189.
- [11] Neuere Beispiele: (a) Colson, S. F.; Robinson, S. D.; Tocher, D. A. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1990**, 629; (b) Menon, M.; Pramanik, A.; Chattopadhyay, S.; Bag, N.;

Chakravorty, A. *Inorg.Chem.* **1995**, *34*, 1361; (c) Luker, T.; Whitby, R. J.; Webster, M. J. *Organomet. Chem.* **1995**, *492*, 53; (d) Horner, M.; Galvan, J. M.; Beck, J. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **1995**, *621*, 1755; (e) Ang, H. G.; Koh, L. L.; Yang, G. Y. *Chem.Commun.* **1996**, 1075; (f) Ang, H. G.; Koh, L. K.; Ang, S. G.; Ng, S. Y.; Yang, G. Y. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1996**, 4083; (g) Cotton, F. A.; Daniels, L. M.; Maloney, D. J.; Murillo, C. A. *Inorg. Chim. Acta* **1996**, *242*, 31; (h) Guzei, I. A.; Liable-Sands, L. M.; Rheingold, A. L.; Winter, C. H. *Polyhedron*, **1997**, *16*, 4017; (i) Ruiz, J.; Lopez, J. F. J.; Rodriguez, V.; Perez, J.; de Arellano, M. C. R.; Lopez, G. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2001**, 2683; (j) Hörner, M.; Carratu, V. S.; Herbst-Irmer, R.; Mossmer, C. M.; Strähle, J. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **2003**, *629*, 219; (k) da Silva, C. F. B.; Schwarz, S.; Mestres, M. G.; Lopez, S. T.; Strähle, J. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **2004**, *630*, 1919; (l) Hörner, M.; de Oliveira, G. M.; Visentin, L. do C.; Cesar, R. S. *Inorg. Chim. Acta.* **2006**, *359*, 4667; (m) El-Kadr, O. M.; Heeg, M. J.; Winter, C. H. *Dalton Trans.* **2006**, 1943; (n) Albertin, G.; Antoniutti, S.; Bedin, M.; Castro, J.; Garcia-Fontan, S. *Inorg. Chem.* **2006**, *45*, 3816; (o) Nuricumbo-Escobar, J. J.; Campos-Alvarado, C.; Ríos-Moreno, G.; Morales-Morales, D.; Walsh, P. J.; Parra-Hake, M. *Inorg. Chem.* **2007**, *46*, 6182; (p) Yu, Y.; Sadique, A. R.; Smith, J. M.; Dugan, T. R.; Cowley, R. E.; Brennessel, W. W.; Flaschenriem, C. J.; Bill, E.; Cundari, T. R.; Holland, P. L. *J. Am. Chem. Soc.* **2008**, *130*, 6624.

[12] Al: (a) Leman, J. T.; Barron, A. R. *Organometallics* **1989**, *8*, 1828; (b) Leman, J. T.; Barron, A. R.; Ziller, J. W.; Kren, R. M. *Polyhedron*, **1989**, *8*, 1909; (c) Leman, J. T.; Braddock-Wilking, J.; Coolong, A. J.; Barron, A. R. *Inorg. Chem.* **1993**, *32*, 4324; (d) Braddock-Wilking, J.; Leman, J. T.; Farrar, C. T.; Larsen, S. C.; Singel, D. J.; Barron, A. R.; *J. Am. Chem. Soc.* **1995**, *117*, 1736; Ga: (e) Uhl, W.; Hahn, I.; Wartchow, R. *Chem. Ber.* **1997**, *130*, 417; (f) Uhl, W.; El-Hamdan, A.; Lawerenz, A. *Eur. J. Inorg. Chem.* **2005**, 1056; In: (g) Leman, J. T.; Roman, H. A.; Barron, A. R.; *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1992**, 2183; (h) Leman, J. T.; Roman, H. A.; Barron, A. R. *Organometallics* **1993**, *12*, 2986; Tl: (i) Beck, J.; Strähle, J. Z. *Naturforsch.* **1986**, *B41*, 1381; (i) Hörner, M.; Fenner, H.; Beck, J.; Hiller, W. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **1989**, *571*, 69; (j) Hörner, M.; de Oliveira, A. B.; Beck, J. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **1997**, *623*, 65; (k) Hörner, M.; de Oliveira, G. M.; Bresolin, L.; de Oliveira, A. B. *Inorg. Chim. Acta.* **2006**, *359*, 4631.

[13] Gantzel, P.; Walsh, P. J. *Inorg. Chem.* **1998**, *37*, 3450.

[14] Westhusin, S.; Gantzel, P.; Walsh, P. J. *Inorg. Chem.* **1998**, *37*, 5956.

[15] Hörner, M.; da Silva, A. M.; Fenner, H. Z. *Anorg. Allg. Chem.* **2007**, *633*, 776.

- [16] Pfeiffer, D.; Guzei, I. A.; Liable-Sands, L. M.; Heeg, M. J.; Rheingold, A. L.; Winter, C. H. *Organomet. Chem.* **1999**, 588, 167.
- [17] Hauber, S.-O.; Lissner, F.; Deacon, G. B.; Niemeyer, M. *Angew. Chem.* **2005**, *117*, 6021. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2005**, *44*, 5871.
- [18] Balireddi, S.; Niemeyer, M. *Acta Crystallogr.* **2007**, *E63*, o3525.
- [19] Hauber, S.-O.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2005**, *44*, 8644.
- [20] Niemeyer, M. *unpublizierte Arbeiten*.
- [21] Hauber, S.-O.; Niemeyer, M. *unpublizierte Arbeiten*.
- [22] Nimitsiriwat, N.; Gibson, V. C.; Marshall, E. L.; Takolpuckdee, P.; Tomov, A. K.; White, A. J. P.; Williams, D. J.; Elsegood, M. R. J.; Dale, S. H. *Inorg. Chem.* **2007**, *46*, 9988.
- [23] Barrett, A. G. M.; Crimmin, M. R.; Hill, M. S.; Hitchcock, P. B.; Kociok-Köhn, G.; Procopiou, P. A. *Inorg. Chem.* **2008**, *47*, 7366.
- [24] Alexander, S. G.; Cole, M. L.; Forsyth, C. M.; Furfari, S. K.; Konstas, K. *Dalton Trans.* **2009**, 2326.
- [25] Johnson, A. L.; Willcocks, A. M.; Richards, S. P. *Inorg. Chem.* **2009**, *48*, 8613.
- [26] Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2006**, *45*, 6126.
- [27] Lee, H. S.; Hauber, S.-O.; Vinduš, D.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2008**, *47*, 4401.
- [28] (a) Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chem.* **2010**, *49*, 730; (b) Lee, H. S.; Niemeyer, M. *Inorg. Chim. Acta* **2011**, *374*, 163.
- [29] Mene, C. *Jahresberichte* **1861**, 496.
- [30] Grieb, P. *Ann. Chem. Pharm.* **1860**, 337.
- [31] Kimball, D. B.; Haley, M. M. *Angew. Chem.* **2002**, *114*, 3484.
- [32] Hartmann, N.; Niemeyer, M., *Synth. Commun.* **2001**, *31*, 3839.
- [33] The chemistry of amidines and imidates, Patai, S.; Rappoport, Z. (ed.), Wiley, Chichester, UK, **1991**.
- [34] (a) Anulewicz, R. M. *Acta Cryst.* **1997**, *C53*, 345; (b) Hörner, M.; Casagrande, I. C.; Bordinhao, J.; Mössmer, C. M. *Acta Cryst.* **2002**, *C58*, o193; (c) Hörner, M.; Bresolin, L.; Bordinhao, J.; Hartmann, E.; Strähle, J. *Acta Cryst.* **2003**, *C59*, o426; (d) Karadayi, N.; Çakmak, S.; Odabaşo, M.; Büyükgüngör, O. *Acta Cryst.* **2005**, *C61*, o303.
- [35] Die Auslenkungsellipsoide sind auf 30% skaliert.
- [36] Die Auslenkungsellipsoide sind auf 50% skaliert.
- [37] Wasserstoffatome wurden der besseren Übersicht wegen nicht gezeichnet.
- [38] Von fehlgeordneten Gruppen ist nur jeweils eine Besetzungslage dargestellt.

- [39] Darstellung ohne kokristallisiertes Solvens.
- [40] Hauber, S.-O.; Seo, J. W.; Niemeyer, M., *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2010**, 636, 750.
- [41] (a) Badiei, Y. M.; Warren, T. H. *J. Organomet. Chem.* **2005**, 690, 5989; (b) Jazdzewski, B. A.; Holland, P. L.; Pink, M.; Young Jr., V. G.; Spencer, D. J. E.; Tolman, W. B. *Inorg. Chem.* **2001**, 40, 6097; (c) Spencer, D. J. E.; Reynolds, A. M.; Holland, P. L.; Jazdzewski, B. A.; Duboc-Toia, C.; Le Pape, L.; Yokota, S.; Tachi, Y.; Itoh, S.; Tolman, W. B. *Inorg. Chem.* **2002**, 41, 6307; (d) Dias, H. V. R.; Singh, S. *Inorg. Chem.* **2004**, 43, 5786; (e) Badiei, Y. M.; Krishnaswamy, A.; Melzer, M. M.; Warren, T. H. *J. Am. Chem. Soc.* **2006**, 128, 15056; (f) Bruce, M. I.; Ostaszewski, A. P. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1973**, 2433; (g) Dias, H. V. R.; Lu, H.-L.; Gorden, J. D.; Jin, W. *Inorg. Chem.* **1996**, 35, 2149; (h) Ardizzoia, G. A.; La Monica, G.; Maspero, A.; Masciocchi, N.; Moret, M. *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, 1301.
- [42] Falvello, L. R.; Urriolabeitia, E. P.; Mukhopadhyay, U.; Ray, D. *Acta Cryst.* **1999**, C55, 170.
- [43] Hermann, H. L.; Boche, G.; Schwerdtfeger, P. *Chem. Eur. J.* **2001**, 7, 5333.
- [44] (a) Li, X.; Ding, J.; Jin, W.; Cheng, Y. *Inorg. Chim. Acta* **2009**, 362, 233; (b) Böttcher, L.; Walther, D.; Görls, H. *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2003**, 629, 1208.
- [45] Hanusa, T. P. in *Comprehensive Coordination Chemistry II*, Vol. 3, Ch. 1, McCleverty, J. A.; Meyer, T. J. (eds.), Elsevier, Oxford, **2004**, pp. 1.
- [46] Weiss, E. *Angew. Chem.* **1993**, 105, 1565; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1993**, 32, 1501.
- [47] (a) Setzer, W. N.; von R. Schleyer, P. *Adv. Organomet. Chem.* **1985**, 24, 354; (b) Schade, C.; von R. Schleyer, P. *Adv. Organomet. Chem.* **1987**, 27, 169; (c) Smith, J. D. *Adv. Organomet. Chem.* **1999**, 43, 354.
- [48] Die bekannten Beispiele sind auf einige Lithiumverbindungen beschränkt: a) die Silanide und Germanide [LiE(SiMe₂Bu)₃] (E = Si, Ge); Nakamoto, M.; Fukawa, T.; Lee, V. Y.; Sekiguchi, A. *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, 124, 15160; b) das β-Diketiminat [Li{TbtNC(Me)CHC(Me)NMe₂}] (Tbt = 2,4,6-[CH(SiMe₃)₂]₃C₆H₂, Me₃ = mesityl); Takeda, N.; Hamaki, H.; Tokitoh, N. *Chem. Lett.* **2004**, 33, 134.
- [49] (a) Cole, M. L.; Davies, A. J.; Jones, C.; Junk, P. C. *New J. Chem.* **2005**, 29, 1404 und weitere dort zitierte Literatur; (b) Cole, M. L.; Davies, A. J.; Jones, C.; Junk, P. C. *J. Organomet. Chem.* **2004**, 689, 3093.
- [50] siehe z. B.: Viehhaus, T.; Walz, A.; Niemeyer, M.; Schwarz, W.; Weidlein, J. *Z. anorg. allg. Chem.* **2000**, 626, 2040.
- [51] Nicholas, J. B.; Hay, B. P.; Dixon, D. A. *J. Phys. Chem. A* **1999**, 103, 1394.

- [52] Gaussian 03, Revision D.01: Frisch, M. J.; Trucks, G. W.; Schlegel, H. B.; Scuseria, G. E.; Robb, M. A.; Cheeseman, J. R.; Montgomery, Jr., J. A.; Vreven, T.; Kudin, K. N.; Burant, J. C.; Millam, J. M.; Iyengar, S. S.; Tomasi, J.; Barone, V.; Mennucci, B.; Cossi, M.; Scalmani, G.; Rega, N.; Petersson, G. A.; Nakatsuji, H.; Hada, M.; Ehara, M.; Toyota, K.; Fukuda, R.; Hasegawa, J.; Ishida, M.; Nakajima, T.; Honda, Y.; Kitao, O.; Nakai, H.; Klene, M.; Li, X.; Knox, J. E.; Hratchian, H. P.; Cross, J. B.; Adamo, C.; Jaramillo, J.; Gomperts, R.; Stratmann, R. E.; Yazyev, O.; Austin, A. J.; Cammi, R.; Pomelli, C.; Ochterski, J. W.; Ayala, P. Y.; Morokuma, K.; Voth, G. A.; Salvador, P.; Dannenberg, J. J.; Zakrzewski, V. G.; Dapprich, S.; Daniels, A. D.; Strain, M. C.; Farkas, O.; Malick, D. K.; Rabuck, A. D.; Raghavachari, K.; Foresman, J. B.; Ortiz, J. V.; Cui, Q.; Baboul, A. G.; Clifford, S.; Cioslowski, J.; Stefanov, B. B.; Liu, G.; Liashenko, A.; Piskorz, P.; Komaromi, I.; Martin, R. L.; Fox, D. J.; Keith, T.; Al-Laham, M. A.; Peng, C. Y.; Nanayakkara, A.; Challacombe, M.; Gill, P. M. W.; Johnson, B.; Chen, W.; Wong, M. W.; Gonzalez, C.; Pople, J. A. Gaussian, Inc., Pittsburgh PA, 2003.
- [53] B3LYP-Funktional mit 6-31G* Basissatz, C₁-Symmetrie und "tight"-Konvergenzkriterium; Nullpunktsenergie-korrigierte relative Energien. Analytische Frequenzanalysen zeigen, daß beide Konformere Minima auf der Potentialenergiehyperfläche darstellen.
- [54] Lee, A. G. *The Chemistry of Thallium*; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 1971.
- [55] Housecroft, C. E.; Sharpe, A. G. *Inorganic Chemistry*, 2nd ed., Pearson, Harlow, 2005.
- [56] Dumas, J. B. A. *Compt. Rend.* **1862**, *55*, 866.
- [57] Wiberg, N. *Holleman - Wiberg - Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 102nd ed.; de Gruyter: Berlin, **2007**.
- [58] Shannon, R. D. *Acta Crystallogr.* **1976**, *A32*, 751.
- [59] Der Shannon-Ionenradius von Rb⁺ (1,66 Å) ist sogar dem Ionenradius von Tl⁺ ähnlicher. Allerdings wurden diese Radien an Verbindungen mit harten wenig polarisierbaren Gegenanionen wie O²⁻ oder F⁻ bestimmt. Wie schon Mudring und Rieger [65] festgestellt haben, sind zum Vergleich der Gitterkonstanten Verbindungen mit schwach koordinierenden Gegenionen besser geeignet, um die Unterschiede in den Ionenradien herauszuarbeiten: z.B. M₂PtCl₆ [*a*(K₂PtCl₆) = 9,745 Å, *a*(Rb₂PtCl₆) = 9,904 Å und *a*(Tl₂PtCl₆) = 9,775 Å].
- [60] Basu, S.; Rambo, R. P.; Strauss-Soukup, J.; Cate, J. H.; Ferré-D'Amaré, A. R.; Strobel, S. A.; Doudna, J. A. *Nat. Struct. Biol.* **1998**, *5*, 986.

- [61] Gill, M. L.; Strobel, S. A.; Loria, J. P. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 16723.
- [62] z. B. M_2SO_4 (M = K, Tl). Die Halogenide MX (X = Cl, Br, I) kristallisieren in der Steinsalz- (am stabilsten für M = K) und Cäsiumchloridstruktur (am stabilsten für M = Tl). TlF und das gelbe TlI liegen dagegen in verzerrten Varianten der Steinsalzstruktur vor. Siehe Wells, A. F. *Structural Inorganic Chemistry*, 5th ed., Oxford: Clarendon Press, 1984.
- [63] Wiesbrock, F.; Schmidbaur, H. *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, *125*, 3622.
- [64] (a) Janiak, C. *Coord. Chem. Rev.* **1997**, *163*, 107; (b) Schulz, S. *Comprehensive Organometallic Chemistry III*; Elsevier: Oxford, 2007; Vol. 3, Chapter 7.
- [65] Mudring, A.-V.; Rieger, F. *Inorg. Chem.* **2005**, *44*, 6240.
- [66] (a) Schumann H.; Kucht, H.; Kucht A.; Gorlitz F. H.; Dietrich, A. *Z. Naturforsch.*, **1992**, *B47*, 1241. (b) Werner, H.; Otto, H.; Kraus, H. J. *J. Organometal. Chem.* **1986**, *315*, C57. (c) Schumann, H.; Janiak, C.; Pickardt, J.; Börner, U. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1987**, *26*, 789. (d) Schumann, H.; Janiak, C.; Khan, M. A.; Zuckerman, J. J. *J. Organometal. Chem.* **1988**, *354*, 7. (e) Deacon, G. B.; Delbridge, E. E. Forsyth, C. M.; Skelton, B. W.; White, A. H. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **2000**, 745.
- [67] (a) Evans, W. J.; Giarikos, D. G.; Ziller, J. W. *J. Organometal. Chem.* **2003**, *688*, 200. (b) Evans, W. J.; Brady, J. C.; Fujimoto, C. H.; Giarikos, D. G.; Ziller, J. W. *J. Organometal. Chem.* **2002**, *649*, 252. (c) Lorberth, J.; Shin, S.-H.; Wocadlo, S.; Massa, W. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1989**, *28*, 735. (d) Yelamos, C.; Heeg, M. J.; Winter, C. H. *Inorg. Chem.* **1998**, *37*, 3892. (e) Wiesbrock, F.; Schmidbaur, H. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2002**, 4703.
- [68] Dinnebier, R. E.; Behrens, U.; Olbrich, F. *Organometallics* **1997**, *16*, 3855.
- [69] (a) Olbrich, F.; Behrens, U. *Z. Kristallogr.-New Cryst. Struct.* **1997**, *212*, 47. (b) Dashti-Mommertz, A.; Neumüller, B.; Melle, S.; Haase, D.; Uhl, W.; *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, *625*, 1828.
- [70] Tesh, K. F.; Hanusa, T. P.; Huffman, J. C. *Inorg. Chem.* **1990**, *29*, 1584.
- [71] Klinkhammer, K. W.; Henkel, S. *J. Organomet. Chem.* **1994**, *480*, 167.
- [72] Weiss, E. *Helv. Chim. Acta* **1963**, *46*, 2051.
- [73] Dahl, L. F.; Davis, G. L.; Wangler, D. L.; West, R. *J. Inorg. Nucl. Chem.* **1962**, *24*, 357.
- [74] Luger, P.; Andre, C.; Rudert, R.; Zobel, D.; Knochel, A.; Krause, A. *Acta Crystallogr.* **1992**, *B48*, 33.

- [75] (a) Smith, J. D. *Adv. Organomet. Chem.* **1999**, *43*, 354; (b) Ruhlandt-Senge, K.; Henderson, K. W.; Andrews, P. C. *Comprehensive Organometallic Chemistry III*; Elsevier: Oxford, 2007; Vol. 2, Chapter 1.
- [76] Für ausgewählte neuere Beispiele von Tl(I)-Verbindungen mit thallophilen Wechselwirkungen und weitere dort zitierte Literatur, siehe: (a) Uhl, W.; Keimling, S. U.; Klinkhammer, K. W.; Schwarz, W. *Angew. Chem. Int. Ed.* **1997**, *36*, 64 (Tl-Alkyle). (b) Hellmann, K. W.; Gade, L. H.; Steiner, A.; Stalke, D.; Moller, F. *Angew. Chem. Int. Ed.* **1997**, *36*, 160 (Tl-Amide). (c) Rheingold, A. L.; Liable-Sands, L. M.; Trofimenko S. *Chem. Commun.* **1997**, 1691 (Tl-Pyrazolylborat). (d) Robert J. Wright, R. J.; Phillips, A. D.; Hino, S. Power, P. P. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 4794. (Tl-Aryle); (e) Childress, M. V.; Millar, D.; Alam, T. M.; Kreisel, K. A.; Yap, G. P. A.; Zakharov, L. N.; Golen, J. A., Rheingold, A. L.; Doerrer, L. H. *Inorg. Chem.* **2006**, *45*, 3864 (Tl-Aroxide). (f) Hill, M. S.; Pongtavornpinyo, R.; Hitchcock, P. B. *Chem. Commun.* **2006**, 3720 (Tl- β -Diketiminat).
- [77] Wright, R. J.; Brynda, M.; Power, P. P. *Inorg. Chem.* **2005**, *44*, 3368.
- [78] Cheng, Y.; Hitchcock, P. B.; Lappert, M. F.; Zhou, M. *Chem. Commun.*, **2005**, 752.
- [79] Hill, M. S.; Hitchcock, P. B.; Pongtavornpinyo, R. *Dalton Trans.*, **2005**, 273.
- [80] Jones, C.; Junk, P. C.; Platts, J. A.; Rathmann, D.; Stasch, A. *Dalton Trans.*, **2005**, 2497.
- [81] Hinsichtlich anderer Verbindungen mit Wechselwirkungen zwischen Kalium-Kationen und Aren-Ringen von Trip-Substituenten vgl. nachfolgende Literaturstellen; dort liegen die K \cdots Centroid-Abstände im Bereich 2,74 bis 3,19 Å. (a) Grisby, W. J.; Power, P. P. *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 7981. (b) Niemeyer, M.; Power, P. P. *Inorg. Chem.* **1996**, *33*, 7264. (c) Niemeyer, M.; Power, P. P. *Inorg. Chem Acta.* **1997**, *263*, 201. (d) Pu, L.; Phillips, A. D.; Richards, A. F.; Stender, M.; Simons, R. S.; Olmstead, M. M.; Power, P. P. *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, *125*, 11626.
- [82] *Cambridge Structural Database*, London, UK, **2009**. Für die Recherche wurde, unter Annahme geringer „ring slippage“, der Bereich der Winkel Tl \cdots Centroid–C auf Werte zwischen 85° und 95° beschränkt. Für kleinere oder größere Werte scheint kein oberes Limit für Tl \cdots Centroid-Abstände zu bestehen.
- [83] Siehe beispielsweise die Literaturstellen [12i],[63],[66e] sowie (a) Schmidbaur, H.; Bublak, W.; Riede, J.; Müller, G. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **1985**, *24*, 414. (b) Noiroto, M. D.; Anderson, O. P.; Strauss, S. H. *Inorg. Chem.* **1987**, *26*, 2216. (c) Schmidbaur, H.; Bublak, B.; Huber, B.; Hoffmann, J.; Müller, G. *Chem. Ber.* **1989**, *122*, 265. (d) Waezsada, S. D.; Belgardt, T.; Noltemeyer, M.; Roesky, H. W. *Angew.*

Chem. Int. Ed. Engl. **1994**, *33*, 1351. (e) Frank, W.; Korrell, G.; Reiss, G. *J. Z. Anorg. Allg. Chem.* **1995**, *621*, 765. (f) Frank, W.; Korrell, G.; Reiss, G. *J. Organomet. Chem.* **1996**, *506*, 293. (g) Kunrath, F. A.; Casagrande, O. L.; Toupet, L.; Carpentier, J.-F. *Eur. J. Inorg. Chem.* **2004**, 4803. (h) Oberbeckmann-Winter, N.; Braunstein, P.; Welter, R. *Organometallics* **2004**, *23*, 6311. (i) Thomas, J. C.; Peters, J. C. *Polyhedron* **2004**, *23*, 2901. (j) Dias, H. V. R.; Singh, S.; Cundari, T. R. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **2005**, *44*, 4907.

- [84] Zhao, Y.; Truhlar, D. G. *J. Phys. Chem. A* **2004**, *108*, 6908.
- [85] Bei Verwendung der Funktionale B3LYP und MPW1PW91 führten zusätzliche diffuse Funktionen zu größeren Abweichungen.
- [86] *NBO* Version 3.1, Glendening, E. D.; Reed, A. E.; Carpenter, J. E.; Weinhold, F.
- [87] Wiberg, K. B. *Tetrahedron* **1968**, *24*, 1083.
- [88] Sutherland, J. W. *J. Phys. Chem.* **1979**, *83*, 789.
- [89] a) Hansen, L. D.; West, B. D.; Baca, E. J.; Blank, C. L. *J. Am. Chem. Soc.* **1968**, *90*, 6588; b) Aten, W. C.; Büchel, K. H. *Z. Naturforsch.* **1970**, *25b*, 961.
- [90] Litlabø, R.; Lee, H. S.; Niemeyer, M.; Törnroos, K. W.; Anwander, R. *Dalton Trans.* **2010**, im Druck.
- [91] Vinduš, D. *Dissertation*, Mainz, **2012**.
- [92] Olmstead, M. M.; Power, P. P.; Shoner, S. C. *Inorg. Chem.* **1991**, *30*, 2547.
- [93] Panda, A.; Stender, M.; Wright, R. J.; Olmstead, M. M.; Klavins, P.; Power, P. P. *Inorg. Chem.* **2002**, *41*, 3909.
- [94] Evans, D. J.; Hill, M. S.; Hitchcock, P. B. *Dalton Trans.* **2003**, 570.
- [95] Niemeyer, M. *Acta Cryst.* **2007**, *E63*, m2188.
- [96] Evans, W. J. *J. Organomet. Chem.* **2002**, *647*, 2.
- [97] Meyer, G. *Angew. Chem.* **2010**, *122*, 3182.
- [98] Liu, F.-Q.; Stalke, D.; Roesky, H. W. *Angew. Chem.* **1995**, *107*, 2004; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1995**, *34*, 1872.
- [99] Nembenna, S.; Roesky, H. W.; Nagendran, S.; Hofmeister, A.; Magull, J.; Wilbrandt, P.-J.; Hahn, M. *Angew. Chem.* **2007**, *119*, 2564; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2007**, *46*, 2512.
- [100] Barrett, A. G. M.; Crimmin, M. R.; Hill, M. S.; Hitchcock, P. B.; Procopiou, P. A. *Angew. Chem.* **2007**, *119*, 6455; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2007**, *46*, 6339.
- [101] Sarish, S. P.; Roesky, H. W.; John, M.; Ringe, A.; Magull, J. *Chem. Commun.* **2009**, 2390.
- [102] Coe, P. L.; Stephens, R.; Tatlow, J. C. *J. Chem. Soc.* **1962**, 3227.

- [103] Roesky, H. W.; Keller, K. *J. Fluorine Chem.* **1998**, *89*, 3.
- [104] (a) Ruspic, C.; Harder, S. *Organometallics* **2005**, *24*, 5506; (b) Fischer, R.; Görls, H.; Westerhausen, M. *Inorg. Chem. Commun.* **2005**, *8*, 1159; (c) Fischer, R.; Gärtner, M.; Görls, H.; Westerhausen, M. *Organometallics* **2006**, *25*, 3496; (d) Fischer, R.; Görls, H.; Westerhausen, M. *Organometallics* **2007**, *26*, 3269; (e) Gärtner, M.; Görls, H.; Westerhausen, M. *Synthesis* **2007**, 725; (f) Westerhausen, M. *Coord. Chem. Rev.* **2008**, *252*, 1516.
- [105] Damian, C. *Staatsexamensarbeit*, Mainz, **2010**.
- [106] Krüger, T.; Ruffer, T.; Lang, H.; Wagner, C.; Steinborn, D. *Inorg. Chem.* **2008**, *47*, 1190.
- [107] Coles, M. P.; Sözerli, S. E.; Smith, J. D.; Hitchcock, P. B. *Organometallics* **2007**, *26*, 6691.
- [108] Harder, S. *Organometallics* **2002**, *21*, 3782.
- [109] El-Kaderi, H. M.; Heeg, M. J.; Winter, C. H. *Organometallics* **2004**, *23*, 4995.
- [110] Cameron, T. M.; Xu, C.; Dipasquale, A. G.; Rheingold, A. L. *Organometallics* **2008**, *27*, 1596.
- [111] (a) Heitmann, D.; Jones, C.; Junk, P. C.; Lippert, K.-A.; Stasch, A. *Dalton Trans.* **2007**, 187; (b) Hill, M. S.; Hitchcock, P. B. *Chem. Commun.* **2003**, 1758.
- [112] (a) Long, D. A.; Steele, D. *Spectrochim. Acta* **1963**, *19*, 1955; (b) Hyams, I. J.; Lippincott, E. R.; Bailey, R. T. *Spectrochim. Acta* **1966**, *22*, 695.
- [113] (a) Blasse, G.; Grabmaier, B. C.; *Luminescent Materials*, Springer-Verlag, Berlin, **1994**; (b) Jüstel, T.; Nikol, H.; Ronda, C. *Angew. Chem.* **1998**, *110*, 3250; (c) Bünzli, J.-C.; Piguet, C. *Chem. Soc. Rev.* **2005**, *34*, 1048.
- [114] Schütze, M. *Angew. Chem.* **1958**, *70*, 697.
- [115] Armarego, W. L. F.; Perrin, D. D., *Purification of laboratory chemicals*, 4. Auflage, Butterworth-Heinemann, Oxford, **1997**.
- [116] Herrmann, W. A. ; Salzer, A. in *Synthetic Methods of Organometallic and Inorganic Chemistry (Herrmann/Brauer)*, Vol. 1, Herrmann, W. A. (ed.), Thieme Verlag, Stuttgart, **1996**.
- [117] Eriksson, H.; Håkansson, M. *Organometallics* **1997**, *16*, 4243.
- [118] Deacon, G. B.; Cosgriff, J. E.; Lawrenz, E. T.; Forsyth, C. M.; Wilkinson, D. L. in *Synthetic Methods of Organometallic and Inorganic Chemistry*, Vol. 6, Herrmann, W. A.; Edelmann, F. T. (eds.), Thieme, Stuttgart, **1997**, S. 48–49.
- [119] von E. Doehring, W.; Depuy, C. H. *J. Am. Chem. Soc.* **1953**, *75*, 5955.
- [120] Gavenonis, J.; Tilley, T. D. *Organometallics* **2002**, *21*, 5549.

- [121] Hope, H. in: *Experimental Organometallic Chemistry: A Practicum in Synthesis and Characterization*, ACS Symp. Ser. 357, Wayda, A. L.; Darensbourg, M. Y. (eds.), American Chemical Society, Washington DC, **1987**.
- [122] Hope, H. *Progr. Inorg. Chem.* **1995**, *41*, 1.
- [123] SHELXTL PC 5.03, Siemens Analytical X-Ray Instruments Inc.: Madison, WI, **1994**.
- [124] Sheldrick, G. M. *Program for Crystal Structure Solution and Refinement*, Universität Göttingen, **1997**.
- [125] North, A. C. T.; Phillips, D. C.; Mathews, F. S. *Acta Cryst.* **1968**, *A24*, 351.
- [126] van der Sluis, P.; Spek, A. L. *Acta Cryst.* **1990**, *A46*, 194.
- [127] Spek, A. L. PLATON-98, Utrecht, **1998**.

Anhang

Tabellen zu den Kristallstrukturdaten

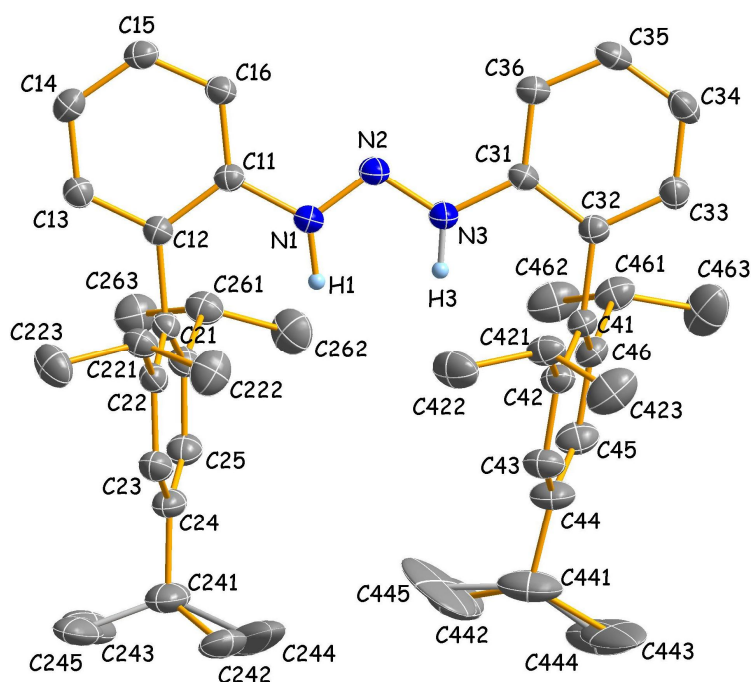
In den folgenden Tabellen A.1 bis A.75 sind die Ortskoordinaten, isotropen und anisotropen Auslenkungsparameter der Nichtwasserstoffatome sowie ein vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen und -winkel aus den entsprechenden Einkristallstrukturanalysen aufgeführt.

In den Molekülbildern sind die Auslenkungsellipsoide, falls nicht anders angegeben, auf 30% skaliert.

Verbindung 1a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 26 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für H1 (s.o.f. = 0,25) und H3 (s.o.f. = 0,75), C242 (s.o.f. = 0,50) und C244 (s.o.f. = 0,50), C243 (s.o.f. = 0,50) und C245 (s.o.f. = 0,50), C442 (s.o.f. = 0,50) und C445 (s.o.f. = 0,50), C443 (s.o.f. = 0,50) und C444 (s.o.f. = 0,50) sowie DFIX-Constraints für die Abstände C241–C242/C241–C243/C241–C244/C241–C245/C441–C442/C441–C443/C441–C444/C441–C445.

Tabelle A.1. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome sowie der Wasserstoffatome H1 (Minoritätslage) und H3 (Majoritätslage) von **1a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
N(1)	1857 (1)	5761 (2)	3811 (1)	43 (1)
H(1)	1640 (30)	6520 (100)	3730 (40)	40 (30)
N(2)	1810 (1)	4749 (2)	4116 (1)	42 (1)
N(3)	1479 (1)	4946 (2)	4298 (1)	44 (1)
H(3)	1326 (10)	5690 (40)	4202 (14)	44 (9)
C(11)	2186 (1)	5621 (2)	3557 (1)	37 (1)
C(12)	2221 (1)	6703 (2)	3202 (1)	36 (1)
C(13)	2529 (1)	6588 (3)	2923 (1)	43 (1)
C(14)	2795 (1)	5447 (3)	2996 (1)	47 (1)
C(15)	2756 (1)	4406 (3)	3357 (1)	46 (1)
C(16)	2456 (1)	4483 (2)	3636 (1)	43 (1)
C(21)	1943 (1)	7958 (2)	3123 (1)	38 (1)
C(22)	2100 (1)	9191 (2)	3395 (1)	41 (1)
C(23)	1842 (1)	10366 (3)	3287 (1)	51 (1)
C(24)	1439 (1)	10350 (3)	2916 (1)	54 (1)
C(25)	1286 (1)	9106 (3)	2666 (1)	52 (1)
C(26)	1524 (1)	7902 (3)	2761 (1)	44 (1)
C(31)	1388 (1)	4027 (2)	4679 (1)	38 (1)
C(32)	1046 (1)	4349 (2)	4876 (1)	38 (1)
C(33)	954 (1)	3460 (3)	5264 (1)	49 (1)

C(34)	1195 (1)	2283 (3)	5447 (1)	54 (1)
C(35)	1531 (1)	1977 (3)	5244 (1)	50 (1)
C(36)	1630 (1)	2834 (2)	4861 (1)	44 (1)
C(41)	786 (1)	5616 (2)	4668 (1)	41 (1)
C(42)	943 (1)	6936 (2)	4858 (1)	47 (1)
C(43)	704 (1)	8087 (3)	4642 (1)	61 (1)
C(44)	318 (1)	8003 (3)	4242 (1)	67 (1)
C(45)	167 (1)	6696 (3)	4061 (1)	61 (1)
C(46)	392 (1)	5486 (3)	4256 (1)	48 (1)
C(221)	2535 (1)	9289 (3)	3821 (1)	46 (1)
C(222)	2501 (1)	9714 (4)	4390 (1)	74 (1)
C(223)	2825 (1)	10261 (3)	3625 (1)	72 (1)
C(241)	1174 (1)	11653 (3)	2784 (1)	81 (1)
C(242)	1145 (3)	12403 (8)	3290 (3)	75 (2)
C(243)	1139 (4)	12200 (12)	2207 (3)	93 (4)
C(244)	907 (5)	11875 (13)	3172 (7)	241 (11)
C(245)	1338 (4)	12614 (10)	2418 (4)	101 (4)
C(261)	1326 (1)	6569 (3)	2491 (1)	52 (1)
C(262)	919 (1)	6244 (4)	2645 (2)	77 (1)
C(263)	1241 (1)	6600 (4)	1860 (1)	70 (1)
C(421)	1368 (1)	7134 (3)	5299 (1)	54 (1)
C(422)	1663 (1)	8053 (3)	5075 (2)	78 (1)
C(423)	1311 (1)	7723 (4)	5832 (2)	89 (1)
C(441)	84 (1)	9313 (4)	3985 (2)	109 (2)
C(442)	33 (5)	9517 (19)	3364 (3)	114 (5)
C(443)	-240 (4)	9591 (19)	4299 (8)	239 (13)
C(444)	-356 (2)	9449 (15)	4046 (6)	121 (5)
C(445)	197 (6)	9600 (20)	3446 (5)	218 (13)
C(461)	213 (1)	4105 (3)	4023 (1)	56 (1)
C(462)	83 (1)	4081 (4)	3387 (1)	86 (1)
C(463)	-158 (1)	3699 (4)	4240 (2)	99 (1)

Tabelle A.2. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **1a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
N(1)	46 (1)	36 (1)	49 (1)	7 (1)	19 (1)	6 (1)
N(2)	40 (1)	39 (1)	47 (1)	4 (1)	13 (1)	3 (1)
N(3)	41 (1)	41 (1)	52 (1)	11 (1)	19 (1)	9 (1)
C(11)	33 (1)	37 (1)	39 (1)	-1 (1)	8 (1)	0 (1)
C(12)	34 (1)	36 (1)	35 (1)	-1 (1)	6 (1)	-1 (1)
C(13)	42 (1)	44 (1)	43 (1)	3 (1)	12 (1)	-2 (1)
C(14)	42 (1)	54 (2)	49 (2)	-7 (1)	17 (1)	-1 (1)
C(15)	42 (1)	40 (1)	56 (2)	-2 (1)	14 (1)	6 (1)
C(16)	44 (1)	37 (1)	50 (2)	5 (1)	15 (1)	3 (1)
C(21)	38 (1)	39 (1)	36 (1)	6 (1)	10 (1)	3 (1)
C(22)	47 (1)	38 (1)	40 (1)	6 (1)	14 (1)	0 (1)
C(23)	61 (2)	40 (1)	55 (2)	2 (1)	20 (1)	4 (1)
C(24)	55 (2)	54 (2)	55 (2)	11 (1)	20 (1)	21 (1)
C(25)	42 (1)	59 (2)	53 (2)	9 (1)	9 (1)	12 (1)
C(26)	41 (1)	47 (2)	41 (1)	8 (1)	8 (1)	4 (1)
C(31)	40 (1)	33 (1)	38 (1)	1 (1)	8 (1)	-1 (1)
C(32)	37 (1)	35 (1)	42 (1)	-2 (1)	10 (1)	-1 (1)
C(33)	56 (2)	45 (2)	51 (2)	-1 (1)	24 (1)	-4 (1)
C(34)	75 (2)	37 (1)	52 (2)	7 (1)	24 (2)	-6 (1)
C(35)	63 (2)	33 (1)	47 (2)	6 (1)	8 (1)	5 (1)
C(36)	47 (1)	37 (1)	47 (1)	1 (1)	11 (1)	5 (1)
C(41)	39 (1)	39 (1)	46 (1)	3 (1)	15 (1)	5 (1)
C(42)	46 (1)	37 (1)	58 (2)	-2 (1)	16 (1)	3 (1)
C(43)	60 (2)	40 (2)	78 (2)	0 (2)	14 (2)	8 (1)

C(44)	61(2)	54(2)	79(2)	3(2)	11(2)	20(2)
C(45)	46(2)	65(2)	64(2)	-1(2)	1(1)	14(1)
C(46)	41(1)	52(2)	53(2)	-1(1)	16(1)	6(1)
C(221)	47(1)	36(1)	51(2)	1(1)	8(1)	-3(1)
C(222)	66(2)	98(3)	54(2)	-12(2)	11(2)	-5(2)
C(223)	55(2)	72(2)	81(2)	17(2)	10(2)	-17(2)
C(241)	87(2)	70(2)	90(3)	14(2)	30(2)	39(2)
C(242)	89(6)	58(5)	78(5)	-12(4)	25(4)	31(4)
C(243)	124(9)	64(6)	75(6)	17(5)	4(5)	34(5)
C(244)	248(19)	85(10)	490(30)	32(12)	260(20)	72(10)
C(245)	139(11)	69(7)	102(7)	34(7)	45(7)	60(7)
C(261)	43(1)	51(2)	54(2)	3(1)	2(1)	1(1)
C(262)	59(2)	80(2)	87(2)	-1(2)	15(2)	-18(2)
C(263)	71(2)	77(2)	54(2)	-9(2)	6(2)	2(2)
C(421)	46(2)	41(1)	71(2)	-9(1)	13(1)	-1(1)
C(422)	62(2)	51(2)	115(3)	1(2)	18(2)	-11(2)
C(423)	68(2)	108(3)	81(2)	-37(2)	9(2)	0(2)
C(441)	97(3)	67(2)	135(4)	3(3)	-12(3)	36(2)
C(442)	74(7)	90(8)	148(10)	46(8)	-14(6)	8(6)
C(443)	119(11)	139(16)	510(40)	158(19)	172(18)	112(11)
C(444)	41(5)	57(6)	223(12)	-7(7)	-26(6)	-3(5)
C(445)	176(19)	170(16)	250(20)	183(15)	-20(13)	41(15)
C(461)	43(2)	59(2)	62(2)	-12(1)	6(1)	2(1)
C(462)	79(2)	89(3)	76(2)	-24(2)	2(2)	13(2)
C(463)	86(2)	88(3)	136(4)	-39(3)	52(2)	-38(2)

Tabelle A.3. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **1a**.

N(1)-N(2)	1,280(3)	C(34)-C(35)	1,381(4)
N(1)-C(11)	1,417(3)	C(35)-C(36)	1,377(3)
N(1)-H(1)	1,00(10)	C(41)-C(42)	1,410(3)
N(2)-N(3)	1,318(3)	C(41)-C(46)	1,410(3)
N(3)-C(31)	1,398(3)	C(42)-C(43)	1,381(4)
N(3)-H(3)	0,87(3)	C(42)-C(421)	1,524(4)
C(11)-C(16)	1,396(3)	C(43)-C(44)	1,373(4)
C(11)-C(12)	1,399(3)	C(44)-C(45)	1,388(4)
C(12)-C(13)	1,397(3)	C(44)-C(441)	1,528(4)
C(12)-C(21)	1,502(3)	C(45)-C(46)	1,397(4)
C(13)-C(14)	1,392(3)	C(46)-C(461)	1,511(4)
C(14)-C(15)	1,385(4)	C(221)-C(222)	1,517(4)
C(15)-C(16)	1,370(3)	C(221)-C(223)	1,522(4)
C(21)-C(22)	1,397(3)	C(241)-C(242)	1,487(4)
C(21)-C(26)	1,418(3)	C(241)-C(244)	1,506(5)
C(22)-C(23)	1,400(3)	C(241)-C(243)	1,510(5)
C(22)-C(221)	1,520(3)	C(241)-C(245)	1,513(5)
C(23)-C(24)	1,382(4)	C(261)-C(263)	1,520(4)
C(24)-C(25)	1,384(4)	C(261)-C(262)	1,539(4)
C(24)-C(241)	1,517(4)	C(421)-C(423)	1,512(4)
C(25)-C(26)	1,389(3)	C(421)-C(422)	1,542(4)
C(26)-C(261)	1,514(4)	C(441)-C(444)	1,511(5)
C(31)-C(32)	1,396(3)	C(441)-C(443)	1,525(5)
C(31)-C(36)	1,403(3)	C(441)-C(442)	1,525(5)
C(32)-C(33)	1,395(3)	C(441)-C(445)	1,527(5)
C(32)-C(41)	1,501(3)	C(461)-C(462)	1,522(4)
C(33)-C(34)	1,389(4)	C(461)-C(463)	1,528(4)
N(2)-N(1)-C(11)	115,8(2)	C(42)-C(41)-C(46)	119,8(2)
N(2)-N(1)-H(1)	118(5)	C(42)-C(41)-C(32)	120,6(2)
C(11)-N(1)-H(1)	125(5)	C(46)-C(41)-C(32)	119,5(2)
N(1)-N(2)-N(3)	110,61(19)	C(43)-C(42)-C(41)	119,3(2)
N(2)-N(3)-C(31)	120,5(2)	C(43)-C(42)-C(421)	118,8(2)

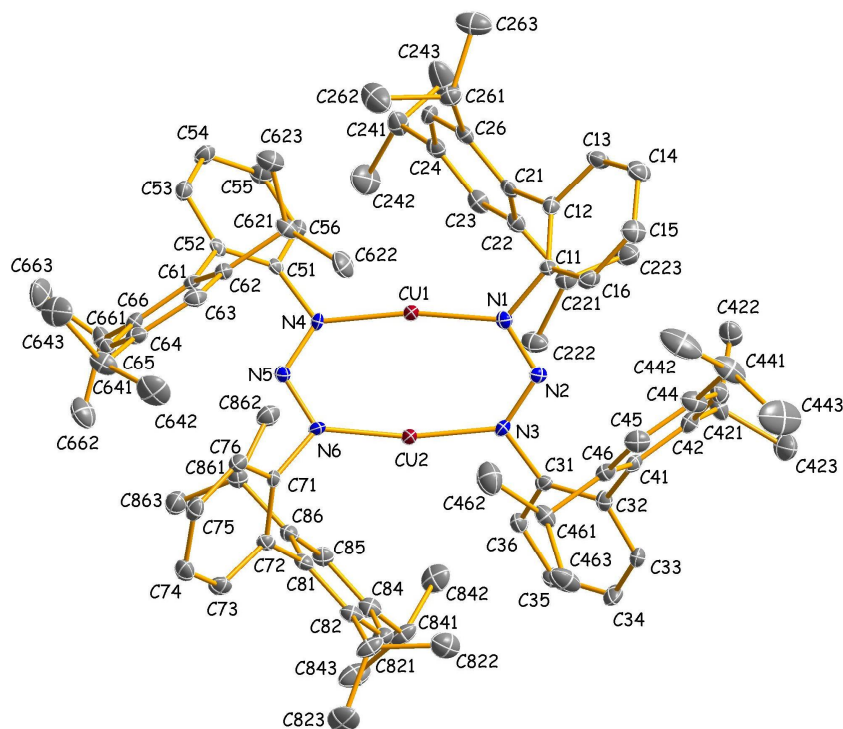
N(2)-N(3)-H(3)	120(2)	C(41)-C(42)-C(421)	121,9(2)
C(31)-N(3)-H(3)	119(2)	C(44)-C(43)-C(42)	122,7(3)
C(16)-C(11)-C(12)	120,9(2)	C(43)-C(44)-C(45)	117,4(3)
C(16)-C(11)-N(1)	123,7(2)	C(43)-C(44)-C(441)	120,4(3)
C(12)-C(11)-N(1)	115,3(2)	C(45)-C(44)-C(441)	122,1(3)
C(13)-C(12)-C(11)	117,7(2)	C(44)-C(45)-C(46)	123,2(3)
C(13)-C(12)-C(21)	120,3(2)	C(45)-C(46)-C(41)	117,6(2)
C(11)-C(12)-C(21)	122,0(2)	C(45)-C(46)-C(461)	120,0(2)
C(14)-C(13)-C(12)	121,5(2)	C(41)-C(46)-C(461)	122,3(2)
C(15)-C(14)-C(13)	119,3(2)	C(222)-C(221)-C(22)	111,1(2)
C(16)-C(15)-C(14)	120,7(2)	C(222)-C(221)-C(223)	111,0(2)
C(15)-C(16)-C(11)	119,9(2)	C(22)-C(221)-C(223)	111,7(2)
C(22)-C(21)-C(26)	119,9(2)	C(242)-C(241)-C(243)	129,6(7)
C(22)-C(21)-C(12)	120,3(2)	C(244)-C(241)-C(243)	132,1(9)
C(26)-C(21)-C(12)	119,9(2)	C(242)-C(241)-C(245)	109,8(6)
C(21)-C(22)-C(23)	119,0(2)	C(244)-C(241)-C(245)	133,1(7)
C(21)-C(22)-C(221)	122,2(2)	C(242)-C(241)-C(24)	113,5(4)
C(23)-C(22)-C(221)	118,8(2)	C(244)-C(241)-C(24)	112,9(6)
C(24)-C(23)-C(22)	122,2(3)	C(243)-C(241)-C(24)	112,2(6)
C(23)-C(24)-C(25)	117,8(2)	C(245)-C(241)-C(24)	110,9(5)
C(23)-C(24)-C(241)	121,2(3)	C(26)-C(261)-C(263)	111,8(2)
C(25)-C(24)-C(241)	121,0(3)	C(26)-C(261)-C(262)	110,9(2)
C(24)-C(25)-C(26)	122,7(2)	C(263)-C(261)-C(262)	110,8(2)
C(25)-C(26)-C(21)	118,4(2)	C(423)-C(421)-C(42)	111,0(2)
C(25)-C(26)-C(261)	119,5(2)	C(423)-C(421)-C(422)	110,9(3)
C(21)-C(26)-C(261)	122,1(2)	C(42)-C(421)-C(422)	111,0(2)
C(32)-C(31)-N(3)	117,0(2)	C(444)-C(441)-C(442)	105,6(8)
C(32)-C(31)-C(36)	120,8(2)	C(443)-C(441)-C(442)	128,0(10)
N(3)-C(31)-C(36)	122,2(2)	C(444)-C(441)-C(445)	124,5(10)
C(33)-C(32)-C(31)	118,0(2)	C(444)-C(441)-C(44)	114,4(7)
C(33)-C(32)-C(41)	122,0(2)	C(443)-C(441)-C(44)	105,9(7)
C(31)-C(32)-C(41)	120,0(2)	C(442)-C(441)-C(44)	115,4(7)
C(34)-C(33)-C(32)	121,1(2)	C(445)-C(441)-C(44)	107,4(7)
C(35)-C(34)-C(33)	120,0(2)	C(46)-C(461)-C(462)	112,1(3)
C(36)-C(35)-C(34)	120,3(2)	C(46)-C(461)-C(463)	110,8(2)
C(35)-C(36)-C(31)	119,7(2)	C(462)-C(461)-C(463)	110,9(3)

Verbindung 2a

Vollständiges

Numerierungsschema:

(50% Ellipsoide)



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 37

Tabelle A.4. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **2a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cu (1)	9459 (1)	5529 (1)	706 (1)	13 (1)
Cu (2)	8314 (1)	6700 (1)	778 (1)	13 (1)
N (1)	10222 (2)	6301 (2)	981 (1)	12 (1)
N (2)	9939 (2)	6972 (2)	1196 (1)	12 (1)
N (3)	9091 (2)	7144 (2)	1172 (1)	12 (1)
N (4)	8577 (2)	4947 (2)	405 (1)	12 (1)
N (5)	7900 (2)	5342 (2)	231 (1)	13 (1)
N (6)	7733 (2)	6149 (2)	349 (1)	12 (1)
C (11)	11173 (2)	6251 (2)	999 (1)	13 (1)
C (12)	11598 (2)	5470 (2)	1120 (1)	14 (1)
C (13)	12523 (2)	5491 (2)	1151 (1)	20 (1)
C (14)	13018 (2)	6238 (2)	1053 (1)	24 (1)
C (15)	12579 (2)	6998 (2)	926 (1)	22 (1)
C (16)	11669 (2)	7009 (2)	903 (1)	17 (1)
C (21)	11119 (2)	4626 (2)	1225 (1)	15 (1)
C (22)	10558 (2)	4577 (2)	1561 (1)	15 (1)
C (23)	10178 (2)	3763 (2)	1664 (1)	19 (1)
C (24)	10345 (2)	2997 (2)	1453 (1)	18 (1)
C (25)	10894 (2)	3058 (2)	1126 (1)	17 (1)
C (26)	11278 (2)	3854 (2)	1003 (1)	16 (1)
C (31)	8821 (2)	7791 (2)	1456 (1)	13 (1)
C (32)	9309 (2)	8564 (2)	1542 (1)	14 (1)
C (33)	8939 (2)	9153 (2)	1818 (1)	18 (1)
C (34)	8131 (2)	8994 (2)	1999 (1)	22 (1)
C (35)	7660 (2)	8238 (2)	1913 (1)	21 (1)
C (36)	7998 (2)	7644 (2)	1636 (1)	17 (1)
C (41)	10177 (2)	8803 (2)	1355 (1)	14 (1)
C (42)	10970 (2)	8725 (2)	1570 (1)	17 (1)
C (43)	11756 (2)	9021 (2)	1398 (1)	20 (1)

C(44)	11784(2)	9374(2)	1012(1)	22(1)
C(45)	11000(2)	9424(2)	803(1)	20(1)
C(46)	10189(2)	9137(2)	964(1)	15(1)
C(51)	8655(2)	4036(2)	297(1)	12(1)
C(52)	8534(2)	3726(2)	-93(1)	13(1)
C(53)	8674(2)	2823(2)	-160(1)	16(1)
C(54)	8904(2)	2244(2)	143(1)	18(1)
C(55)	9016(2)	2559(2)	525(1)	20(1)
C(56)	8904(2)	3458(2)	601(1)	16(1)
C(61)	8314(2)	4293(2)	-444(1)	11(1)
C(62)	8972(2)	4817(2)	-619(1)	14(1)
C(63)	8785(2)	5271(2)	-971(1)	17(1)
C(64)	7949(2)	5228(2)	-1148(1)	17(1)
C(65)	7296(2)	4729(2)	-960(1)	17(1)
C(66)	7457(2)	4268(2)	-608(1)	16(1)
C(71)	7059(2)	6526(2)	99(1)	12(1)
C(72)	6261(2)	6859(2)	262(1)	13(1)
C(73)	5622(2)	7168(2)	-5(1)	19(1)
C(74)	5762(2)	7182(2)	-413(1)	20(1)
C(75)	6567(2)	6878(2)	-564(1)	18(1)
C(76)	7205(2)	6544(2)	-312(1)	17(1)
C(81)	6079(2)	6880(2)	700(1)	14(1)
C(82)	6007(2)	7701(2)	893(1)	15(1)
C(83)	5776(2)	7721(2)	1291(1)	18(1)
C(84)	5616(2)	6951(2)	1511(1)	18(1)
C(85)	5696(2)	6146(2)	1313(1)	17(1)
C(86)	5921(2)	6090(2)	911(1)	15(1)
C(221)	10400(2)	5373(2)	1835(1)	17(1)
C(222)	9406(2)	5523(2)	1919(1)	24(1)
C(223)	10920(2)	5258(2)	2221(1)	25(1)
C(241)	9959(2)	2105(2)	1577(1)	23(1)
C(242)	8974(2)	2148(3)	1686(1)	38(1)
C(243)	10494(3)	1716(3)	1920(2)	51(1)
C(261)	11840(2)	3855(2)	622(1)	18(1)
C(262)	11307(3)	3502(3)	271(1)	39(1)
C(263)	12683(3)	3302(3)	667(1)	36(1)
C(421)	10999(2)	8314(2)	1981(1)	20(1)
C(422)	11724(2)	7608(2)	2022(1)	25(1)
C(423)	11127(3)	9040(3)	2302(1)	30(1)
C(441)	12660(2)	9704(3)	845(1)	32(1)
C(442)	12769(3)	9505(3)	404(1)	46(1)
C(443)	12771(3)	10683(3)	928(2)	61(2)
C(461)	9347(2)	9225(2)	723(1)	19(1)
C(462)	9424(3)	8768(3)	317(1)	35(1)
C(463)	9090(2)	10202(2)	676(1)	32(1)
C(621)	9904(2)	4866(2)	-445(1)	17(1)
C(622)	10215(2)	5821(2)	-390(1)	26(1)
C(623)	10542(2)	4310(2)	-693(1)	27(1)
C(641)	7733(2)	5699(2)	-1535(1)	23(1)
C(642)	8140(3)	6622(3)	-1567(1)	37(1)
C(643)	7992(3)	5125(3)	-1891(1)	36(1)
C(661)	6706(2)	3765(2)	-405(1)	20(1)
C(662)	5846(2)	4303(3)	-398(1)	30(1)
C(663)	6551(3)	2853(2)	-598(1)	36(1)
C(821)	6181(2)	8582(2)	678(1)	20(1)
C(822)	6874(2)	9137(2)	896(1)	31(1)
C(823)	5328(3)	9107(2)	619(1)	33(1)
C(841)	5341(2)	6996(2)	1941(1)	21(1)
C(842)	5909(3)	6402(3)	2210(1)	30(1)
C(843)	4357(2)	6769(2)	1990(1)	30(1)
C(861)	5972(2)	5183(2)	718(1)	16(1)
C(862)	6623(2)	4579(2)	935(1)	21(1)
C(863)	5051(2)	4755(2)	687(1)	24(1)

Tabelle A.5. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **2a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu (1)	12 (1)	11 (1)	15 (1)	-3 (1)	-3 (1)	2 (1)
Cu (2)	13 (1)	12 (1)	14 (1)	-3 (1)	-3 (1)	2 (1)
N (1)	13 (1)	14 (1)	9 (1)	1 (1)	-1 (1)	1 (1)
N (2)	11 (1)	10 (1)	14 (1)	1 (1)	1 (1)	-1 (1)
N (3)	14 (1)	9 (1)	13 (1)	-3 (1)	-1 (1)	0 (1)
N (4)	13 (1)	13 (1)	11 (1)	-5 (1)	-3 (1)	0 (1)
N (5)	12 (1)	15 (1)	10 (1)	-2 (1)	-2 (1)	2 (1)
N (6)	13 (1)	10 (1)	13 (1)	-3 (1)	-1 (1)	4 (1)
C (11)	11 (2)	15 (2)	14 (2)	-4 (1)	0 (1)	1 (1)
C (12)	13 (2)	16 (2)	14 (2)	-3 (1)	2 (1)	-2 (1)
C (13)	15 (2)	20 (2)	26 (2)	2 (1)	-2 (1)	5 (1)
C (14)	13 (2)	24 (2)	34 (2)	0 (2)	0 (2)	0 (1)
C (15)	17 (2)	20 (2)	28 (2)	4 (2)	5 (1)	-4 (1)
C (16)	20 (2)	10 (2)	23 (2)	1 (1)	1 (1)	1 (1)
C (21)	12 (2)	18 (2)	15 (2)	2 (1)	-7 (1)	2 (1)
C (22)	15 (2)	18 (2)	13 (2)	2 (1)	-3 (1)	1 (1)
C (23)	17 (2)	24 (2)	16 (2)	5 (1)	0 (1)	-1 (1)
C (24)	17 (2)	17 (2)	19 (2)	3 (1)	-5 (1)	1 (1)
C (25)	17 (2)	12 (2)	21 (2)	-4 (1)	-4 (1)	0 (1)
C (26)	14 (2)	18 (2)	15 (2)	3 (1)	-5 (1)	2 (1)
C (31)	16 (2)	13 (2)	11 (2)	-1 (1)	-3 (1)	4 (1)
C (32)	16 (2)	14 (2)	12 (2)	1 (1)	-2 (1)	-1 (1)
C (33)	17 (2)	16 (2)	23 (2)	-7 (1)	-5 (1)	-1 (1)
C (34)	20 (2)	25 (2)	21 (2)	-13 (2)	2 (1)	1 (1)
C (35)	16 (2)	24 (2)	23 (2)	-3 (2)	5 (1)	2 (1)
C (36)	14 (2)	17 (2)	22 (2)	-1 (1)	-3 (1)	-1 (1)
C (41)	16 (2)	9 (1)	17 (2)	-3 (1)	3 (1)	-2 (1)
C (42)	21 (2)	13 (2)	19 (2)	-2 (1)	0 (1)	-3 (1)
C (43)	16 (2)	17 (2)	27 (2)	-1 (1)	-5 (1)	-3 (1)
C (44)	17 (2)	19 (2)	31 (2)	7 (2)	5 (2)	-1 (1)
C (45)	23 (2)	18 (2)	18 (2)	7 (1)	4 (1)	0 (1)
C (46)	18 (2)	12 (2)	16 (2)	0 (1)	1 (1)	2 (1)
C (51)	7 (1)	12 (2)	17 (2)	-1 (1)	-1 (1)	-1 (1)
C (52)	7 (1)	14 (2)	18 (2)	1 (1)	-2 (1)	-3 (1)
C (53)	17 (2)	16 (2)	16 (2)	-3 (1)	-1 (1)	-2 (1)
C (54)	23 (2)	10 (2)	22 (2)	-1 (1)	-2 (1)	1 (1)
C (55)	23 (2)	17 (2)	20 (2)	5 (1)	-4 (1)	3 (1)
C (56)	16 (2)	16 (2)	15 (2)	-3 (1)	-2 (1)	1 (1)
C (61)	13 (2)	10 (1)	10 (2)	-3 (1)	2 (1)	2 (1)
C (62)	13 (2)	13 (2)	17 (2)	-2 (1)	-1 (1)	2 (1)
C (63)	17 (2)	15 (2)	19 (2)	1 (1)	5 (1)	1 (1)
C (64)	21 (2)	14 (2)	16 (2)	-1 (1)	1 (1)	6 (1)
C (65)	12 (2)	23 (2)	15 (2)	-5 (1)	-4 (1)	3 (1)
C (66)	19 (2)	12 (2)	16 (2)	-4 (1)	0 (1)	-1 (1)
C (71)	12 (2)	10 (2)	16 (2)	-2 (1)	-4 (1)	-1 (1)
C (72)	13 (2)	10 (2)	16 (2)	2 (1)	-1 (1)	0 (1)
C (73)	22 (2)	14 (2)	20 (2)	2 (1)	-2 (1)	5 (1)
C (74)	21 (2)	19 (2)	20 (2)	0 (1)	-7 (1)	2 (1)
C (75)	25 (2)	18 (2)	12 (2)	-1 (1)	-4 (1)	-1 (1)
C (76)	17 (2)	14 (2)	19 (2)	-4 (1)	0 (1)	1 (1)
C (81)	11 (1)	17 (2)	15 (2)	1 (1)	1 (1)	3 (1)
C (82)	13 (2)	16 (2)	16 (2)	4 (1)	2 (1)	3 (1)
C (83)	18 (2)	16 (2)	20 (2)	-4 (1)	1 (1)	2 (1)
C (84)	16 (2)	20 (2)	18 (2)	3 (1)	3 (1)	1 (1)
C (85)	19 (2)	14 (2)	17 (2)	3 (1)	-1 (1)	0 (1)
C (86)	13 (2)	15 (2)	18 (2)	1 (1)	-2 (1)	2 (1)
C (221)	19 (2)	18 (2)	15 (2)	1 (1)	2 (1)	2 (1)
C (222)	23 (2)	30 (2)	20 (2)	1 (2)	4 (2)	6 (2)

C(223)	27(2)	27(2)	21(2)	-3(2)	0(2)	7(2)
C(241)	24(2)	15(2)	28(2)	6(2)	-8(2)	-4(1)
C(242)	28(2)	29(2)	57(3)	5(2)	3(2)	-12(2)
C(243)	46(3)	44(3)	64(3)	32(2)	-28(2)	-18(2)
C(261)	20(2)	15(2)	19(2)	1(1)	1(1)	2(1)
C(262)	31(2)	62(3)	23(2)	-2(2)	1(2)	7(2)
C(263)	33(2)	43(2)	30(2)	8(2)	9(2)	15(2)
C(421)	16(2)	26(2)	18(2)	3(1)	-4(1)	-3(1)
C(422)	28(2)	20(2)	26(2)	6(2)	-8(2)	-1(1)
C(423)	32(2)	37(2)	20(2)	-5(2)	-5(2)	4(2)
C(441)	17(2)	36(2)	42(3)	21(2)	4(2)	-4(2)
C(442)	24(2)	64(3)	50(3)	29(2)	13(2)	5(2)
C(443)	35(3)	36(3)	113(5)	15(3)	21(3)	-16(2)
C(461)	15(2)	23(2)	18(2)	6(2)	-2(1)	-1(1)
C(462)	32(2)	47(3)	26(2)	-1(2)	-2(2)	-6(2)
C(463)	23(2)	26(2)	48(3)	14(2)	-3(2)	3(1)
C(621)	12(2)	22(2)	17(2)	6(1)	2(1)	0(1)
C(622)	16(2)	31(2)	33(2)	0(2)	-3(2)	-7(1)
C(623)	20(2)	29(2)	33(2)	3(2)	1(2)	4(2)
C(641)	20(2)	30(2)	19(2)	10(2)	3(1)	4(1)
C(642)	42(2)	31(2)	38(2)	19(2)	-5(2)	0(2)
C(643)	45(2)	49(3)	13(2)	3(2)	1(2)	11(2)
C(661)	16(2)	29(2)	15(2)	3(1)	-3(1)	-4(1)
C(662)	19(2)	45(2)	27(2)	2(2)	1(2)	-6(2)
C(663)	32(2)	25(2)	50(3)	1(2)	-8(2)	-16(2)
C(821)	30(2)	14(2)	16(2)	0(1)	10(2)	1(1)
C(822)	28(2)	25(2)	39(2)	8(2)	2(2)	-1(2)
C(823)	47(2)	24(2)	27(2)	10(2)	-6(2)	10(2)
C(841)	34(2)	12(2)	17(2)	1(1)	7(2)	3(1)
C(842)	40(2)	32(2)	17(2)	2(2)	5(2)	2(2)
C(843)	35(2)	25(2)	31(2)	-2(2)	18(2)	1(2)
C(861)	18(2)	13(1)	16(2)	3(1)	-2(1)	-1(1)
C(862)	24(2)	14(2)	24(2)	0(1)	2(1)	0(1)
C(863)	26(2)	21(2)	24(2)	-3(2)	-2(2)	-1(1)

Tabelle A.6. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **2a**.

Cu(1)-N(1)	1,878(2)	C(55)-C(56)	1,387(4)
Cu(2)-N(3)	1,887(2)	C(61)-C(62)	1,395(4)
Cu(1)-N(4)	1,885(2)	C(61)-C(66)	1,404(4)
Cu(2)-N(6)	1,878(3)	C(62)-C(63)	1,395(4)
Cu(1)-Cu(2)	2,4765(5)	C(62)-C(621)	1,522(4)
N(1)-N(2)	1,311(3)	C(63)-C(64)	1,392(5)
N(2)-N(3)	1,305(3)	C(64)-C(65)	1,388(4)
N(4)-N(5)	1,315(3)	C(64)-C(641)	1,515(4)
N(5)-N(6)	1,302(3)	C(65)-C(66)	1,392(4)
N(1)-C(11)	1,434(4)	C(66)-C(661)	1,522(4)
N(4)-C(51)	1,422(4)	C(71)-C(76)	1,398(4)
N(3)-C(31)	1,423(4)	C(71)-C(72)	1,411(4)
N(6)-C(71)	1,434(4)	C(72)-C(73)	1,394(4)
C(11)-C(12)	1,399(4)	C(72)-C(81)	1,498(5)
C(11)-C(16)	1,401(4)	C(73)-C(74)	1,386(5)
C(12)-C(13)	1,396(4)	C(74)-C(75)	1,391(5)
C(12)-C(21)	1,502(4)	C(75)-C(76)	1,377(4)
C(13)-C(14)	1,387(5)	C(81)-C(82)	1,400(4)
C(14)-C(15)	1,387(5)	C(81)-C(86)	1,406(4)
C(15)-C(16)	1,372(5)	C(82)-C(83)	1,381(4)
C(21)-C(26)	1,402(4)	C(82)-C(821)	1,533(4)
C(21)-C(22)	1,411(4)	C(83)-C(84)	1,396(4)
C(22)-C(23)	1,395(4)	C(84)-C(85)	1,385(4)
C(22)-C(221)	1,528(4)	C(84)-C(841)	1,507(5)

C (23) -C (24)	1, 377 (5)	C (85) -C (86)	1, 395 (4)
C (24) -C (25)	1, 377 (5)	C (86) -C (861)	1, 513 (4)
C (24) -C (241)	1, 520 (4)	C (221) -C (223)	1, 525 (5)
C (25) -C (26)	1, 392 (4)	C (221) -C (222)	1, 539 (5)
C (26) -C (261)	1, 534 (4)	C (241) -C (243)	1, 524 (5)
C (31) -C (36)	1, 395 (4)	C (241) -C (242)	1, 529 (5)
C (31) -C (32)	1, 406 (4)	C (261) -C (262)	1, 522 (5)
C (32) -C (33)	1, 397 (4)	C (261) -C (263)	1, 524 (5)
C (32) -C (41)	1, 494 (4)	C (421) -C (422)	1, 529 (5)
C (33) -C (34)	1, 381 (5)	C (421) -C (423)	1, 547 (5)
C (34) -C (35)	1, 371 (5)	C (441) -C (443)	1, 508 (6)
C (35) -C (36)	1, 386 (5)	C (441) -C (442)	1, 522 (6)
C (41) -C (42)	1, 400 (4)	C (461) -C (463)	1, 529 (4)
C (41) -C (46)	1, 407 (4)	C (461) -C (462)	1, 531 (5)
C (42) -C (43)	1, 390 (5)	C (621) -C (623)	1, 521 (5)
C (42) -C (421)	1, 513 (5)	C (621) -C (622)	1, 523 (5)
C (43) -C (44)	1, 400 (5)	C (641) -C (642)	1, 523 (5)
C (44) -C (45)	1, 376 (5)	C (641) -C (643)	1, 527 (5)
C (44) -C (441)	1, 516 (5)	C (661) -C (662)	1, 526 (5)
C (45) -C (46)	1, 403 (4)	C (661) -C (663)	1, 536 (5)
C (46) -C (461)	1, 509 (4)	C (821) -C (823)	1, 520 (5)
C (51) -C (56)	1, 392 (4)	C (821) -C (822)	1, 523 (5)
C (51) -C (52)	1, 402 (4)	C (841) -C (843)	1, 528 (5)
C (52) -C (53)	1, 393 (4)	C (841) -C (842)	1, 532 (5)
C (52) -C (61)	1, 493 (4)	C (861) -C (862)	1, 521 (4)
C (53) -C (54)	1, 382 (4)	C (861) -C (863)	1, 531 (4)
C (54) -C (55)	1, 380 (5)		
N (1) -Cu (1) -N (4)	169, 36 (11)	C (62) -C (61) -C (66)	120, 0 (3)
N (6) -Cu (2) -N (3)	169, 18 (11)	C (62) -C (61) -C (52)	120, 0 (3)
N (2) -N (1) -C (11)	110, 0 (2)	C (66) -C (61) -C (52)	120, 0 (3)
N (2) -N (1) -Cu (1)	123, 29 (19)	C (63) -C (62) -C (61)	119, 5 (3)
C (11) -N (1) -Cu (1)	126, 72 (19)	C (63) -C (62) -C (621)	119, 2 (3)
N (3) -N (2) -N (1)	115, 9 (2)	C (61) -C (62) -C (621)	121, 3 (3)
N (2) -N (3) -C (31)	111, 9 (2)	C (64) -C (63) -C (62)	121, 4 (3)
N (2) -N (3) -Cu (2)	125, 38 (19)	C (65) -C (64) -C (63)	118, 1 (3)
C (31) -N (3) -Cu (2)	122, 37 (19)	C (65) -C (64) -C (641)	119, 4 (3)
N (5) -N (4) -C (51)	112, 8 (2)	C (63) -C (64) -C (641)	122, 5 (3)
N (5) -N (4) -Cu (1)	124, 9 (2)	C (64) -C (65) -C (66)	122, 2 (3)
C (51) -N (4) -Cu (1)	121, 73 (19)	C (65) -C (66) -C (61)	118, 7 (3)
N (6) -N (5) -N (4)	115, 9 (2)	C (65) -C (66) -C (661)	120, 0 (3)
N (5) -N (6) -C (71)	109, 1 (2)	C (61) -C (66) -C (661)	121, 2 (3)
N (5) -N (6) -Cu (2)	123, 7 (2)	C (76) -C (71) -C (72)	120, 6 (3)
C (71) -N (6) -Cu (2)	127, 19 (19)	C (76) -C (71) -N (6)	118, 3 (3)
C (12) -C (11) -C (16)	120, 5 (3)	C (72) -C (71) -N (6)	121, 0 (3)
C (12) -C (11) -N (1)	120, 9 (3)	C (73) -C (72) -C (71)	117, 2 (3)
C (16) -C (11) -N (1)	118, 6 (3)	C (73) -C (72) -C (81)	120, 0 (3)
C (13) -C (12) -C (11)	117, 3 (3)	C (71) -C (72) -C (81)	122, 9 (3)
C (13) -C (12) -C (21)	118, 7 (3)	C (74) -C (73) -C (72)	122, 3 (3)
C (11) -C (12) -C (21)	124, 0 (3)	C (73) -C (74) -C (75)	119, 4 (3)
C (14) -C (13) -C (12)	122, 4 (3)	C (76) -C (75) -C (74)	120, 1 (3)
C (13) -C (14) -C (15)	119, 0 (3)	C (75) -C (76) -C (71)	120, 4 (3)
C (16) -C (15) -C (14)	120, 2 (3)	C (82) -C (81) -C (86)	119, 9 (3)
C (15) -C (16) -C (11)	120, 6 (3)	C (82) -C (81) -C (72)	119, 3 (3)
C (26) -C (21) -C (22)	119, 0 (3)	C (86) -C (81) -C (72)	120, 7 (3)
C (26) -C (21) -C (12)	119, 6 (3)	C (83) -C (82) -C (81)	119, 2 (3)
C (22) -C (21) -C (12)	121, 3 (3)	C (83) -C (82) -C (821)	118, 7 (3)
C (23) -C (22) -C (21)	119, 2 (3)	C (81) -C (82) -C (821)	122, 1 (3)
C (23) -C (22) -C (221)	118, 4 (3)	C (82) -C (83) -C (84)	122, 5 (3)
C (21) -C (22) -C (221)	122, 3 (3)	C (85) -C (84) -C (83)	117, 3 (3)
C (24) -C (23) -C (22)	122, 2 (3)	C (85) -C (84) -C (841)	121, 6 (3)
C (23) -C (24) -C (25)	117, 7 (3)	C (83) -C (84) -C (841)	121, 1 (3)
C (23) -C (24) -C (241)	121, 8 (3)	C (84) -C (85) -C (86)	122, 5 (3)

C (25) -C (24) -C (241)	120, 4 (3)	C (85) -C (86) -C (81)	118, 6 (3)
C (24) -C (25) -C (26)	122, 8 (3)	C (85) -C (86) -C (861)	118, 9 (3)
C (25) -C (26) -C (21)	119, 0 (3)	C (81) -C (86) -C (861)	122, 5 (3)
C (25) -C (26) -C (261)	118, 4 (3)	C (223) -C (221) -C (22)	110, 1 (3)
C (21) -C (26) -C (261)	122, 5 (3)	C (223) -C (221) -C (222)	111, 0 (3)
C (36) -C (31) -C (32)	120, 3 (3)	C (22) -C (221) -C (222)	112, 1 (3)
C (36) -C (31) -N (3)	115, 9 (3)	C (24) -C (241) -C (243)	110, 2 (3)
C (32) -C (31) -N (3)	123, 7 (3)	C (24) -C (241) -C (242)	113, 5 (3)
C (33) -C (32) -C (31)	116, 9 (3)	C (243) -C (241) -C (242)	110, 2 (4)
C (33) -C (32) -C (41)	118, 4 (3)	C (262) -C (261) -C (263)	109, 0 (3)
C (31) -C (32) -C (41)	124, 7 (3)	C (262) -C (261) -C (26)	110, 9 (3)
C (34) -C (33) -C (32)	122, 3 (3)	C (263) -C (261) -C (26)	112, 0 (3)
C (35) -C (34) -C (33)	120, 4 (3)	C (42) -C (421) -C (422)	112, 8 (3)
C (34) -C (35) -C (36)	119, 1 (3)	C (42) -C (421) -C (423)	110, 6 (3)
C (35) -C (36) -C (31)	121, 0 (3)	C (422) -C (421) -C (423)	109, 8 (3)
C (42) -C (41) -C (46)	120, 1 (3)	C (443) -C (441) -C (44)	110, 4 (3)
C (42) -C (41) -C (32)	120, 5 (3)	C (443) -C (441) -C (442)	111, 2 (4)
C (46) -C (41) -C (32)	119, 4 (3)	C (44) -C (441) -C (442)	113, 0 (3)
C (43) -C (42) -C (41)	118, 9 (3)	C (46) -C (461) -C (463)	110, 6 (3)
C (43) -C (42) -C (421)	119, 1 (3)	C (46) -C (461) -C (462)	112, 0 (3)
C (41) -C (42) -C (421)	122, 0 (3)	C (463) -C (461) -C (462)	111, 1 (3)
C (42) -C (43) -C (44)	122, 2 (3)	C (623) -C (621) -C (62)	110, 2 (3)
C (45) -C (44) -C (43)	117, 9 (3)	C (623) -C (621) -C (622)	113, 2 (3)
C (45) -C (44) -C (441)	122, 5 (3)	C (62) -C (621) -C (622)	112, 1 (3)
C (43) -C (44) -C (441)	119, 6 (3)	C (64) -C (641) -C (642)	113, 7 (3)
C (44) -C (45) -C (46)	122, 1 (3)	C (64) -C (641) -C (643)	110, 7 (3)
C (45) -C (46) -C (41)	118, 8 (3)	C (642) -C (641) -C (643)	110, 9 (3)
C (45) -C (46) -C (461)	119, 7 (3)	C (66) -C (661) -C (662)	111, 9 (3)
C (41) -C (46) -C (461)	121, 5 (3)	C (66) -C (661) -C (663)	111, 6 (3)
C (56) -C (51) -C (52)	120, 8 (3)	C (662) -C (661) -C (663)	110, 6 (3)
C (56) -C (51) -N (4)	115, 9 (3)	C (823) -C (821) -C (822)	110, 8 (3)
C (52) -C (51) -N (4)	123, 2 (3)	C (823) -C (821) -C (82)	111, 5 (3)
C (53) -C (52) -C (51)	117, 2 (3)	C (822) -C (821) -C (82)	111, 4 (3)
C (53) -C (52) -C (61)	117, 6 (3)	C (84) -C (841) -C (843)	111, 1 (3)
C (51) -C (52) -C (61)	125, 2 (3)	C (84) -C (841) -C (842)	112, 7 (3)
C (54) -C (53) -C (52)	122, 2 (3)	C (843) -C (841) -C (842)	110, 3 (3)
C (55) -C (54) -C (53)	120, 0 (3)	C (86) -C (861) -C (862)	111, 4 (3)
C (54) -C (55) -C (56)	119, 3 (3)	C (86) -C (861) -C (863)	111, 3 (3)
C (55) -C (56) -C (51)	120, 5 (3)	C (862) -C (861) -C (863)	111, 4 (3)

Verbindung **3b** · C₆H₆

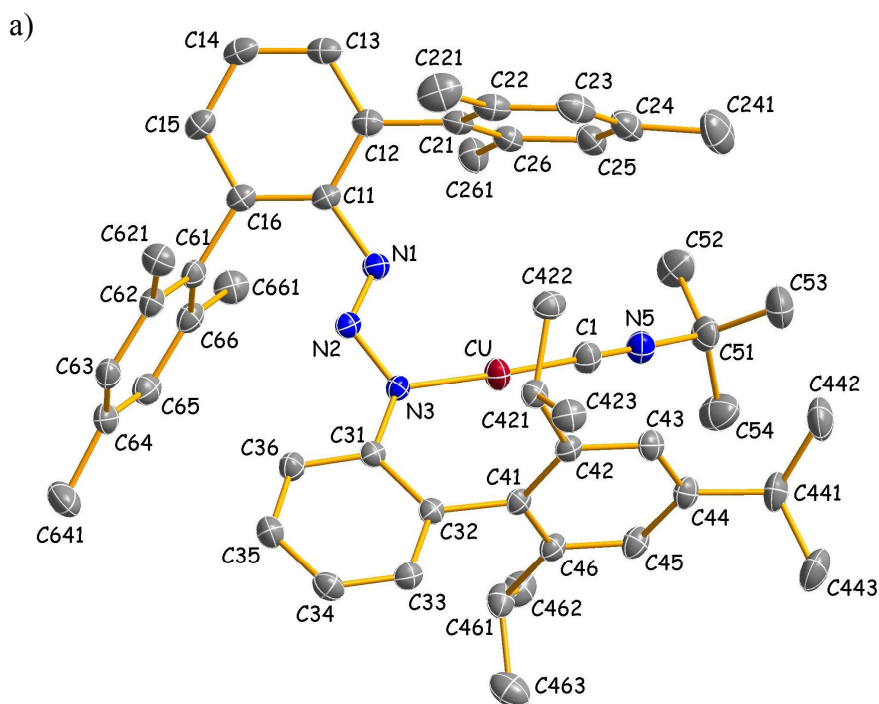
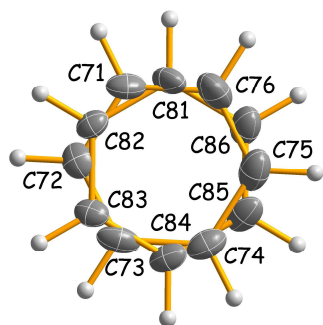
Vollständiges

Numerierungsschema:

a): 50% Ellipsoide

b): 30% Ellipsoide

b)



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 37 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C71–C76 und C81–C86 (jeweils s.o.f. = 0,50) unter Vorgabe hexagonaler Symmetrie mit einem C–C-Abstand von 1,39 Å.

Tabelle A.7. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** · C₆H₆. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cu	7085 (1)	347 (1)	1316 (1)	24 (1)
N (1)	6452 (1)	-1641 (1)	1103 (1)	21 (1)
N (2)	6732 (1)	-1460 (1)	607 (1)	19 (1)
N (3)	7048 (1)	-468 (1)	603 (1)	18 (1)
C (1)	7008 (1)	1113 (1)	2006 (1)	26 (1)
N (5)	6926 (1)	1602 (1)	2428 (1)	27 (1)
C (11)	6112 (1)	-2687 (1)	1143 (1)	21 (1)
C (12)	6235 (1)	-3209 (1)	1698 (1)	24 (1)
C (13)	5899 (1)	-4222 (1)	1787 (1)	27 (1)
C (14)	5444 (1)	-4718 (1)	1339 (1)	29 (1)
C (15)	5315 (1)	-4197 (1)	797 (1)	26 (1)
C (16)	5640 (1)	-3181 (1)	687 (1)	22 (1)
C (21)	6752 (1)	-2696 (1)	2176 (1)	24 (1)
C (22)	7500 (1)	-3082 (1)	2285 (1)	30 (1)
C (23)	7979 (1)	-2581 (2)	2721 (1)	33 (1)
C (24)	7749 (1)	-1699 (2)	3047 (1)	32 (1)
C (25)	7004 (1)	-1337 (1)	2936 (1)	29 (1)
C (26)	6503 (1)	-1819 (1)	2508 (1)	24 (1)
C (31)	7375 (1)	-206 (1)	78 (1)	18 (1)
C (32)	7934 (1)	621 (1)	102 (1)	18 (1)
C (33)	8290 (1)	866 (1)	-412 (1)	22 (1)
C (34)	8097 (1)	329 (1)	-943 (1)	25 (1)
C (35)	7530 (1)	-464 (1)	-966 (1)	25 (1)
C (36)	7171 (1)	-726 (1)	-462 (1)	22 (1)
C (41)	8175 (1)	1210 (1)	667 (1)	19 (1)

C(42)	8693(1)	717(1)	1092(1)	20(1)
C(43)	8962(1)	1313(1)	1590(1)	23(1)
C(44)	8733(1)	2380(1)	1686(1)	24(1)
C(45)	8199(1)	2842(1)	1274(1)	25(1)
C(46)	7909(1)	2279(1)	771(1)	21(1)
C(51)	6765(1)	2221(1)	2955(1)	30(1)
C(52)	6074(1)	1691(2)	3201(1)	39(1)
C(53)	7460(1)	2142(2)	3393(1)	45(1)
C(54)	6604(1)	3391(2)	2763(1)	44(1)
C(61)	5472(1)	-2660(1)	94(1)	22(1)
C(62)	5842(1)	-3031(1)	-393(1)	23(1)
C(63)	5685(1)	-2538(1)	-944(1)	26(1)
C(64)	5184(1)	-1665(1)	-1020(1)	29(1)
C(65)	4813(1)	-1315(1)	-535(1)	28(1)
C(66)	4944(1)	-1802(1)	21(1)	25(1)
C(221)	7792(1)	-4002(2)	1922(1)	42(1)
C(241)	8282(1)	-1116(2)	3497(1)	48(1)
C(261)	5706(1)	-1381(1)	2401(1)	29(1)
C(421)	8964(1)	-454(1)	1023(1)	22(1)
C(422)	8755(1)	-1171(1)	1539(1)	28(1)
C(423)	9820(1)	-496(1)	950(1)	29(1)
C(441)	9037(1)	3052(1)	2218(1)	31(1)
C(442)	9426(1)	2376(2)	2718(1)	42(1)
C(443)	9572(1)	3944(2)	2023(1)	45(1)
C(461)	7310(1)	2820(1)	347(1)	28(1)
C(462)	6673(1)	3349(1)	675(1)	32(1)
C(463)	7664(1)	3661(2)	-45(1)	38(1)
C(621)	6447(1)	-3905(1)	-322(1)	29(1)
C(641)	5075(1)	-1082(2)	-1607(1)	41(1)
C(661)	4513(1)	-1410(1)	527(1)	31(1)
C(71)	10161(2)	-3063(8)	-141(3)	49(2)
C(72)	9573(6)	-2414(4)	-390(2)	46(2)
C(73)	8864(4)	-2442(6)	-162(3)	50(2)
C(74)	8743(2)	-3119(8)	315(3)	52(2)
C(75)	9331(6)	-3768(5)	564(2)	62(2)
C(76)	10040(4)	-3740(5)	336(3)	61(2)
C(81)	10161(2)	-3451(5)	75(4)	47(2)
C(82)	9879(4)	-2616(5)	-297(2)	37(1)
C(83)	9132(4)	-2268(3)	-277(3)	40(2)
C(84)	8666(1)	-2755(4)	115(4)	43(2)
C(85)	8947(4)	-3591(4)	487(3)	53(2)
C(86)	9695(5)	-3939(3)	467(3)	58(2)

Tabelle A.8. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** · C₆H₆. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Cu	22(1)	29(1)	21(1)	-5(1)	2(1)	0(1)
N(1)	19(1)	21(1)	22(1)	2(1)	1(1)	0(1)
N(2)	15(1)	19(1)	22(1)	2(1)	-1(1)	0(1)
N(3)	15(1)	20(1)	20(1)	0(1)	0(1)	-2(1)
C(1)	22(1)	31(1)	27(1)	-2(1)	3(1)	-3(1)
N(5)	25(1)	31(1)	25(1)	-4(1)	4(1)	-3(1)
C(11)	20(1)	19(1)	25(1)	1(1)	4(1)	1(1)
C(12)	24(1)	22(1)	25(1)	2(1)	5(1)	3(1)
C(13)	33(1)	23(1)	28(1)	5(1)	9(1)	3(1)
C(14)	34(1)	20(1)	35(1)	1(1)	12(1)	-2(1)
C(15)	25(1)	22(1)	32(1)	-4(1)	6(1)	-3(1)
C(16)	19(1)	21(1)	26(1)	-1(1)	5(1)	1(1)
C(21)	25(1)	24(1)	22(1)	7(1)	3(1)	1(1)

C(22)	27(1)	31(1)	32(1)	10(1)	7(1)	5(1)
C(23)	22(1)	44(1)	34(1)	14(1)	2(1)	3(1)
C(24)	27(1)	45(1)	25(1)	8(1)	-1(1)	-2(1)
C(25)	29(1)	34(1)	23(1)	1(1)	1(1)	0(1)
C(26)	24(1)	27(1)	22(1)	5(1)	1(1)	2(1)
C(31)	14(1)	19(1)	21(1)	1(1)	0(1)	2(1)
C(32)	14(1)	19(1)	22(1)	1(1)	-1(1)	3(1)
C(33)	17(1)	23(1)	27(1)	2(1)	2(1)	1(1)
C(34)	23(1)	31(1)	22(1)	3(1)	5(1)	2(1)
C(35)	25(1)	28(1)	22(1)	-2(1)	0(1)	2(1)
C(36)	20(1)	24(1)	24(1)	-1(1)	-1(1)	-1(1)
C(41)	12(1)	21(1)	22(1)	0(1)	1(1)	-2(1)
C(42)	15(1)	22(1)	24(1)	1(1)	2(1)	0(1)
C(43)	15(1)	27(1)	26(1)	-1(1)	-2(1)	0(1)
C(44)	17(1)	27(1)	28(1)	-4(1)	-1(1)	-4(1)
C(45)	18(1)	22(1)	33(1)	-4(1)	0(1)	0(1)
C(46)	16(1)	21(1)	27(1)	0(1)	-1(1)	0(1)
C(51)	35(1)	30(1)	25(1)	-9(1)	5(1)	-2(1)
C(52)	41(1)	39(1)	39(1)	-8(1)	17(1)	-1(1)
C(53)	51(1)	50(1)	33(1)	-11(1)	-9(1)	-6(1)
C(54)	55(1)	31(1)	47(1)	-4(1)	10(1)	1(1)
C(61)	18(1)	22(1)	26(1)	-1(1)	-1(1)	-4(1)
C(62)	20(1)	23(1)	26(1)	-3(1)	-1(1)	-3(1)
C(63)	25(1)	28(1)	24(1)	-4(1)	-1(1)	-5(1)
C(64)	27(1)	30(1)	27(1)	2(1)	-8(1)	-6(1)
C(65)	22(1)	26(1)	35(1)	1(1)	-6(1)	0(1)
C(66)	17(1)	24(1)	31(1)	-2(1)	0(1)	-4(1)
C(221)	34(1)	38(1)	56(1)	1(1)	14(1)	10(1)
C(241)	31(1)	73(1)	38(1)	1(1)	-8(1)	-5(1)
C(261)	28(1)	30(1)	30(1)	-3(1)	-2(1)	7(1)
C(421)	17(1)	23(1)	26(1)	0(1)	-2(1)	3(1)
C(422)	24(1)	26(1)	34(1)	6(1)	0(1)	1(1)
C(423)	21(1)	31(1)	36(1)	2(1)	4(1)	6(1)
C(441)	23(1)	33(1)	34(1)	-11(1)	-5(1)	-2(1)
C(442)	42(1)	46(1)	36(1)	-10(1)	-15(1)	-2(1)
C(443)	36(1)	39(1)	57(1)	-11(1)	-7(1)	-13(1)
C(461)	24(1)	23(1)	34(1)	-4(1)	-8(1)	6(1)
C(462)	20(1)	29(1)	46(1)	0(1)	-2(1)	5(1)
C(463)	39(1)	40(1)	34(1)	7(1)	2(1)	16(1)
C(621)	28(1)	30(1)	29(1)	-1(1)	6(1)	4(1)
C(641)	50(1)	42(1)	29(1)	4(1)	-10(1)	3(1)
C(661)	25(1)	31(1)	37(1)	1(1)	5(1)	5(1)
C(71)	30(3)	59(5)	55(4)	-14(3)	-4(2)	3(3)
C(72)	53(4)	34(3)	49(3)	-4(2)	-6(4)	-11(3)
C(73)	41(4)	51(5)	56(4)	-23(3)	-7(3)	17(4)
C(74)	39(3)	59(7)	59(5)	-16(4)	12(3)	-11(3)
C(75)	85(6)	42(4)	64(4)	3(3)	29(5)	-3(4)
C(76)	72(5)	45(4)	66(5)	7(3)	1(4)	20(4)
C(81)	37(2)	30(3)	75(6)	7(3)	4(3)	8(2)
C(82)	32(3)	35(3)	45(3)	-8(2)	8(3)	-9(2)
C(83)	31(3)	32(2)	56(3)	-7(2)	-6(3)	-4(3)
C(84)	36(2)	32(3)	64(5)	-16(3)	13(3)	-9(2)
C(85)	60(5)	33(4)	71(5)	-10(3)	32(4)	-2(3)
C(86)	71(5)	38(3)	67(4)	7(3)	25(4)	1(4)

Tabelle A.9. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **3b** · C₆H₆.

Cu-C(1)	1,8337(15)	C(43)-C(44)	1,389(2)
Cu-N(3)	1,8948(12)	C(44)-C(45)	1,392(2)
N(1)-N(2)	1,2816(16)	C(44)-C(441)	1,520(2)
N(2)-N(3)	1,3354(16)	C(45)-C(46)	1,395(2)

N(1)-C(11)	1,4189(18)	C(46)-C(461)	1,5219(19)
N(3)-C(31)	1,3968(17)	C(51)-C(54)	1,515(3)
C(1)-N(5)	1,147(2)	C(51)-C(53)	1,519(2)
N(5)-C(51)	1,4582(19)	C(51)-C(52)	1,524(2)
C(11)-C(12)	1,411(2)	C(61)-C(62)	1,400(2)
C(11)-C(16)	1,4112(19)	C(61)-C(66)	1,404(2)
C(12)-C(13)	1,394(2)	C(62)-C(63)	1,393(2)
C(12)-C(21)	1,498(2)	C(62)-C(621)	1,509(2)
C(13)-C(14)	1,383(2)	C(63)-C(64)	1,388(2)
C(14)-C(15)	1,387(2)	C(64)-C(65)	1,389(2)
C(15)-C(16)	1,397(2)	C(64)-C(641)	1,509(2)
C(16)-C(61)	1,495(2)	C(65)-C(66)	1,394(2)
C(21)-C(26)	1,399(2)	C(66)-C(661)	1,503(2)
C(21)-C(22)	1,406(2)	C(421)-C(422)	1,528(2)
C(22)-C(23)	1,391(2)	C(421)-C(423)	1,5331(19)
C(22)-C(221)	1,507(2)	C(441)-C(442)	1,523(2)
C(23)-C(24)	1,384(3)	C(441)-C(443)	1,529(2)
C(24)-C(25)	1,392(2)	C(461)-C(463)	1,523(2)
C(24)-C(241)	1,510(2)	C(461)-C(462)	1,536(2)
C(25)-C(26)	1,391(2)	C(71)-C(72)	1,3900
C(26)-C(261)	1,507(2)	C(71)-C(76)	1,3900
C(31)-C(36)	1,4007(19)	C(72)-C(73)	1,3900
C(31)-C(32)	1,4107(18)	C(73)-C(74)	1,3900
C(32)-C(33)	1,3955(19)	C(74)-C(75)	1,3900
C(32)-C(41)	1,4989(19)	C(75)-C(76)	1,3900
C(33)-C(34)	1,390(2)	C(81)-C(82)	1,3900
C(34)-C(35)	1,391(2)	C(81)-C(86)	1,3900
C(35)-C(36)	1,385(2)	C(82)-C(83)	1,3900
C(41)-C(42)	1,4102(18)	C(83)-C(84)	1,3900
C(41)-C(46)	1,4147(19)	C(84)-C(85)	1,3900
C(42)-C(43)	1,3954(19)	C(85)-C(86)	1,3900
C(42)-C(421)	1,5202(19)		

C(1)-Cu-N(3)	173,73(5)	C(44)-C(43)-C(42)	122,12(13)
N(2)-N(1)-C(11)	113,84(11)	C(43)-C(44)-C(45)	117,83(13)
N(1)-N(2)-N(3)	110,60(11)	C(43)-C(44)-C(441)	122,83(13)
N(2)-N(3)-C(31)	114,45(11)	C(45)-C(44)-C(441)	119,35(14)
N(2)-N(3)-Cu	117,30(9)	C(44)-C(45)-C(46)	122,27(13)
C(31)-N(3)-Cu	127,97(9)	C(45)-C(46)-C(41)	119,11(12)
N(5)-C(1)-Cu	176,86(13)	C(45)-C(46)-C(461)	119,59(13)
C(1)-N(5)-C(51)	176,09(15)	C(41)-C(46)-C(461)	121,30(12)
C(12)-C(11)-C(16)	119,94(13)	N(5)-C(51)-C(54)	107,43(14)
C(12)-C(11)-N(1)	115,29(12)	N(5)-C(51)-C(53)	107,65(14)
C(16)-C(11)-N(1)	124,66(13)	C(54)-C(51)-C(53)	111,79(15)
C(13)-C(12)-C(11)	119,51(14)	N(5)-C(51)-C(52)	106,84(13)
C(13)-C(12)-C(21)	120,64(13)	C(54)-C(51)-C(52)	111,57(15)
C(11)-C(12)-C(21)	119,80(13)	C(53)-C(51)-C(52)	111,27(15)
C(14)-C(13)-C(12)	120,84(14)	C(62)-C(61)-C(66)	119,68(14)
C(13)-C(14)-C(15)	119,56(14)	C(62)-C(61)-C(16)	119,84(13)
C(14)-C(15)-C(16)	121,66(14)	C(66)-C(61)-C(16)	120,48(13)
C(15)-C(16)-C(11)	118,48(13)	C(63)-C(62)-C(61)	119,44(13)
C(15)-C(16)-C(61)	118,94(13)	C(63)-C(62)-C(621)	119,50(13)
C(11)-C(16)-C(61)	122,58(12)	C(61)-C(62)-C(621)	120,93(13)
C(26)-C(21)-C(22)	119,47(14)	C(64)-C(63)-C(62)	121,60(14)
C(26)-C(21)-C(12)	120,70(12)	C(63)-C(64)-C(65)	118,33(14)
C(22)-C(21)-C(12)	119,82(14)	C(63)-C(64)-C(641)	120,53(15)
C(23)-C(22)-C(21)	119,18(15)	C(65)-C(64)-C(641)	121,09(15)
C(23)-C(22)-C(221)	120,05(14)	C(64)-C(65)-C(66)	121,69(14)
C(21)-C(22)-C(221)	120,73(15)	C(65)-C(66)-C(61)	119,20(14)
C(24)-C(23)-C(22)	122,31(14)	C(65)-C(66)-C(661)	119,55(13)
C(23)-C(24)-C(25)	117,58(15)	C(61)-C(66)-C(661)	121,25(14)
C(23)-C(24)-C(241)	122,31(15)	C(42)-C(421)-C(422)	111,44(12)
C(25)-C(24)-C(241)	120,09(17)	C(42)-C(421)-C(423)	111,31(12)

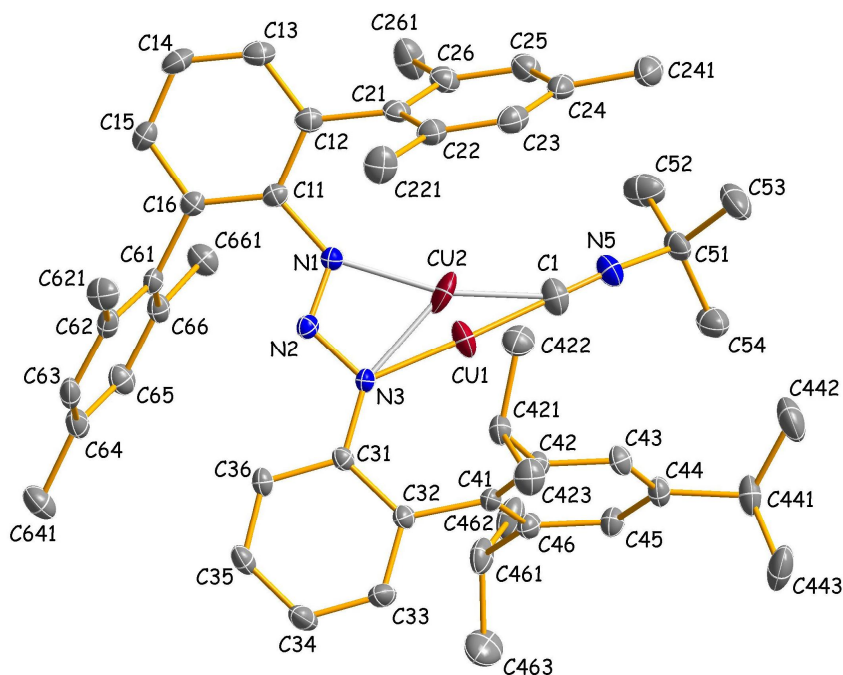
C (26)–C (25)–C (24)	122,08 (15)	C (422)–C (421)–C (423)	111,19 (12)
C (25)–C (26)–C (21)	119,36 (13)	C (44)–C (441)–C (442)	114,01 (14)
C (25)–C (26)–C (261)	119,69 (14)	C (44)–C (441)–C (443)	110,15 (14)
C (21)–C (26)–C (261)	120,94 (13)	C (442)–C (441)–C (443)	110,44 (14)
N (3)–C (31)–C (36)	122,88 (12)	C (46)–C (461)–C (463)	111,30 (12)
N (3)–C (31)–C (32)	117,74 (12)	C (46)–C (461)–C (462)	112,13 (13)
C (36)–C (31)–C (32)	119,37 (12)	C (463)–C (461)–C (462)	110,23 (13)
C (33)–C (32)–C (31)	118,71 (13)	C (72)–C (71)–C (76)	120,0
C (33)–C (32)–C (41)	119,44 (12)	C (71)–C (72)–C (73)	120,0
C (31)–C (32)–C (41)	121,81 (12)	C (72)–C (73)–C (74)	120,0
C (34)–C (33)–C (32)	121,63 (13)	C (75)–C (74)–C (73)	120,0
C (33)–C (34)–C (35)	119,23 (13)	C (74)–C (75)–C (76)	120,0
C (36)–C (35)–C (34)	120,28 (14)	C (75)–C (76)–C (71)	120,0
C (35)–C (36)–C (31)	120,73 (13)	C (82)–C (81)–C (86)	120,0
C (42)–C (41)–C (46)	119,15 (12)	C (83)–C (82)–C (81)	120,0
C (42)–C (41)–C (32)	120,15 (12)	C (82)–C (83)–C (84)	120,0
C (46)–C (41)–C (32)	120,66 (12)	C (85)–C (84)–C (83)	120,0
C (43)–C (42)–C (41)	119,42 (13)	C (84)–C (85)–C (86)	120,0
C (43)–C (42)–C (421)	118,91 (12)	C (85)–C (86)–C (81)	120,0
C (41)–C (42)–C (421)	121,67 (12)		

Verbindung 3b (100 K)

Vollständiges

Numerierungsschema:

(50% Ellipsoide)



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 37 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für Cu1 (s.o.f. = 0,95) und Cu2 (s.o.f. = 0,05).

Tabelle A.10. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** (100 K). U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cu (1)	8998 (1)	9878 (1)	7437 (1)	28 (1)
Cu (2)	9253 (6)	9115 (7)	7496 (4)	40 (1)
N (1)	10818 (1)	8077 (1)	7156 (1)	17 (1)
N (2)	11375 (1)	8882 (1)	6935 (1)	16 (1)

N (3)	10577 (1)	9943 (1)	6995 (1)	16 (1)
C (1)	7444 (2)	9777 (2)	7813 (1)	31 (1)
N (5)	6432 (2)	9732 (2)	8000 (1)	26 (1)
C (11)	11591 (2)	6901 (1)	7125 (1)	18 (1)
C (12)	11400 (2)	5924 (2)	7681 (1)	20 (1)
C (13)	12065 (2)	4729 (2)	7682 (1)	25 (1)
C (14)	12885 (2)	4501 (2)	7143 (1)	26 (1)
C (15)	13047 (2)	5463 (2)	6591 (1)	23 (1)
C (16)	12409 (2)	6672 (2)	6569 (1)	18 (1)
C (21)	10522 (2)	6162 (2)	8267 (1)	21 (1)
C (22)	10969 (2)	6447 (2)	8850 (1)	24 (1)
C (23)	10169 (2)	6603 (2)	9413 (1)	26 (1)
C (24)	8914 (2)	6495 (2)	9412 (1)	26 (1)
C (25)	8473 (2)	6236 (2)	8824 (1)	27 (1)
C (26)	9246 (2)	6071 (2)	8249 (1)	25 (1)
C (31)	11038 (2)	10917 (1)	6712 (1)	16 (1)
C (32)	10365 (2)	12015 (2)	6862 (1)	18 (1)
C (33)	10800 (2)	13003 (2)	6568 (1)	23 (1)
C (34)	11837 (2)	12942 (2)	6123 (1)	26 (1)
C (35)	12485 (2)	11859 (2)	5975 (1)	23 (1)
C (36)	12099 (2)	10858 (2)	6264 (1)	19 (1)
C (41)	9204 (2)	12185 (1)	7317 (1)	18 (1)
C (42)	9402 (2)	11739 (2)	8093 (1)	19 (1)
C (43)	8330 (2)	12083 (2)	8501 (1)	21 (1)
C (44)	7064 (2)	12863 (2)	8160 (1)	22 (1)
C (45)	6868 (2)	13239 (2)	7398 (1)	22 (1)
C (46)	7903 (2)	12905 (2)	6966 (1)	21 (1)
C (51)	5067 (2)	9795 (2)	8143 (1)	27 (1)
C (52)	4721 (2)	9001 (2)	7755 (2)	41 (1)
C (53)	5043 (2)	9303 (2)	8965 (1)	42 (1)
C (54)	4182 (2)	11134 (2)	7813 (1)	33 (1)
C (61)	12564 (2)	7659 (2)	5923 (1)	18 (1)
C (62)	13745 (2)	7925 (2)	5883 (1)	21 (1)
C (63)	13865 (2)	8826 (2)	5261 (1)	24 (1)
C (64)	12844 (2)	9475 (2)	4689 (1)	24 (1)
C (65)	11691 (2)	9176 (2)	4736 (1)	24 (1)
C (66)	11550 (2)	8260 (2)	5340 (1)	20 (1)
C (221)	12342 (2)	6534 (2)	8879 (1)	34 (1)
C (241)	8080 (2)	6625 (2)	10042 (1)	33 (1)
C (261)	8719 (2)	5800 (2)	7618 (1)	36 (1)
C (421)	10760 (2)	10904 (2)	8510 (1)	21 (1)
C (422)	10714 (2)	9677 (2)	9006 (1)	30 (1)
C (423)	11264 (2)	11532 (2)	8964 (1)	31 (1)
C (441)	5937 (2)	13340 (2)	8603 (1)	28 (1)
C (442)	5853 (3)	12369 (3)	9303 (2)	47 (1)
C (443)	6093 (3)	14419 (2)	8793 (2)	46 (1)
C (461)	7585 (2)	13303 (2)	6132 (1)	28 (1)
C (462)	6342 (2)	13074 (2)	5926 (1)	35 (1)
C (463)	7430 (3)	14641 (2)	5755 (1)	46 (1)
C (621)	14827 (2)	7279 (2)	6515 (1)	29 (1)
C (641)	12974 (2)	10489 (2)	4041 (1)	34 (1)
C (661)	10318 (2)	7913 (2)	5362 (1)	26 (1)

Tabelle A.11. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** (100 K). Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu (1)	19 (1)	46 (1)	22 (1)	-11 (1)	8 (1)	-15 (1)
Cu (2)	30 (3)	35 (3)	50 (4)	-27 (3)	9 (2)	6 (2)
N (1)	20 (1)	16 (1)	17 (1)	-6 (1)	4 (1)	-6 (1)

N(2)	18(1)	17(1)	13(1)	-6(1)	1(1)	-5(1)
N(3)	18(1)	16(1)	15(1)	-7(1)	5(1)	-6(1)
C(1)	26(1)	42(1)	28(1)	-13(1)	7(1)	-14(1)
N(5)	22(1)	33(1)	25(1)	-7(1)	7(1)	-13(1)
C(11)	17(1)	16(1)	19(1)	-6(1)	-1(1)	-5(1)
C(12)	22(1)	19(1)	19(1)	-4(1)	-1(1)	-7(1)
C(13)	31(1)	19(1)	23(1)	-3(1)	-2(1)	-9(1)
C(14)	31(1)	15(1)	28(1)	-8(1)	-3(1)	-3(1)
C(15)	21(1)	22(1)	26(1)	-13(1)	3(1)	-4(1)
C(16)	18(1)	19(1)	18(1)	-7(1)	1(1)	-7(1)
C(21)	26(1)	16(1)	16(1)	-1(1)	1(1)	-7(1)
C(22)	28(1)	21(1)	23(1)	-6(1)	0(1)	-8(1)
C(23)	35(1)	22(1)	20(1)	-8(1)	-1(1)	-8(1)
C(24)	34(1)	17(1)	21(1)	-3(1)	6(1)	-5(1)
C(25)	30(1)	28(1)	24(1)	-6(1)	5(1)	-13(1)
C(26)	31(1)	24(1)	19(1)	-4(1)	2(1)	-12(1)
C(31)	18(1)	18(1)	12(1)	-5(1)	2(1)	-7(1)
C(32)	22(1)	18(1)	13(1)	-5(1)	4(1)	-7(1)
C(33)	32(1)	17(1)	24(1)	-8(1)	6(1)	-11(1)
C(34)	37(1)	26(1)	22(1)	-7(1)	9(1)	-19(1)
C(35)	26(1)	31(1)	18(1)	-8(1)	9(1)	-15(1)
C(36)	19(1)	23(1)	16(1)	-9(1)	5(1)	-7(1)
C(41)	22(1)	16(1)	18(1)	-8(1)	7(1)	-8(1)
C(42)	22(1)	20(1)	17(1)	-7(1)	4(1)	-9(1)
C(43)	24(1)	27(1)	14(1)	-7(1)	5(1)	-10(1)
C(44)	21(1)	27(1)	20(1)	-11(1)	7(1)	-9(1)
C(45)	21(1)	25(1)	19(1)	-9(1)	3(1)	-5(1)
C(46)	25(1)	20(1)	16(1)	-7(1)	4(1)	-6(1)
C(51)	18(1)	28(1)	32(1)	-5(1)	8(1)	-10(1)
C(52)	33(1)	36(1)	54(2)	-9(1)	-1(1)	-16(1)
C(53)	36(1)	42(1)	33(1)	2(1)	13(1)	-10(1)
C(54)	28(1)	28(1)	35(1)	-3(1)	4(1)	-8(1)
C(61)	20(1)	19(1)	18(1)	-10(1)	6(1)	-6(1)
C(62)	20(1)	25(1)	25(1)	-15(1)	7(1)	-8(1)
C(63)	23(1)	30(1)	26(1)	-17(1)	12(1)	-12(1)
C(64)	30(1)	29(1)	20(1)	-12(1)	11(1)	-14(1)
C(65)	27(1)	29(1)	17(1)	-9(1)	3(1)	-11(1)
C(66)	21(1)	25(1)	18(1)	-11(1)	5(1)	-9(1)
C(221)	31(1)	44(1)	33(1)	-19(1)	-1(1)	-14(1)
C(241)	42(1)	27(1)	25(1)	-8(1)	9(1)	-9(1)
C(261)	34(1)	60(1)	29(1)	-21(1)	8(1)	-27(1)
C(421)	20(1)	26(1)	18(1)	-8(1)	5(1)	-6(1)
C(422)	33(1)	27(1)	23(1)	-4(1)	-2(1)	-5(1)
C(423)	27(1)	39(1)	28(1)	-15(1)	1(1)	-12(1)
C(441)	18(1)	44(1)	22(1)	-14(1)	5(1)	-6(1)
C(442)	38(1)	62(2)	37(1)	-11(1)	21(1)	-17(1)
C(443)	37(1)	53(1)	56(2)	-36(1)	19(1)	-9(1)
C(461)	29(1)	34(1)	16(1)	-11(1)	4(1)	-2(1)
C(462)	30(1)	46(1)	26(1)	-21(1)	-3(1)	1(1)
C(463)	62(2)	38(1)	22(1)	1(1)	3(1)	-9(1)
C(621)	22(1)	32(1)	32(1)	-10(1)	-1(1)	-11(1)
C(641)	41(1)	42(1)	24(1)	-7(1)	10(1)	-23(1)
C(661)	23(1)	33(1)	22(1)	-6(1)	0(1)	-13(1)

Tabelle A.12. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **3b** (100 K).

Cu(1)-C(1)	1,829(2)	C(32)-C(41)	1,500(2)
Cu(1)-N(3)	1,8934(14)	C(33)-C(34)	1,385(3)
Cu(2)-N(1)	1,972(6)	C(34)-C(35)	1,390(3)
Cu(2)-C(1)	1,994(6)	C(35)-C(36)	1,381(2)
Cu(2)-N(3)	2,073(7)	C(41)-C(42)	1,409(2)

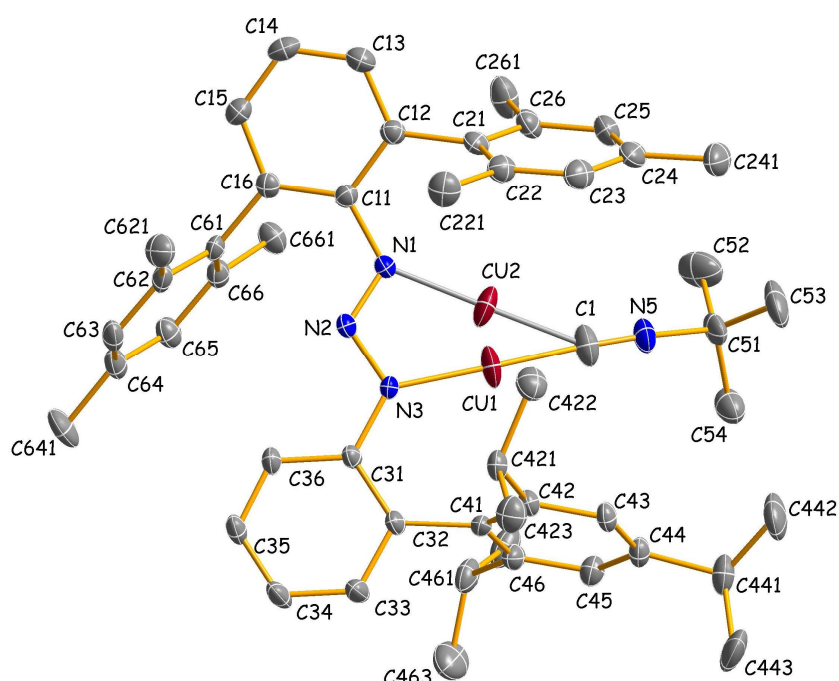
N(1) -N(2)	1,2829 (19)	C(41) -C(46)	1,414 (2)
N(2) -N(3)	1,3328 (19)	C(42) -C(43)	1,397 (2)
N(1) -C(11)	1,420 (2)	C(42) -C(421)	1,523 (2)
N(3) -C(31)	1,401 (2)	C(43) -C(44)	1,393 (3)
C(1) -N(5)	1,149 (3)	C(44) -C(45)	1,384 (3)
N(5) -C(51)	1,462 (2)	C(44) -C(441)	1,521 (2)
C(11) -C(16)	1,404 (2)	C(45) -C(46)	1,398 (2)
C(11) -C(12)	1,410 (2)	C(46) -C(461)	1,525 (3)
C(12) -C(13)	1,398 (2)	C(51) -C(53)	1,507 (3)
C(12) -C(21)	1,488 (3)	C(51) -C(54)	1,524 (3)
C(13) -C(14)	1,378 (3)	C(51) -C(52)	1,528 (3)
C(14) -C(15)	1,382 (3)	C(61) -C(66)	1,398 (2)
C(15) -C(16)	1,396 (2)	C(61) -C(62)	1,403 (2)
C(16) -C(61)	1,496 (2)	C(62) -C(63)	1,394 (3)
C(21) -C(22)	1,403 (3)	C(62) -C(621)	1,503 (3)
C(21) -C(26)	1,408 (3)	C(63) -C(64)	1,391 (3)
C(22) -C(23)	1,386 (3)	C(64) -C(65)	1,396 (3)
C(22) -C(221)	1,511 (3)	C(64) -C(641)	1,507 (3)
C(23) -C(24)	1,394 (3)	C(65) -C(66)	1,391 (3)
C(24) -C(25)	1,389 (3)	C(66) -C(661)	1,512 (2)
C(24) -C(241)	1,507 (3)	C(421) -C(422)	1,532 (3)
C(25) -C(26)	1,391 (3)	C(421) -C(423)	1,532 (3)
C(26) -C(261)	1,510 (3)	C(441) -C(442)	1,522 (3)
C(31) -C(36)	1,409 (2)	C(441) -C(443)	1,538 (3)
C(31) -C(32)	1,413 (2)	C(461) -C(462)	1,529 (3)
C(32) -C(33)	1,400 (2)	C(461) -C(463)	1,530 (3)
C(1) -Cu(1) -N(3)	175,98 (8)	C(36) -C(31) -C(32)	119,29 (14)
N(1) -Cu(2) -C(1)	162,2 (4)	C(33) -C(32) -C(31)	118,32 (16)
N(1) -Cu(2) -N(3)	63,84 (19)	C(33) -C(32) -C(41)	118,06 (15)
C(1) -Cu(2) -N(3)	132,3 (4)	C(31) -C(32) -C(41)	123,62 (14)
N(1) -Cu(2) -N(2)	31,18 (10)	C(34) -C(33) -C(32)	122,09 (16)
C(1) -Cu(2) -N(2)	164,6 (4)	C(33) -C(34) -C(35)	119,04 (16)
N(3) -Cu(2) -N(2)	32,74 (10)	C(36) -C(35) -C(34)	120,62 (17)
N(2) -N(1) -C(11)	114,72 (14)	C(35) -C(36) -C(31)	120,62 (16)
N(2) -N(1) -Cu(2)	96,1 (2)	C(42) -C(41) -C(46)	119,16 (16)
C(11) -N(1) -Cu(2)	148,7 (3)	C(42) -C(41) -C(32)	121,01 (15)
N(1) -N(2) -N(3)	109,83 (13)	C(46) -C(41) -C(32)	119,54 (15)
N(1) -N(2) -Cu(2)	52,7 (2)	C(43) -C(42) -C(41)	119,54 (16)
N(3) -N(2) -Cu(2)	57,3 (2)	C(43) -C(42) -C(421)	118,29 (16)
N(2) -N(3) -C(31)	114,71 (13)	C(41) -C(42) -C(421)	122,16 (15)
N(2) -N(3) -Cu(1)	114,26 (10)	C(44) -C(43) -C(42)	121,72 (16)
C(31) -N(3) -Cu(1)	131,03 (11)	C(45) -C(44) -C(43)	118,01 (16)
N(2) -N(3) -Cu(2)	90,0 (2)	C(45) -C(44) -C(441)	120,37 (16)
C(31) -N(3) -Cu(2)	155,3 (2)	C(43) -C(44) -C(441)	121,57 (17)
Cu(1) -N(3) -Cu(2)	24,31 (17)	C(44) -C(45) -C(46)	122,40 (17)
N(5) -C(1) -Cu(1)	175,3 (2)	C(45) -C(46) -C(41)	118,89 (16)
N(5) -C(1) -Cu(2)	154,3 (3)	C(45) -C(46) -C(461)	118,99 (16)
Cu(1) -C(1) -Cu(2)	25,3 (2)	C(41) -C(46) -C(461)	122,10 (16)
C(1) -N(5) -C(51)	172,4 (2)	N(5) -C(51) -C(53)	107,78 (17)
C(16) -C(11) -C(12)	120,15 (15)	N(5) -C(51) -C(54)	106,43 (15)
C(16) -C(11) -N(1)	125,23 (15)	C(53) -C(51) -C(54)	112,79 (18)
C(12) -C(11) -N(1)	114,43 (15)	N(5) -C(51) -C(52)	106,97 (17)
C(13) -C(12) -C(11)	119,17 (17)	C(53) -C(51) -C(52)	111,08 (18)
C(13) -C(12) -C(21)	120,42 (16)	C(54) -C(51) -C(52)	111,44 (18)
C(11) -C(12) -C(21)	120,40 (15)	C(66) -C(61) -C(62)	120,52 (16)
C(14) -C(13) -C(12)	120,76 (17)	C(66) -C(61) -C(16)	118,99 (15)
C(13) -C(14) -C(15)	119,87 (16)	C(62) -C(61) -C(16)	120,38 (16)
C(14) -C(15) -C(16)	121,42 (17)	C(63) -C(62) -C(61)	118,57 (17)
C(15) -C(16) -C(11)	118,61 (16)	C(63) -C(62) -C(621)	121,23 (16)
C(15) -C(16) -C(61)	117,79 (16)	C(61) -C(62) -C(621)	120,16 (17)
C(11) -C(16) -C(61)	123,46 (14)	C(64) -C(63) -C(62)	121,90 (16)
C(22) -C(21) -C(26)	119,52 (17)	C(63) -C(64) -C(65)	118,33 (17)

C (22)–C (21)–C (12)	120,44 (16)	C (63)–C (64)–C (641)	120,71 (17)
C (26)–C (21)–C (12)	120,02 (16)	C (65)–C (64)–C (641)	120,96 (18)
C (23)–C (22)–C (21)	119,88 (17)	C (66)–C (65)–C (64)	121,35 (17)
C (23)–C (22)–C (221)	120,14 (18)	C (65)–C (66)–C (61)	119,24 (16)
C (21)–C (22)–C (221)	119,93 (18)	C (65)–C (66)–C (661)	120,36 (16)
C (22)–C (23)–C (24)	121,43 (18)	C (61)–C (66)–C (661)	120,40 (16)
C (25)–C (24)–C (23)	118,08 (18)	C (42)–C (421)–C (422)	111,61 (15)
C (25)–C (24)–C (241)	121,32 (19)	C (42)–C (421)–C (423)	110,50 (15)
C (23)–C (24)–C (241)	120,59 (18)	C (422)–C (421)–C (423)	110,50 (16)
C (24)–C (25)–C (26)	122,20 (18)	C (44)–C (441)–C (442)	113,51 (18)
C (25)–C (26)–C (21)	118,86 (17)	C (44)–C (441)–C (443)	109,55 (16)
C (25)–C (26)–C (261)	120,26 (17)	C (442)–C (441)–C (443)	110,0 (2)
C (21)–C (26)–C (261)	120,88 (18)	C (46)–C (461)–C (462)	111,84 (17)
N (3)–C (31)–C (36)	122,76 (14)	C (46)–C (461)–C (463)	112,39 (17)
N (3)–C (31)–C (32)	117,90 (14)	C (462)–C (461)–C (463)	110,07 (18)

Verbindung 3b (173 K)

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 37 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für Cu1 (s.o.f. = 0,88) und Cu2 (s.o.f. = 0,12).

Tabelle A.13. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** (173 K). U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cu (1)	9007 (1)	9831 (1)	7440 (1)	56 (1)
Cu (2)	9237 (5)	8886 (7)	7538 (3)	60 (1)
N (1)	10814 (3)	8086 (3)	7155 (2)	31 (1)
N (2)	11357 (3)	8901 (3)	6925 (2)	30 (1)
N (3)	10564 (3)	9949 (3)	6987 (2)	28 (1)

C (1)	7460 (5)	9714 (5)	7818 (2)	60 (1)
N (5)	6446 (3)	9704 (3)	8003 (2)	50 (1)
C (11)	11571 (3)	6926 (3)	7128 (2)	31 (1)
C (12)	11396 (4)	5944 (3)	7689 (2)	34 (1)
C (13)	12050 (4)	4761 (4)	7691 (2)	46 (1)
C (14)	12871 (4)	4524 (4)	7155 (2)	48 (1)
C (15)	13032 (4)	5480 (4)	6603 (2)	40 (1)
C (16)	12399 (3)	6684 (3)	6574 (2)	33 (1)
C (21)	10504 (4)	6186 (3)	8272 (2)	38 (1)
C (22)	10945 (4)	6453 (4)	8851 (2)	42 (1)
C (23)	10140 (5)	6610 (4)	9406 (2)	50 (1)
C (24)	8895 (5)	6499 (4)	9404 (2)	48 (1)
C (25)	8470 (4)	6259 (4)	8825 (2)	50 (1)
C (26)	9248 (4)	6094 (4)	8247 (2)	45 (1)
C (31)	11009 (3)	10939 (3)	6704 (2)	28 (1)
C (32)	10355 (4)	12013 (3)	6858 (2)	32 (1)
C (33)	10800 (4)	13002 (4)	6570 (2)	43 (1)
C (34)	11828 (4)	12944 (4)	6125 (2)	46 (1)
C (35)	12461 (4)	11876 (4)	5972 (2)	41 (1)
C (36)	12071 (4)	10881 (4)	6253 (2)	35 (1)
C (41)	9184 (4)	12196 (3)	7314 (2)	32 (1)
C (42)	9391 (4)	11746 (3)	8089 (2)	35 (1)
C (43)	8323 (4)	12089 (4)	8492 (2)	39 (1)
C (44)	7074 (4)	12843 (4)	8167 (2)	39 (1)
C (45)	6877 (4)	13224 (4)	7408 (2)	41 (1)
C (46)	7909 (4)	12899 (3)	6974 (2)	37 (1)
C (51)	5080 (4)	9797 (4)	8146 (3)	53 (1)
C (52)	4722 (6)	9007 (6)	7775 (4)	89 (2)
C (53)	5040 (6)	9359 (6)	8959 (3)	91 (2)
C (54)	4238 (5)	11116 (5)	7793 (3)	67 (1)
C (61)	12551 (3)	7660 (3)	5920 (2)	32 (1)
C (62)	13722 (4)	7932 (4)	5883 (2)	39 (1)
C (63)	13839 (4)	8826 (4)	5256 (2)	43 (1)
C (64)	12857 (4)	9448 (4)	4695 (2)	46 (1)
C (65)	11705 (4)	9148 (4)	4743 (2)	44 (1)
C (66)	11556 (4)	8244 (4)	5354 (2)	38 (1)
C (221)	12314 (5)	6543 (5)	8885 (3)	62 (1)
C (241)	8049 (5)	6645 (5)	10033 (2)	62 (1)
C (261)	8725 (5)	5834 (5)	7624 (3)	67 (1)
C (421)	10744 (4)	10942 (4)	8491 (2)	39 (1)
C (422)	10730 (5)	9687 (4)	8990 (2)	58 (1)
C (423)	11236 (5)	11565 (5)	8938 (3)	60 (1)
C (441)	5949 (4)	13309 (5)	8611 (2)	54 (1)
C (442)	5903 (6)	12380 (6)	9318 (3)	96 (2)
C (443)	6033 (6)	14423 (6)	8750 (4)	93 (2)
C (461)	7583 (4)	13303 (4)	6151 (2)	52 (1)
C (462)	6348 (5)	13083 (5)	5946 (3)	65 (1)
C (463)	7429 (7)	14634 (5)	5784 (3)	86 (2)
C (621)	14793 (4)	7305 (4)	6505 (3)	54 (1)
C (641)	12989 (5)	10452 (5)	4032 (2)	69 (2)
C (661)	10329 (4)	7900 (4)	5374 (2)	48 (1)

Tabelle A.14. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **3b** (173 K). Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^2 + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu (1)	37 (1)	97 (1)	42 (1)	-21 (1)	20 (1)	-34 (1)
Cu (2)	38 (3)	79 (4)	55 (3)	-36 (3)	14 (2)	2 (3)
N (1)	32 (2)	29 (2)	30 (2)	-7 (1)	9 (1)	-12 (1)
N (2)	33 (2)	31 (2)	25 (2)	-8 (1)	8 (1)	-12 (1)

N(3)	29(2)	29(2)	27(2)	-12(1)	11(1)	-10(1)
C(1)	43(3)	95(4)	47(3)	-20(3)	15(2)	-33(3)
N(5)	38(2)	64(2)	50(2)	-16(2)	19(2)	-22(2)
C(11)	31(2)	30(2)	33(2)	-12(2)	5(2)	-11(2)
C(12)	39(2)	33(2)	32(2)	-11(2)	4(2)	-15(2)
C(13)	53(3)	35(2)	46(2)	-6(2)	7(2)	-18(2)
C(14)	52(3)	31(2)	58(3)	-19(2)	3(2)	-7(2)
C(15)	37(2)	38(2)	44(2)	-17(2)	6(2)	-8(2)
C(16)	31(2)	39(2)	34(2)	-15(2)	4(2)	-16(2)
C(21)	47(2)	30(2)	32(2)	-2(2)	7(2)	-14(2)
C(22)	49(2)	41(2)	34(2)	-10(2)	1(2)	-15(2)
C(23)	66(3)	49(3)	32(2)	-12(2)	3(2)	-18(2)
C(24)	61(3)	37(2)	38(2)	-4(2)	13(2)	-16(2)
C(25)	52(3)	52(3)	47(3)	-11(2)	18(2)	-27(2)
C(26)	54(3)	50(3)	34(2)	-10(2)	13(2)	-27(2)
C(31)	33(2)	31(2)	23(2)	-9(2)	9(1)	-15(2)
C(32)	39(2)	35(2)	25(2)	-8(2)	11(2)	-16(2)
C(33)	59(3)	35(2)	42(2)	-15(2)	21(2)	-24(2)
C(34)	64(3)	47(3)	38(2)	-12(2)	20(2)	-36(2)
C(35)	44(2)	55(3)	33(2)	-16(2)	19(2)	-28(2)
C(36)	34(2)	41(2)	31(2)	-14(2)	14(2)	-15(2)
C(41)	37(2)	28(2)	35(2)	-13(2)	14(2)	-14(2)
C(42)	37(2)	38(2)	32(2)	-10(2)	12(2)	-16(2)
C(43)	40(2)	53(3)	30(2)	-17(2)	16(2)	-21(2)
C(44)	37(2)	50(2)	37(2)	-21(2)	15(2)	-18(2)
C(45)	36(2)	48(2)	37(2)	-16(2)	6(2)	-10(2)
C(46)	45(2)	35(2)	30(2)	-12(2)	11(2)	-13(2)
C(51)	32(2)	55(3)	69(3)	-10(2)	21(2)	-20(2)
C(52)	69(4)	76(4)	131(6)	-27(4)	1(4)	-41(3)
C(53)	63(3)	111(5)	67(4)	7(3)	37(3)	-23(3)
C(54)	50(3)	64(3)	70(3)	-2(3)	14(2)	-16(2)
C(61)	34(2)	35(2)	31(2)	-18(2)	13(2)	-11(2)
C(62)	32(2)	46(2)	48(2)	-27(2)	19(2)	-16(2)
C(63)	42(2)	56(3)	47(2)	-28(2)	23(2)	-30(2)
C(64)	56(3)	57(3)	37(2)	-22(2)	23(2)	-32(2)
C(65)	51(2)	53(3)	32(2)	-13(2)	10(2)	-24(2)
C(66)	40(2)	45(2)	35(2)	-19(2)	12(2)	-18(2)
C(221)	56(3)	75(3)	61(3)	-29(3)	6(2)	-27(3)
C(241)	79(3)	60(3)	44(3)	-17(2)	24(2)	-19(3)
C(261)	64(3)	104(4)	55(3)	-32(3)	19(2)	-52(3)
C(421)	36(2)	49(2)	33(2)	-17(2)	14(2)	-15(2)
C(422)	55(3)	58(3)	45(3)	-4(2)	3(2)	-13(2)
C(423)	47(3)	77(3)	61(3)	-28(3)	5(2)	-22(2)
C(441)	35(2)	84(3)	44(2)	-27(2)	14(2)	-16(2)
C(442)	85(4)	122(5)	68(4)	-18(4)	51(3)	-33(4)
C(443)	75(4)	97(5)	123(5)	-72(4)	57(4)	-20(3)
C(461)	54(3)	60(3)	32(2)	-17(2)	12(2)	-3(2)
C(462)	54(3)	84(4)	47(3)	-35(3)	1(2)	0(3)
C(463)	111(5)	76(4)	47(3)	-1(3)	18(3)	-20(3)
C(621)	37(2)	59(3)	65(3)	-19(2)	6(2)	-17(2)
C(641)	87(4)	87(4)	40(3)	-5(3)	22(2)	-56(3)
C(661)	46(2)	56(3)	45(2)	-12(2)	6(2)	-27(2)

Tabelle A.15. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **3b** (173 K).

Cu(1)-C(1)	1,834(4)	C(32)-C(41)	1,514(5)
Cu(1)-N(3)	1,900(3)	C(33)-C(34)	1,380(5)
Cu(2)-N(1)	1,914(5)	C(34)-C(35)	1,382(6)
Cu(2)-C(1)	1,991(6)	C(35)-C(36)	1,377(5)
Cu(2)-N(3)	2,283(7)	C(41)-C(46)	1,395(5)
N(1)-N(2)	1,285(4)	C(41)-C(42)	1,417(5)

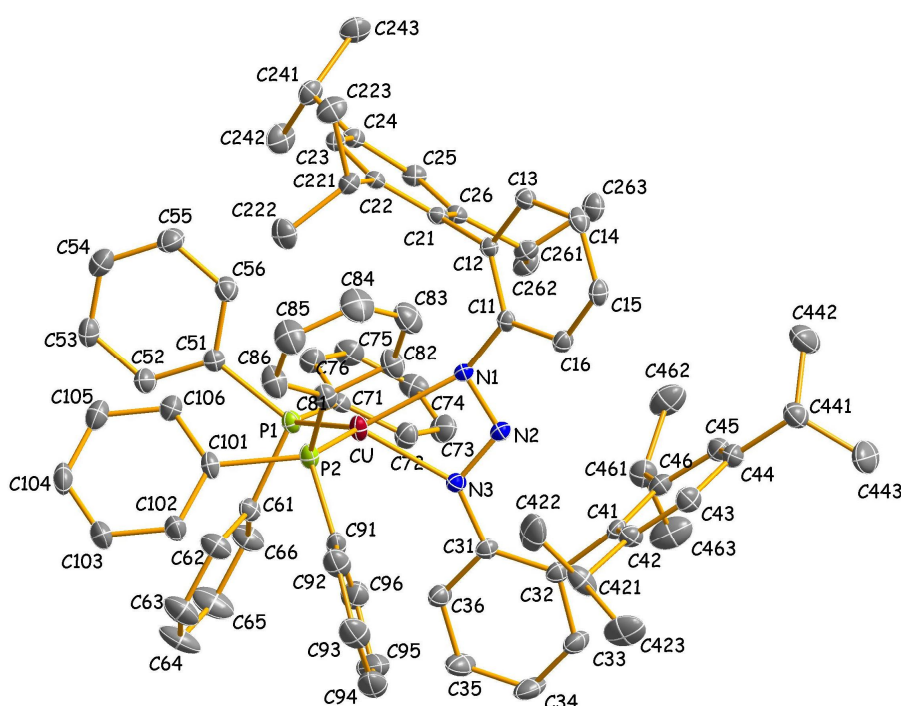
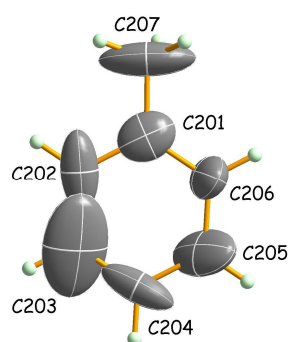
N(1)-C(11)	1,403(5)	C(42)-C(43)	1,392(5)
N(2)-N(3)	1,325(4)	C(42)-C(421)	1,516(5)
N(3)-C(31)	1,409(4)	C(43)-C(44)	1,376(6)
C(1)-N(5)	1,143(5)	C(44)-C(45)	1,389(5)
N(5)-C(51)	1,462(5)	C(44)-C(441)	1,521(5)
C(11)-C(16)	1,413(5)	C(45)-C(46)	1,400(5)
C(11)-C(12)	1,415(5)	C(46)-C(461)	1,520(6)
C(12)-C(13)	1,386(6)	C(51)-C(53)	1,497(7)
C(12)-C(21)	1,497(5)	C(51)-C(54)	1,508(6)
C(13)-C(14)	1,382(6)	C(51)-C(52)	1,516(8)
C(14)-C(15)	1,378(6)	C(61)-C(66)	1,378(5)
C(15)-C(16)	1,391(5)	C(61)-C(62)	1,402(5)
C(16)-C(61)	1,499(5)	C(62)-C(63)	1,398(6)
C(21)-C(22)	1,392(6)	C(62)-C(621)	1,500(6)
C(21)-C(26)	1,395(6)	C(63)-C(64)	1,364(6)
C(22)-C(23)	1,380(6)	C(64)-C(65)	1,400(6)
C(22)-C(221)	1,517(6)	C(64)-C(641)	1,522(6)
C(23)-C(24)	1,391(6)	C(65)-C(66)	1,398(5)
C(24)-C(25)	1,365(6)	C(66)-C(661)	1,512(5)
C(24)-C(241)	1,518(6)	C(421)-C(423)	1,521(6)
C(25)-C(26)	1,403(6)	C(421)-C(422)	1,552(6)
C(26)-C(261)	1,500(6)	C(441)-C(442)	1,498(7)
C(31)-C(32)	1,393(5)	C(441)-C(443)	1,507(8)
C(31)-C(36)	1,416(5)	C(461)-C(463)	1,522(7)
C(32)-C(33)	1,408(5)	C(461)-C(462)	1,525(7)
C(1)-Cu(1)-N(3)	176,02(18)	C(33)-C(32)-C(41)	117,4(3)
N(1)-Cu(2)-C(1)	172,1(4)	C(34)-C(33)-C(32)	122,0(4)
N(1)-Cu(2)-N(3)	60,44(19)	C(33)-C(34)-C(35)	119,1(4)
C(1)-Cu(2)-N(3)	121,5(4)	C(36)-C(35)-C(34)	120,7(3)
N(2)-N(1)-C(11)	115,2(3)	C(35)-C(36)-C(31)	120,4(3)
N(2)-N(1)-Cu(2)	103,9(3)	C(46)-C(41)-C(42)	119,6(3)
C(11)-N(1)-Cu(2)	140,3(3)	C(46)-C(41)-C(32)	120,0(3)
N(1)-N(2)-N(3)	109,8(3)	C(42)-C(41)-C(32)	120,1(3)
N(2)-N(3)-C(31)	115,2(3)	C(43)-C(42)-C(41)	118,6(3)
N(2)-N(3)-Cu(1)	113,0(2)	C(43)-C(42)-C(421)	119,1(3)
C(31)-N(3)-Cu(1)	131,8(2)	C(41)-C(42)-C(421)	122,2(3)
N(2)-N(3)-Cu(2)	85,5(2)	C(44)-C(43)-C(42)	122,6(4)
C(31)-N(3)-Cu(2)	159,2(3)	C(43)-C(44)-C(45)	117,7(3)
Cu(1)-N(3)-Cu(2)	27,46(14)	C(43)-C(44)-C(441)	122,1(4)
N(5)-C(1)-Cu(1)	174,6(4)	C(45)-C(44)-C(441)	120,1(4)
N(5)-C(1)-Cu(2)	150,5(5)	C(44)-C(45)-C(46)	122,2(4)
Cu(1)-C(1)-Cu(2)	31,8(2)	C(41)-C(46)-C(45)	119,0(3)
C(1)-N(5)-C(51)	172,8(5)	C(41)-C(46)-C(461)	122,7(3)
N(1)-C(11)-C(16)	125,5(3)	C(45)-C(46)-C(461)	118,3(4)
N(1)-C(11)-C(12)	114,9(3)	N(5)-C(51)-C(53)	107,5(4)
C(16)-C(11)-C(12)	119,4(3)	N(5)-C(51)-C(54)	106,3(3)
C(13)-C(12)-C(11)	119,5(3)	C(53)-C(51)-C(54)	113,3(4)
C(13)-C(12)-C(21)	120,4(3)	N(5)-C(51)-C(52)	106,7(4)
C(11)-C(12)-C(21)	120,1(3)	C(53)-C(51)-C(52)	112,3(5)
C(14)-C(13)-C(12)	121,1(4)	C(54)-C(51)-C(52)	110,4(5)
C(15)-C(14)-C(13)	119,5(4)	C(66)-C(61)-C(62)	121,1(3)
C(14)-C(15)-C(16)	121,8(4)	C(66)-C(61)-C(16)	119,4(3)
C(15)-C(16)-C(11)	118,7(3)	C(62)-C(61)-C(16)	119,5(3)
C(15)-C(16)-C(61)	117,6(3)	C(63)-C(62)-C(61)	117,7(4)
C(11)-C(16)-C(61)	123,5(3)	C(63)-C(62)-C(621)	121,3(4)
C(22)-C(21)-C(26)	120,2(4)	C(61)-C(62)-C(621)	120,9(4)
C(22)-C(21)-C(12)	120,1(4)	C(64)-C(63)-C(62)	122,6(4)
C(26)-C(21)-C(12)	119,7(4)	C(63)-C(64)-C(65)	118,4(4)
C(23)-C(22)-C(21)	119,6(4)	C(63)-C(64)-C(641)	121,5(4)
C(23)-C(22)-C(221)	120,0(4)	C(65)-C(64)-C(641)	120,1(4)
C(21)-C(22)-C(221)	120,4(4)	C(66)-C(65)-C(64)	120,9(4)
C(22)-C(23)-C(24)	121,6(4)	C(61)-C(66)-C(65)	119,2(4)

C (25)–C (24)–C (23)	117, 9 (4)	C (61)–C (66)–C (661)	121, 2 (3)
C (25)–C (24)–C (241)	121, 8 (4)	C (65)–C (66)–C (661)	119, 7 (4)
C (23)–C (24)–C (241)	120, 3 (4)	C (42)–C (421)–C (423)	111, 2 (3)
C (24)–C (25)–C (26)	122, 7 (4)	C (42)–C (421)–C (422)	111, 6 (3)
C (21)–C (26)–C (25)	118, 0 (4)	C (423)–C (421)–C (422)	110, 2 (4)
C (21)–C (26)–C (261)	121, 8 (4)	C (442)–C (441)–C (443)	110, 2 (5)
C (25)–C (26)–C (261)	120, 2 (4)	C (442)–C (441)–C (44)	114, 1 (4)
C (32)–C (31)–N (3)	118, 6 (3)	C (443)–C (441)–C (44)	109, 7 (4)
C (32)–C (31)–C (36)	119, 5 (3)	C (46)–C (461)–C (463)	112, 2 (4)
N (3)–C (31)–C (36)	121, 9 (3)	C (46)–C (461)–C (462)	112, 5 (4)
C (31)–C (32)–C (33)	118, 2 (3)	C (463)–C (461)–C (462)	109, 7 (4)
C (31)–C (32)–C (41)	124, 3 (3)		

Verbindung 4a · C₇H₈

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 37 sowie:

Das kokristallisierte Toluol-Molekül wurde unter Vorgabe hexagonaler Symmetrie mit einem C–C-Abstand von 1,39 Å verfeinert.

Tabelle A.16. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **4a** · C₇H₈. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cu	2748 (1)	–2766 (1)	2865 (1)	29 (1)
N (1)	2927 (2)	–1176 (2)	2695 (1)	23 (1)
N (2)	2331 (2)	–1048 (2)	2184 (1)	25 (1)
N (3)	1928 (2)	–1874 (2)	2133 (1)	25 (1)
P (1)	1700 (1)	–3572 (1)	3728 (1)	26 (1)

P (2)	4058 (1)	-3512 (1)	2369 (1)	29 (1)
C (11)	3546 (2)	-367 (2)	2687 (1)	23 (1)
C (12)	3925 (2)	-176 (2)	3309 (1)	23 (1)
C (13)	4645 (2)	542 (2)	3256 (2)	28 (1)
C (14)	4978 (2)	1086 (2)	2619 (2)	34 (1)
C (15)	4553 (2)	931 (2)	2015 (2)	33 (1)
C (16)	3857 (2)	221 (2)	2045 (1)	30 (1)
C (21)	3563 (2)	-642 (2)	4041 (1)	23 (1)
C (22)	4208 (2)	-1204 (2)	4474 (1)	23 (1)
C (23)	3897 (2)	-1483 (2)	5188 (1)	26 (1)
C (24)	2981 (2)	-1250 (2)	5479 (1)	27 (1)
C (25)	2347 (2)	-718 (2)	5033 (1)	29 (1)
C (26)	2611 (2)	-403 (2)	4322 (1)	25 (1)
C (31)	1238 (2)	-1863 (2)	1619 (1)	27 (1)
C (32)	1111 (2)	-1120 (2)	1046 (1)	31 (1)
C (33)	426 (2)	-1281 (2)	576 (2)	42 (1)
C (34)	-145 (3)	-2103 (3)	652 (2)	54 (1)
C (35)	-30 (3)	-2825 (3)	1221 (2)	49 (1)
C (36)	662 (2)	-2700 (2)	1690 (2)	35 (1)
C (41)	1631 (2)	-162 (2)	899 (1)	28 (1)
C (42)	2468 (2)	-15 (2)	417 (2)	33 (1)
C (43)	2892 (2)	897 (2)	257 (2)	38 (1)
C (44)	2514 (2)	1679 (2)	549 (2)	36 (1)
C (45)	1676 (2)	1519 (2)	1025 (2)	37 (1)
C (46)	1238 (2)	615 (2)	1209 (2)	33 (1)
C (51)	2188 (2)	-4179 (2)	4544 (1)	28 (1)
C (52)	2012 (2)	-5139 (2)	4820 (2)	38 (1)
C (53)	2443 (3)	-5558 (2)	5425 (2)	45 (1)
C (54)	3044 (3)	-5021 (2)	5752 (2)	47 (1)
C (55)	3207 (2)	-4054 (2)	5492 (2)	45 (1)
C (56)	2786 (2)	-3636 (2)	4890 (2)	37 (1)
C (61)	1072 (2)	-4563 (2)	3416 (1)	30 (1)
C (62)	1638 (2)	-5169 (2)	3044 (2)	44 (1)
C (63)	1217 (3)	-5950 (3)	2820 (2)	57 (1)
C (64)	227 (3)	-6127 (3)	2963 (2)	69 (1)
C (65)	-346 (3)	-5536 (3)	3334 (2)	70 (1)
C (66)	73 (2)	-4752 (2)	3562 (2)	48 (1)
C (71)	659 (2)	-2881 (2)	4044 (2)	28 (1)
C (72)	185 (2)	-2251 (2)	3547 (2)	38 (1)
C (73)	-670 (2)	-1771 (2)	3739 (2)	46 (1)
C (74)	-1044 (2)	-1903 (2)	4438 (2)	42 (1)
C (75)	-568 (2)	-2510 (2)	4940 (2)	43 (1)
C (76)	276 (2)	-2999 (2)	4742 (2)	38 (1)
C (81)	5298 (2)	-2979 (2)	2330 (2)	33 (1)
C (82)	5370 (2)	-1976 (2)	2214 (2)	42 (1)
C (83)	6279 (3)	-1529 (3)	2183 (2)	59 (1)
C (84)	7118 (3)	-2078 (3)	2258 (2)	64 (1)
C (85)	7056 (3)	-3070 (3)	2375 (2)	62 (1)
C (86)	6146 (2)	-3518 (2)	2414 (2)	48 (1)
C (91)	3909 (2)	-3659 (2)	1458 (2)	34 (1)
C (92)	4703 (3)	-3742 (2)	966 (2)	48 (1)
C (93)	4538 (3)	-3903 (3)	292 (2)	59 (1)
C (94)	3589 (4)	-3967 (3)	103 (2)	64 (1)
C (95)	2796 (3)	-3878 (3)	578 (2)	65 (1)
C (96)	2963 (3)	-3716 (2)	1266 (2)	49 (1)
C (101)	4228 (2)	-4768 (2)	2787 (2)	30 (1)
C (102)	4194 (3)	-5540 (2)	2423 (2)	41 (1)
C (103)	4207 (3)	-6486 (2)	2782 (2)	49 (1)
C (104)	4263 (3)	-6650 (2)	3498 (2)	51 (1)
C (105)	4307 (2)	-5889 (2)	3864 (2)	46 (1)
C (106)	4287 (2)	-4946 (2)	3514 (2)	36 (1)
C (221)	5208 (2)	-1531 (2)	4190 (1)	29 (1)
C (222)	5163 (3)	-2601 (2)	4117 (2)	46 (1)

C(223)	6044 (2)	-1335 (3)	4633 (2)	45 (1)
C(241)	2678 (2)	-1543 (2)	6263 (2)	35 (1)
C(242)	1748 (3)	-2166 (3)	6386 (2)	49 (1)
C(243)	2535 (3)	-658 (2)	6635 (2)	46 (1)
C(261)	1910 (2)	241 (2)	3871 (1)	29 (1)
C(262)	835 (2)	157 (2)	4180 (2)	38 (1)
C(263)	2240 (2)	1301 (2)	3752 (2)	39 (1)
C(421)	2958 (3)	-854 (2)	99 (2)	48 (1)
C(422)	3879 (3)	-1179 (3)	451 (2)	73 (1)
C(423)	3180 (3)	-589 (3)	-699 (2)	71 (1)
C(441)	3005 (3)	2669 (2)	362 (2)	43 (1)
C(442)	3056 (4)	3190 (3)	994 (2)	69 (1)
C(443)	2514 (3)	3293 (3)	-224 (2)	67 (1)
C(461)	365 (2)	457 (2)	1764 (2)	43 (1)
C(462)	344 (3)	1149 (3)	2299 (2)	64 (1)
C(463)	-623 (3)	465 (4)	1453 (2)	74 (1)
C(201)	1290 (4)	-3841 (5)	8747 (2)	142 (3)
C(202)	1851 (6)	-3039 (4)	8805 (3)	189 (6)
C(203)	2732 (6)	-2849 (4)	8392 (4)	350 (13)
C(204)	3054 (3)	-3460 (5)	7922 (3)	172 (5)
C(205)	2493 (4)	-4262 (4)	7864 (3)	193 (4)
C(206)	1612 (4)	-4452 (3)	8276 (3)	134 (3)
C(207)	396 (6)	-3988 (8)	9174 (4)	251 (7)

Tabelle A.17. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **4a** · C₇H₈. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Cu	33 (1)	24 (1)	29 (1)	1 (1)	4 (1)	3 (1)
N(1)	25 (1)	24 (1)	19 (1)	-4 (1)	-3 (1)	0 (1)
N(2)	27 (1)	28 (1)	21 (1)	-4 (1)	-3 (1)	0 (1)
N(3)	29 (1)	25 (1)	21 (1)	-3 (1)	-2 (1)	-4 (1)
P(1)	28 (1)	23 (1)	26 (1)	-2 (1)	3 (1)	-1 (1)
P(2)	33 (1)	23 (1)	30 (1)	-2 (1)	4 (1)	3 (1)
C(11)	23 (1)	22 (1)	24 (1)	-3 (1)	0 (1)	4 (1)
C(12)	23 (1)	21 (1)	24 (1)	-5 (1)	-2 (1)	3 (1)
C(13)	27 (1)	27 (1)	30 (2)	-5 (1)	-4 (1)	0 (1)
C(14)	30 (2)	25 (2)	43 (2)	-1 (1)	0 (1)	-7 (1)
C(15)	38 (2)	28 (2)	30 (2)	5 (1)	3 (1)	0 (1)
C(16)	35 (2)	31 (2)	23 (1)	-2 (1)	-2 (1)	3 (1)
C(21)	27 (1)	24 (1)	20 (1)	-7 (1)	-1 (1)	-3 (1)
C(22)	25 (1)	22 (1)	24 (1)	-6 (1)	-2 (1)	-1 (1)
C(23)	28 (1)	23 (1)	26 (1)	-1 (1)	-5 (1)	-1 (1)
C(24)	28 (2)	28 (1)	25 (1)	-6 (1)	1 (1)	-4 (1)
C(25)	24 (1)	35 (2)	27 (2)	-7 (1)	4 (1)	-1 (1)
C(26)	24 (1)	25 (1)	27 (1)	-6 (1)	-3 (1)	-3 (1)
C(31)	26 (1)	32 (2)	22 (1)	-4 (1)	0 (1)	-2 (1)
C(32)	32 (2)	38 (2)	22 (1)	-4 (1)	-1 (1)	-2 (1)
C(33)	48 (2)	51 (2)	27 (2)	2 (1)	-11 (2)	-8 (2)
C(34)	52 (2)	72 (3)	39 (2)	-3 (2)	-21 (2)	-18 (2)
C(35)	52 (2)	53 (2)	43 (2)	-5 (2)	-10 (2)	-25 (2)
C(36)	39 (2)	39 (2)	27 (2)	-1 (1)	-5 (1)	-7 (1)
C(41)	34 (2)	30 (2)	18 (1)	2 (1)	-6 (1)	0 (1)
C(42)	38 (2)	36 (2)	25 (2)	-6 (1)	4 (1)	-3 (1)
C(43)	41 (2)	41 (2)	28 (2)	-3 (1)	7 (1)	-3 (1)
C(44)	43 (2)	32 (2)	31 (2)	-2 (1)	-6 (1)	-2 (1)
C(45)	43 (2)	34 (2)	35 (2)	-9 (1)	-6 (1)	6 (1)
C(46)	36 (2)	39 (2)	24 (2)	-2 (1)	-6 (1)	1 (1)
C(51)	28 (1)	29 (2)	26 (1)	-4 (1)	5 (1)	1 (1)
C(52)	46 (2)	32 (2)	35 (2)	0 (1)	-4 (1)	-6 (1)

C (53)	54 (2)	35 (2)	42 (2)	7 (1)	-4 (2)	1 (2)
C (54)	49 (2)	52 (2)	38 (2)	1 (2)	-9 (2)	9 (2)
C (55)	43 (2)	51 (2)	42 (2)	-6 (2)	-13 (2)	-2 (2)
C (56)	35 (2)	32 (2)	44 (2)	-3 (1)	-5 (1)	-3 (1)
C (61)	34 (2)	28 (2)	27 (2)	-1 (1)	4 (1)	-6 (1)
C (62)	37 (2)	44 (2)	54 (2)	-20 (2)	7 (2)	-7 (2)
C (63)	57 (2)	50 (2)	68 (3)	-32 (2)	15 (2)	-10 (2)
C (64)	61 (3)	63 (3)	91 (3)	-45 (2)	11 (2)	-29 (2)
C (65)	44 (2)	73 (3)	97 (3)	-40 (2)	20 (2)	-28 (2)
C (66)	38 (2)	49 (2)	58 (2)	-19 (2)	10 (2)	-14 (2)
C (71)	29 (2)	24 (1)	33 (2)	-7 (1)	-1 (1)	-5 (1)
C (72)	41 (2)	38 (2)	35 (2)	-5 (1)	-2 (1)	7 (1)
C (73)	42 (2)	47 (2)	52 (2)	-12 (2)	-11 (2)	13 (2)
C (74)	27 (2)	47 (2)	57 (2)	-22 (2)	-1 (2)	1 (1)
C (75)	40 (2)	50 (2)	39 (2)	-13 (2)	10 (2)	2 (2)
C (76)	39 (2)	42 (2)	32 (2)	-5 (1)	2 (1)	3 (1)
C (81)	35 (2)	32 (2)	31 (2)	-5 (1)	6 (1)	1 (1)
C (82)	42 (2)	33 (2)	49 (2)	-4 (1)	8 (2)	-1 (1)
C (83)	68 (3)	40 (2)	64 (3)	-5 (2)	4 (2)	-15 (2)
C (84)	41 (2)	66 (3)	81 (3)	-7 (2)	3 (2)	-19 (2)
C (85)	36 (2)	60 (2)	87 (3)	-8 (2)	-1 (2)	1 (2)
C (86)	37 (2)	39 (2)	65 (2)	-3 (2)	7 (2)	-1 (2)
C (91)	45 (2)	25 (2)	30 (2)	-2 (1)	2 (1)	6 (1)
C (92)	61 (2)	42 (2)	39 (2)	-8 (2)	9 (2)	-1 (2)
C (93)	87 (3)	52 (2)	36 (2)	-11 (2)	17 (2)	-8 (2)
C (94)	111 (4)	49 (2)	34 (2)	-12 (2)	-6 (2)	-1 (2)
C (95)	76 (3)	68 (3)	57 (2)	-21 (2)	-26 (2)	6 (2)
C (96)	55 (2)	49 (2)	43 (2)	-10 (2)	-3 (2)	7 (2)
C (101)	28 (2)	22 (1)	38 (2)	1 (1)	4 (1)	1 (1)
C (102)	56 (2)	29 (2)	40 (2)	-5 (1)	-6 (2)	5 (2)
C (103)	65 (2)	27 (2)	56 (2)	-6 (2)	-11 (2)	5 (2)
C (104)	54 (2)	29 (2)	65 (2)	10 (2)	-16 (2)	2 (2)
C (105)	44 (2)	46 (2)	42 (2)	9 (2)	-6 (2)	3 (2)
C (106)	36 (2)	35 (2)	35 (2)	-1 (1)	-5 (1)	4 (1)
C (221)	26 (1)	32 (2)	26 (1)	-1 (1)	-2 (1)	2 (1)
C (222)	46 (2)	38 (2)	52 (2)	-12 (2)	6 (2)	11 (2)
C (223)	27 (2)	63 (2)	46 (2)	-8 (2)	-3 (1)	0 (2)
C (241)	37 (2)	42 (2)	24 (2)	1 (1)	3 (1)	-1 (1)
C (242)	47 (2)	56 (2)	39 (2)	5 (2)	9 (2)	-13 (2)
C (243)	51 (2)	60 (2)	26 (2)	-10 (2)	5 (2)	-2 (2)
C (261)	26 (1)	38 (2)	24 (1)	-8 (1)	-1 (1)	5 (1)
C (262)	29 (2)	50 (2)	36 (2)	-7 (2)	-5 (1)	7 (1)
C (263)	36 (2)	36 (2)	43 (2)	-1 (1)	-1 (1)	8 (1)
C (421)	50 (2)	38 (2)	56 (2)	-17 (2)	23 (2)	-14 (2)
C (422)	101 (4)	53 (2)	65 (3)	-11 (2)	-4 (3)	38 (2)
C (423)	69 (3)	100 (3)	50 (2)	-39 (2)	6 (2)	19 (3)
C (441)	48 (2)	35 (2)	46 (2)	-7 (2)	-3 (2)	-6 (2)
C (442)	98 (3)	46 (2)	65 (3)	-11 (2)	-10 (2)	-19 (2)
C (443)	87 (3)	47 (2)	62 (3)	12 (2)	-11 (2)	-24 (2)
C (461)	43 (2)	47 (2)	38 (2)	-8 (2)	6 (2)	4 (2)
C (462)	64 (2)	92 (3)	35 (2)	-13 (2)	5 (2)	11 (2)
C (463)	44 (2)	123 (4)	55 (3)	-22 (3)	2 (2)	9 (2)
C (201)	139 (6)	174 (8)	106 (6)	10 (5)	-37 (5)	53 (6)
C (202)	346 (16)	85 (5)	153 (8)	-10 (5)	-152 (10)	6 (7)
C (203)	670 (40)	270 (16)	128 (10)	-8 (10)	-179 (16)	43 (19)
C (204)	80 (4)	198 (9)	195 (9)	123 (8)	-43 (5)	-46 (5)
C (205)	159 (8)	132 (7)	255 (11)	29 (7)	54 (8)	78 (6)
C (206)	137 (6)	90 (4)	178 (7)	-46 (5)	26 (5)	13 (4)
C (207)	112 (6)	434 (17)	144 (7)	119 (9)	50 (5)	63 (8)

Tabelle A.18. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **4a** · C₇H₈.

Cu-N (3)	2,117 (2)	C (55) -C (56)	1,381 (4)
Cu-N (1)	2,220 (2)	C (61) -C (66)	1,385 (4)
Cu-P (1)	2,2706 (9)	C (61) -C (62)	1,389 (4)
Cu-P (2)	2,2814 (9)	C (62) -C (63)	1,386 (4)
N (1) -N (2)	1,315 (3)	C (63) -C (64)	1,370 (5)
N (1) -C (11)	1,419 (3)	C (64) -C (65)	1,379 (5)
N (2) -N (3)	1,309 (3)	C (65) -C (66)	1,392 (5)
N (3) -C (31)	1,418 (3)	C (71) -C (76)	1,392 (4)
P (1) -C (71)	1,829 (3)	C (71) -C (72)	1,394 (4)
P (1) -C (51)	1,840 (3)	C (72) -C (73)	1,393 (4)
P (1) -C (61)	1,843 (3)	C (73) -C (74)	1,389 (5)
P (2) -C (91)	1,831 (3)	C (74) -C (75)	1,384 (5)
P (2) -C (81)	1,842 (3)	C (75) -C (76)	1,391 (4)
P (2) -C (101)	1,844 (3)	C (81) -C (86)	1,381 (4)
C (11) -C (12)	1,408 (4)	C (81) -C (82)	1,395 (4)
C (11) -C (16)	1,415 (4)	C (82) -C (83)	1,384 (5)
C (12) -C (13)	1,398 (4)	C (83) -C (84)	1,376 (5)
C (12) -C (21)	1,509 (3)	C (84) -C (85)	1,380 (5)
C (13) -C (14)	1,387 (4)	C (85) -C (86)	1,385 (5)
C (14) -C (15)	1,390 (4)	C (91) -C (96)	1,373 (5)
C (15) -C (16)	1,374 (4)	C (91) -C (92)	1,399 (4)
C (21) -C (22)	1,411 (4)	C (92) -C (93)	1,391 (5)
C (21) -C (26)	1,421 (4)	C (93) -C (94)	1,377 (6)
C (22) -C (23)	1,405 (4)	C (94) -C (95)	1,378 (6)
C (22) -C (221)	1,521 (4)	C (95) -C (96)	1,419 (5)
C (23) -C (24)	1,385 (4)	C (101) -C (102)	1,387 (4)
C (24) -C (25)	1,395 (4)	C (101) -C (106)	1,396 (4)
C (24) -C (241)	1,529 (4)	C (102) -C (103)	1,400 (4)
C (25) -C (26)	1,394 (4)	C (103) -C (104)	1,375 (5)
C (26) -C (261)	1,535 (4)	C (104) -C (105)	1,375 (5)
C (31) -C (36)	1,402 (4)	C (105) -C (106)	1,391 (4)
C (31) -C (32)	1,417 (4)	C (221) -C (223)	1,529 (4)
C (32) -C (33)	1,396 (4)	C (221) -C (222)	1,536 (4)
C (32) -C (41)	1,503 (4)	C (241) -C (242)	1,526 (4)
C (33) -C (34)	1,380 (5)	C (241) -C (243)	1,537 (4)
C (34) -C (35)	1,391 (5)	C (261) -C (262)	1,533 (4)
C (35) -C (36)	1,388 (4)	C (261) -C (263)	1,537 (4)
C (41) -C (42)	1,407 (4)	C (421) -C (422)	1,506 (5)
C (41) -C (46)	1,409 (4)	C (421) -C (423)	1,533 (5)
C (42) -C (43)	1,391 (4)	C (441) -C (443)	1,514 (5)
C (42) -C (421)	1,537 (4)	C (441) -C (442)	1,526 (5)
C (43) -C (44)	1,390 (4)	C (461) -C (463)	1,514 (5)
C (44) -C (45)	1,403 (4)	C (461) -C (462)	1,523 (5)
C (44) -C (441)	1,527 (4)	C (201) -C (202)	1,3900
C (45) -C (46)	1,391 (4)	C (201) -C (206)	1,3900
C (46) -C (461)	1,529 (4)	C (201) -C (207)	1,413 (7)
C (51) -C (52)	1,386 (4)	C (202) -C (203)	1,3900
C (51) -C (56)	1,396 (4)	C (203) -C (204)	1,3900
C (52) -C (53)	1,393 (4)	C (204) -C (205)	1,3900
C (53) -C (54)	1,370 (5)	C (205) -C (206)	1,3900
C (54) -C (55)	1,386 (5)		
N (3) -Cu-N (1)	59,06 (8)	C (52) -C (51) -P (1)	123,8 (2)
N (3) -Cu-P (1)	109,44 (7)	C (56) -C (51) -P (1)	117,3 (2)
N (1) -Cu-P (1)	123,01 (6)	C (51) -C (52) -C (53)	120,3 (3)
N (3) -Cu-P (2)	114,28 (7)	C (54) -C (53) -C (52)	120,1 (3)
N (1) -Cu-P (2)	112,14 (6)	C (53) -C (54) -C (55)	120,2 (3)
P (1) -Cu-P (2)	121,61 (3)	C (56) -C (55) -C (54)	120,0 (3)
N (2) -N (1) -C (11)	112,4 (2)	C (55) -C (56) -C (51)	120,4 (3)
N (2) -N (1) -Cu	93,13 (15)	C (66) -C (61) -C (62)	118,8 (3)
C (11) -N (1) -Cu	148,50 (17)	C (66) -C (61) -P (1)	122,9 (2)

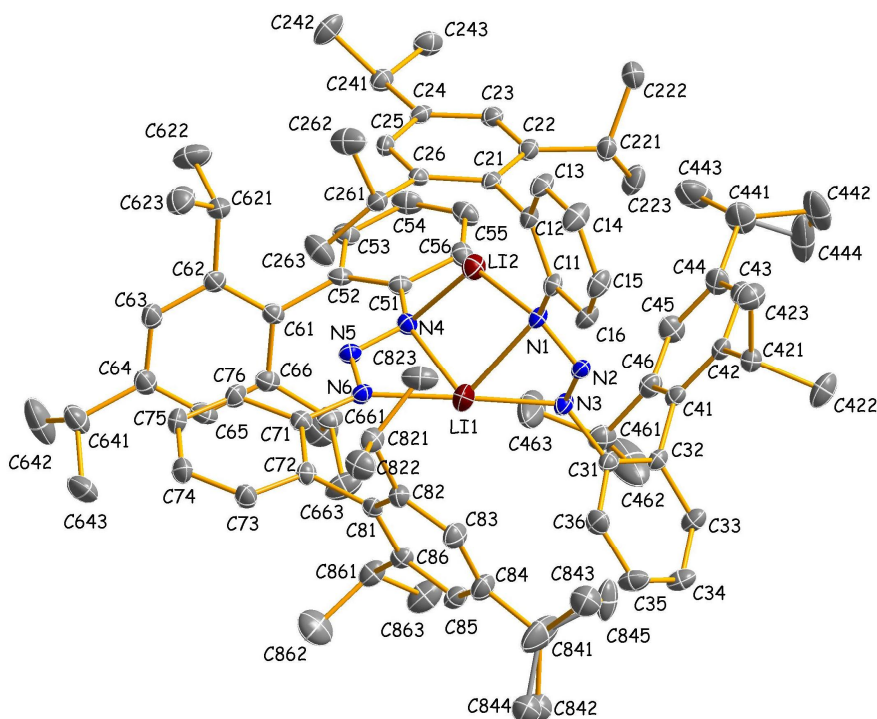
N(3)-N(2)-N(1)	109,2(2)	C(62)-C(61)-P(1)	118,2(2)
N(2)-N(3)-C(31)	116,8(2)	C(63)-C(62)-C(61)	121,0(3)
N(2)-N(3)-Cu	98,10(15)	C(64)-C(63)-C(62)	119,7(3)
C(31)-N(3)-Cu	144,81(18)	C(63)-C(64)-C(65)	120,1(3)
C(71)-P(1)-C(51)	103,37(13)	C(64)-C(65)-C(66)	120,4(3)
C(71)-P(1)-C(61)	101,99(13)	C(61)-C(66)-C(65)	119,9(3)
C(51)-P(1)-C(61)	102,47(13)	C(76)-C(71)-C(72)	118,5(3)
C(71)-P(1)-Cu	116,08(9)	C(76)-C(71)-P(1)	123,6(2)
C(51)-P(1)-Cu	119,47(9)	C(72)-C(71)-P(1)	117,7(2)
C(61)-P(1)-Cu	111,26(9)	C(73)-C(72)-C(71)	120,9(3)
C(91)-P(2)-C(81)	103,88(14)	C(74)-C(73)-C(72)	119,8(3)
C(91)-P(2)-C(101)	101,66(13)	C(75)-C(74)-C(73)	120,0(3)
C(81)-P(2)-C(101)	103,56(13)	C(74)-C(75)-C(76)	120,0(3)
C(91)-P(2)-Cu	112,94(10)	C(75)-C(76)-C(71)	120,9(3)
C(81)-P(2)-Cu	119,16(10)	C(86)-C(81)-C(82)	119,0(3)
C(101)-P(2)-Cu	113,68(9)	C(86)-C(81)-P(2)	123,5(2)
C(12)-C(11)-C(16)	118,6(2)	C(82)-C(81)-P(2)	117,5(2)
C(12)-C(11)-N(1)	120,8(2)	C(83)-C(82)-C(81)	120,5(3)
C(16)-C(11)-N(1)	120,5(2)	C(84)-C(83)-C(82)	119,8(3)
C(13)-C(12)-C(11)	118,3(2)	C(83)-C(84)-C(85)	120,3(3)
C(13)-C(12)-C(21)	116,8(2)	C(84)-C(85)-C(86)	120,0(3)
C(11)-C(12)-C(21)	124,7(2)	C(81)-C(86)-C(85)	120,5(3)
C(14)-C(13)-C(12)	122,7(3)	C(96)-C(91)-C(92)	119,5(3)
C(13)-C(14)-C(15)	118,4(3)	C(96)-C(91)-P(2)	117,3(2)
C(16)-C(15)-C(14)	120,5(3)	C(92)-C(91)-P(2)	123,3(3)
C(15)-C(16)-C(11)	121,3(3)	C(93)-C(92)-C(91)	120,3(4)
C(22)-C(21)-C(26)	120,1(2)	C(94)-C(93)-C(92)	120,0(4)
C(22)-C(21)-C(12)	120,2(2)	C(93)-C(94)-C(95)	120,5(4)
C(26)-C(21)-C(12)	119,2(2)	C(94)-C(95)-C(96)	119,5(4)
C(23)-C(22)-C(21)	118,2(2)	C(91)-C(96)-C(95)	120,1(3)
C(23)-C(22)-C(221)	119,5(2)	C(102)-C(101)-C(106)	119,2(3)
C(21)-C(22)-C(221)	122,2(2)	C(102)-C(101)-P(2)	122,6(2)
C(24)-C(23)-C(22)	122,9(3)	C(106)-C(101)-P(2)	117,8(2)
C(23)-C(24)-C(25)	117,5(2)	C(101)-C(102)-C(103)	120,3(3)
C(23)-C(24)-C(241)	121,5(3)	C(104)-C(103)-C(102)	119,8(3)
C(25)-C(24)-C(241)	121,0(2)	C(105)-C(104)-C(103)	120,3(3)
C(26)-C(25)-C(24)	122,8(3)	C(104)-C(105)-C(106)	120,5(3)
C(25)-C(26)-C(21)	118,4(2)	C(105)-C(106)-C(101)	119,9(3)
C(25)-C(26)-C(261)	120,2(2)	C(22)-C(221)-C(223)	113,0(2)
C(21)-C(26)-C(261)	121,2(2)	C(22)-C(221)-C(222)	109,9(2)
C(36)-C(31)-C(32)	118,9(3)	C(223)-C(221)-C(222)	111,1(3)
C(36)-C(31)-N(3)	114,5(2)	C(242)-C(241)-C(24)	111,9(2)
C(32)-C(31)-N(3)	126,6(2)	C(242)-C(241)-C(243)	110,3(3)
C(33)-C(32)-C(31)	117,2(3)	C(24)-C(241)-C(243)	111,3(2)
C(33)-C(32)-C(41)	116,3(3)	C(262)-C(261)-C(26)	112,8(2)
C(31)-C(32)-C(41)	126,5(2)	C(262)-C(261)-C(263)	109,8(2)
C(34)-C(33)-C(32)	123,7(3)	C(26)-C(261)-C(263)	111,5(2)
C(33)-C(34)-C(35)	118,9(3)	C(422)-C(421)-C(423)	110,8(3)
C(36)-C(35)-C(34)	119,0(3)	C(422)-C(421)-C(42)	111,1(3)
C(35)-C(36)-C(31)	122,3(3)	C(423)-C(421)-C(42)	111,5(3)
C(42)-C(41)-C(46)	119,5(3)	C(443)-C(441)-C(442)	110,8(3)
C(42)-C(41)-C(32)	120,7(3)	C(443)-C(441)-C(44)	111,4(3)
C(46)-C(41)-C(32)	119,6(3)	C(442)-C(441)-C(44)	113,2(3)
C(43)-C(42)-C(41)	119,3(3)	C(463)-C(461)-C(462)	109,9(3)
C(43)-C(42)-C(421)	119,3(3)	C(463)-C(461)-C(46)	113,3(3)
C(41)-C(42)-C(421)	121,3(3)	C(462)-C(461)-C(46)	113,8(3)
C(44)-C(43)-C(42)	122,4(3)	C(202)-C(201)-C(206)	120,0
C(43)-C(44)-C(45)	117,4(3)	C(202)-C(201)-C(207)	117,3(7)
C(43)-C(44)-C(441)	120,8(3)	C(206)-C(201)-C(207)	122,7(7)
C(45)-C(44)-C(441)	121,7(3)	C(201)-C(202)-C(203)	120,0
C(46)-C(45)-C(44)	122,0(3)	C(204)-C(203)-C(202)	120,0
C(45)-C(46)-C(41)	119,3(3)	C(203)-C(204)-C(205)	120,0
C(45)-C(46)-C(461)	120,4(3)	C(206)-C(205)-C(204)	120,0

C (41)–C (46)–C (461)	120, 3 (3)	C (205)–C (206)–C (201)	120, 0
C (52)–C (51)–C (56)	118, 9 (3)		

Verbindung 5a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 41 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C442 (s.o.f. = 0,60) und C444 (s.o.f. = 0,40), C842 (s.o.f. = 0,60) und C844 (s.o.f. = 0,40), C843 (s.o.f. = 0,60) und C845 (s.o.f. = 0,40) sowie DFIX-Constraints für die Abstände C441–C442/C441–C444/C841–C842/C841–C843/C841–C844/C841–C845.

Tabelle A.19. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **5a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Li (1)	8020 (6)	7825 (5)	2800 (5)	75 (3)
Li (2)	9372 (5)	8463 (4)	3054 (3)	40 (2)
N (1)	9478 (2)	7219 (2)	3609 (1)	28 (1)
N (2)	9560 (2)	6441 (2)	3384 (2)	29 (1)
N (3)	9208 (2)	6611 (2)	2744 (2)	31 (1)
N (4)	8235 (2)	9123 (2)	2282 (2)	30 (1)
N (5)	7204 (2)	9581 (2)	2386 (2)	30 (1)
N (6)	6800 (2)	9057 (2)	2804 (2)	30 (1)
C (11)	9754 (3)	7033 (2)	4335 (2)	29 (1)
C (12)	10052 (3)	7664 (2)	4591 (2)	29 (1)
C (13)	10303 (3)	7514 (2)	5299 (2)	39 (1)
C (14)	10243 (3)	6762 (3)	5774 (2)	48 (1)
C (15)	9947 (3)	6138 (3)	5525 (2)	43 (1)

C(16)	9701(3)	6275(2)	4815(2)	36(1)
C(21)	10121(3)	8499(2)	4098(2)	26(1)
C(22)	11030(3)	8385(2)	3659(2)	32(1)
C(23)	11063(3)	9162(2)	3196(2)	32(1)
C(24)	10229(3)	10043(2)	3130(2)	30(1)
C(25)	9348(3)	10137(2)	3564(2)	30(1)
C(26)	9280(3)	9399(2)	4057(2)	29(1)
C(31)	9263(3)	5783(2)	2503(2)	29(1)
C(32)	10047(3)	5348(2)	2025(2)	30(1)
C(33)	9982(3)	4622(2)	1750(2)	38(1)
C(34)	9164(3)	4331(3)	1937(2)	44(1)
C(35)	8413(3)	4746(3)	2418(2)	48(1)
C(36)	8463(3)	5472(3)	2700(2)	42(1)
C(41)	10974(3)	5609(2)	1812(2)	30(1)
C(42)	11873(3)	5233(2)	2256(2)	30(1)
C(43)	12757(3)	5415(2)	2024(2)	38(1)
C(44)	12782(3)	5968(3)	1380(2)	44(1)
C(45)	11883(3)	6339(3)	954(2)	46(1)
C(46)	10981(3)	6163(2)	1154(2)	37(1)
C(51)	8705(3)	9602(2)	1766(2)	29(1)
C(52)	8198(3)	10497(2)	1341(2)	31(1)
C(53)	8840(3)	10832(3)	870(2)	39(1)
C(54)	9932(3)	10326(3)	807(2)	45(1)
C(55)	10408(3)	9445(3)	1205(2)	42(1)
C(56)	9802(3)	9096(3)	1674(2)	36(1)
C(61)	7015(3)	11076(2)	1282(2)	31(1)
C(62)	6513(3)	11886(2)	1597(2)	34(1)
C(63)	5427(3)	12442(3)	1488(2)	40(1)
C(64)	4812(3)	12221(3)	1076(2)	41(1)
C(65)	5324(3)	11420(3)	764(2)	43(1)
C(66)	6403(3)	10840(3)	857(2)	35(1)
C(71)	5722(3)	9559(2)	2983(2)	29(1)
C(72)	5147(3)	9055(2)	3348(2)	30(1)
C(73)	4102(3)	9565(3)	3559(2)	38(1)
C(74)	3620(3)	10534(3)	3410(2)	41(1)
C(75)	4181(3)	11013(3)	3040(2)	39(1)
C(76)	5218(3)	10540(2)	2826(2)	36(1)
C(81)	5567(3)	8002(2)	3516(2)	29(1)
C(82)	5787(3)	7546(2)	4218(2)	34(1)
C(83)	6020(3)	6589(3)	4372(2)	43(1)
C(84)	6011(3)	6075(3)	3865(2)	45(1)
C(85)	5799(3)	6541(2)	3175(2)	38(1)
C(86)	5597(3)	7489(2)	2978(2)	32(1)
C(221)	11989(3)	7448(2)	3703(2)	38(1)
C(222)	12952(3)	7506(3)	4011(2)	53(1)
C(223)	12245(3)	7142(3)	2971(2)	53(1)
C(241)	10262(3)	10881(2)	2601(2)	36(1)
C(242)	9992(4)	11728(3)	2966(2)	57(1)
C(243)	11325(3)	10681(3)	2206(2)	47(1)
C(261)	8339(3)	9581(2)	4576(2)	32(1)
C(262)	8423(4)	10149(3)	5110(2)	63(1)
C(263)	7261(3)	10064(3)	4205(2)	62(1)
C(421)	11896(3)	4598(2)	2966(2)	35(1)
C(422)	12503(4)	3564(3)	2896(2)	60(1)
C(423)	12326(3)	4825(3)	3579(2)	51(1)
C(441)	13774(3)	6159(3)	1157(3)	67(1)
C(442)	14786(7)	5288(7)	1183(7)	90(4)
C(444)	14483(15)	5422(10)	729(9)	116(10)
C(443)	13600(4)	7020(3)	654(3)	79(2)
C(461)	10029(3)	6560(3)	653(2)	45(1)
C(462)	10338(5)	6306(5)	-70(3)	133(3)
C(463)	9457(5)	7596(4)	601(4)	129(3)
C(621)	7134(3)	12160(3)	2076(2)	43(1)

C (622)	7464 (4)	12925 (3)	1673 (3)	75 (2)
C (623)	6527 (4)	12462 (3)	2753 (2)	61 (1)
C (641)	3626 (3)	12831 (3)	978 (2)	56 (1)
C (642)	3378 (4)	13459 (4)	292 (3)	103 (2)
C (643)	2945 (3)	12273 (3)	1145 (3)	66 (1)
C (661)	6911 (3)	9969 (3)	506 (2)	40 (1)
C (662)	6948 (4)	10222 (3)	-298 (2)	63 (1)
C (663)	6344 (4)	9309 (3)	712 (2)	63 (1)
C (821)	5810 (3)	8054 (3)	4810 (2)	40 (1)
C (822)	5207 (3)	7837 (3)	5469 (2)	57 (1)
C (823)	6961 (4)	7820 (3)	5000 (2)	62 (1)
C (841)	6191 (5)	5045 (3)	4056 (3)	93 (2)
C (842)	5564 (6)	4737 (6)	3634 (4)	57 (2)
C (843)	6869 (6)	4522 (6)	4694 (4)	64 (2)
C (844)	5322 (8)	4779 (9)	3906 (7)	55 (4)
C (845)	7266 (6)	4388 (7)	4321 (6)	64 (4)
C (861)	5324 (3)	7969 (3)	2217 (2)	41 (1)
C (862)	4116 (4)	8340 (4)	2102 (2)	73 (2)
C (863)	5923 (4)	7359 (3)	1669 (2)	64 (1)

Tabelle A.20. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **5a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Li (1)	53 (5)	31 (4)	137 (8)	-16 (5)	-23 (5)	-8 (4)
Li (2)	46 (4)	36 (4)	34 (4)	0 (3)	-7 (3)	-13 (3)
N (1)	36 (2)	21 (2)	25 (2)	-7 (1)	1 (1)	-10 (1)
N (2)	29 (2)	22 (2)	37 (2)	-8 (1)	4 (1)	-12 (1)
N (3)	38 (2)	24 (2)	30 (2)	-9 (1)	-5 (1)	-8 (1)
N (4)	26 (2)	30 (2)	32 (2)	-6 (1)	2 (1)	-10 (1)
N (5)	32 (2)	31 (2)	29 (2)	-4 (1)	1 (1)	-16 (1)
N (6)	32 (2)	24 (2)	35 (2)	-4 (1)	2 (1)	-15 (1)
C (11)	33 (2)	25 (2)	26 (2)	-9 (2)	3 (2)	-8 (2)
C (12)	33 (2)	22 (2)	30 (2)	-5 (2)	0 (2)	-8 (2)
C (13)	55 (3)	30 (2)	32 (2)	-8 (2)	-5 (2)	-16 (2)
C (14)	76 (3)	37 (2)	28 (2)	-1 (2)	-7 (2)	-22 (2)
C (15)	62 (3)	27 (2)	35 (2)	0 (2)	3 (2)	-17 (2)
C (16)	48 (2)	26 (2)	37 (2)	-8 (2)	3 (2)	-17 (2)
C (21)	30 (2)	25 (2)	24 (2)	-7 (2)	-2 (2)	-12 (2)
C (22)	35 (2)	26 (2)	33 (2)	-9 (2)	0 (2)	-11 (2)
C (23)	32 (2)	32 (2)	35 (2)	-10 (2)	2 (2)	-15 (2)
C (24)	39 (2)	24 (2)	31 (2)	-2 (2)	-6 (2)	-18 (2)
C (25)	31 (2)	22 (2)	35 (2)	-4 (2)	-6 (2)	-7 (2)
C (26)	30 (2)	27 (2)	31 (2)	-4 (2)	-9 (2)	-13 (2)
C (31)	33 (2)	25 (2)	29 (2)	-4 (2)	-5 (2)	-10 (2)
C (32)	37 (2)	22 (2)	30 (2)	-3 (2)	-1 (2)	-12 (2)
C (33)	49 (2)	32 (2)	38 (2)	-12 (2)	9 (2)	-21 (2)
C (34)	58 (3)	44 (2)	42 (2)	-15 (2)	4 (2)	-32 (2)
C (35)	53 (3)	57 (3)	51 (3)	-17 (2)	11 (2)	-39 (2)
C (36)	33 (2)	43 (2)	50 (3)	-13 (2)	11 (2)	-16 (2)
C (41)	34 (2)	25 (2)	35 (2)	-12 (2)	7 (2)	-13 (2)
C (42)	34 (2)	22 (2)	33 (2)	-6 (2)	5 (2)	-11 (2)
C (43)	37 (2)	31 (2)	47 (2)	-4 (2)	0 (2)	-14 (2)
C (44)	37 (2)	39 (2)	53 (3)	-4 (2)	12 (2)	-16 (2)
C (45)	49 (3)	44 (2)	41 (2)	9 (2)	1 (2)	-22 (2)
C (46)	43 (2)	31 (2)	38 (2)	-4 (2)	4 (2)	-17 (2)
C (51)	34 (2)	34 (2)	23 (2)	-6 (2)	-2 (2)	-17 (2)
C (52)	34 (2)	38 (2)	27 (2)	-4 (2)	-4 (2)	-21 (2)
C (53)	41 (2)	45 (2)	34 (2)	-2 (2)	-5 (2)	-22 (2)
C (54)	46 (3)	62 (3)	38 (2)	-8 (2)	10 (2)	-35 (2)
C (55)	31 (2)	58 (3)	37 (2)	-14 (2)	7 (2)	-19 (2)

C(56)	34(2)	38(2)	31(2)	-7(2)	-4(2)	-9(2)
C(61)	29(2)	32(2)	31(2)	1(2)	-3(2)	-15(2)
C(62)	36(2)	28(2)	39(2)	4(2)	-1(2)	-17(2)
C(63)	37(2)	27(2)	52(3)	2(2)	-2(2)	-11(2)
C(64)	35(2)	36(2)	48(3)	4(2)	-1(2)	-14(2)
C(65)	39(2)	51(3)	42(2)	4(2)	-13(2)	-25(2)
C(66)	38(2)	36(2)	33(2)	5(2)	-5(2)	-21(2)
C(71)	30(2)	32(2)	24(2)	-5(2)	-1(2)	-13(2)
C(72)	31(2)	27(2)	28(2)	-1(2)	-2(2)	-9(2)
C(73)	31(2)	35(2)	46(2)	-6(2)	4(2)	-13(2)
C(74)	32(2)	35(2)	52(3)	-14(2)	5(2)	-7(2)
C(75)	37(2)	25(2)	48(2)	-5(2)	-3(2)	-5(2)
C(76)	40(2)	25(2)	41(2)	1(2)	-1(2)	-14(2)
C(81)	23(2)	29(2)	35(2)	-6(2)	5(2)	-12(2)
C(82)	33(2)	32(2)	36(2)	-4(2)	-2(2)	-12(2)
C(83)	52(3)	32(2)	40(2)	3(2)	-7(2)	-15(2)
C(84)	54(3)	28(2)	50(3)	-2(2)	-2(2)	-17(2)
C(85)	44(2)	31(2)	44(2)	-9(2)	5(2)	-20(2)
C(86)	33(2)	33(2)	31(2)	-5(2)	7(2)	-17(2)
C(221)	34(2)	28(2)	49(2)	-9(2)	4(2)	-8(2)
C(222)	38(2)	40(2)	75(3)	-9(2)	-6(2)	-8(2)
C(223)	55(3)	35(2)	64(3)	-20(2)	16(2)	-10(2)
C(241)	41(2)	33(2)	34(2)	-4(2)	-3(2)	-16(2)
C(242)	91(4)	31(2)	53(3)	-3(2)	7(3)	-32(2)
C(243)	55(3)	46(2)	46(3)	2(2)	-1(2)	-30(2)
C(261)	33(2)	29(2)	37(2)	-8(2)	1(2)	-14(2)
C(262)	61(3)	91(4)	58(3)	-40(3)	24(2)	-45(3)
C(263)	36(2)	84(4)	59(3)	-13(3)	1(2)	-18(2)
C(421)	35(2)	31(2)	34(2)	-5(2)	3(2)	-10(2)
C(422)	90(4)	32(2)	50(3)	-4(2)	8(3)	-20(2)
C(423)	67(3)	46(3)	43(3)	-1(2)	-7(2)	-26(2)
C(441)	51(3)	59(3)	87(4)	8(3)	10(3)	-29(3)
C(442)	33(6)	69(7)	142(11)	24(7)	20(7)	-16(5)
C(444)	57(13)	50(10)	200(20)	18(14)	48(14)	-2(8)
C(443)	64(3)	82(4)	98(4)	15(3)	-6(3)	-48(3)
C(461)	55(3)	44(2)	41(2)	1(2)	-3(2)	-27(2)
C(462)	94(5)	206(8)	77(4)	-72(5)	-25(4)	-12(5)
C(463)	118(5)	63(4)	180(7)	-31(4)	-103(5)	11(4)
C(621)	37(2)	36(2)	61(3)	-15(2)	-4(2)	-16(2)
C(622)	85(4)	78(4)	89(4)	-21(3)	8(3)	-60(3)
C(623)	69(3)	53(3)	61(3)	-17(2)	-7(3)	-20(2)
C(641)	35(2)	58(3)	65(3)	2(2)	-11(2)	-13(2)
C(642)	48(3)	103(5)	110(5)	27(4)	-8(3)	0(3)
C(643)	36(3)	80(4)	87(4)	-19(3)	-2(2)	-26(3)
C(661)	48(2)	45(2)	32(2)	-2(2)	-13(2)	-21(2)
C(662)	74(3)	65(3)	53(3)	-3(2)	12(3)	-37(3)
C(663)	101(4)	64(3)	45(3)	-13(2)	13(3)	-55(3)
C(821)	50(3)	35(2)	31(2)	-2(2)	-6(2)	-16(2)
C(822)	52(3)	73(3)	49(3)	-19(2)	9(2)	-25(2)
C(823)	68(3)	82(3)	55(3)	-12(3)	-1(2)	-49(3)
C(841)	163(6)	44(3)	74(4)	12(3)	-37(4)	-46(4)
C(845)	72(9)	31(6)	59(8)	11(6)	13(7)	0(6)
C(861)	59(3)	36(2)	30(2)	-6(2)	6(2)	-23(2)
C(862)	75(4)	92(4)	42(3)	9(3)	-19(3)	-29(3)
C(863)	103(4)	59(3)	40(3)	-12(2)	16(3)	-44(3)

Tabelle A.21. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **5a**.

Li(1)-N(1)	2,389(9)	C(52)-C(61)	1,505(5)
Li(1)-N(2)	2,488(8)	C(53)-C(54)	1,387(5)
Li(1)-N(3)	1,960(8)	C(54)-C(55)	1,375(5)
Li(1)-N(4)	2,234(9)	C(55)-C(56)	1,371(5)

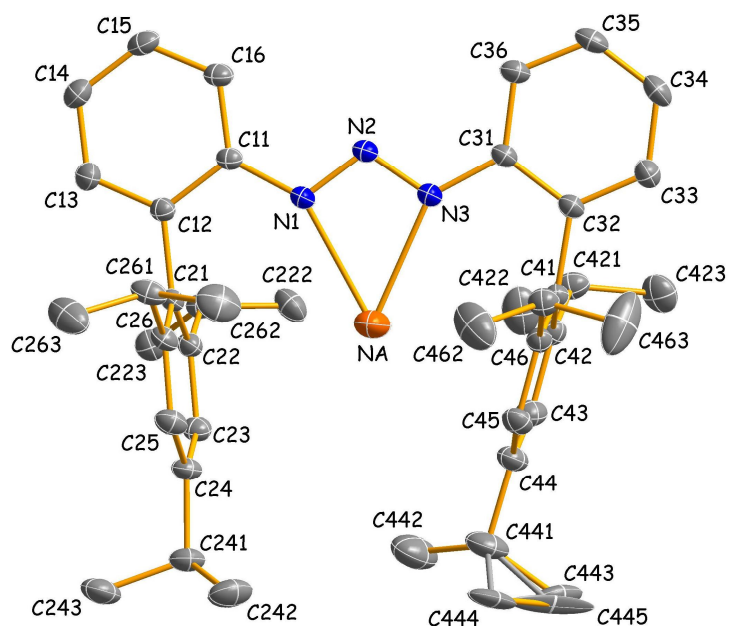
Li (1) -N (5)	2,527 (8)	C (61) -C (62)	1,406 (5)
Li (1) -N (6)	1,984 (8)	C (61) -C (66)	1,411 (5)
Li (1) -Li (2)	2,565 (10)	C (62) -C (63)	1,394 (5)
Li (2) -N (1)	2,013 (7)	C (62) -C (621)	1,531 (5)
Li (2) -N (4)	2,044 (7)	C (63) -C (64)	1,384 (5)
Li (2) -C (21)	2,343 (7)	C (64) -C (65)	1,394 (5)
Li (2) -C (22)	2,585 (7)	C (64) -C (641)	1,520 (5)
Li (2) -C (26)	2,605 (7)	C (65) -C (66)	1,392 (5)
Li (2) -C (51)	2,747 (7)	C (66) -C (661)	1,525 (5)
Li (2) -C (56)	2,758 (7)	C (71) -C (76)	1,399 (5)
N (1) -N (2)	1,339 (3)	C (71) -C (72)	1,404 (4)
N (2) -N (3)	1,296 (4)	C (72) -C (73)	1,397 (5)
N (4) -N (5)	1,317 (4)	C (72) -C (81)	1,503 (4)
N (5) -N (6)	1,304 (4)	C (73) -C (74)	1,381 (5)
N (1) -C (11)	1,418 (4)	C (74) -C (75)	1,365 (5)
N (3) -C (31)	1,441 (4)	C (75) -C (76)	1,380 (5)
N (4) -C (51)	1,413 (4)	C (81) -C (82)	1,396 (5)
N (6) -C (71)	1,413 (4)	C (81) -C (86)	1,416 (5)
C (11) -C (16)	1,394 (5)	C (82) -C (83)	1,393 (5)
C (11) -C (12)	1,400 (4)	C (82) -C (821)	1,517 (5)
C (12) -C (13)	1,380 (5)	C (83) -C (84)	1,383 (5)
C (12) -C (21)	1,509 (4)	C (84) -C (85)	1,379 (5)
C (13) -C (14)	1,387 (5)	C (84) -C (841)	1,523 (5)
C (14) -C (15)	1,382 (5)	C (85) -C (86)	1,392 (5)
C (15) -C (16)	1,385 (5)	C (86) -C (861)	1,515 (5)
C (21) -C (26)	1,412 (4)	C (221) -C (222)	1,534 (5)
C (21) -C (22)	1,415 (5)	C (221) -C (223)	1,537 (5)
C (22) -C (23)	1,392 (5)	C (241) -C (242)	1,524 (5)
C (22) -C (221)	1,520 (5)	C (241) -C (243)	1,529 (5)
C (23) -C (24)	1,386 (4)	C (261) -C (262)	1,523 (5)
C (24) -C (25)	1,383 (5)	C (261) -C (263)	1,523 (5)
C (24) -C (241)	1,528 (5)	C (421) -C (423)	1,519 (5)
C (25) -C (26)	1,392 (4)	C (421) -C (422)	1,529 (5)
C (26) -C (261)	1,529 (5)	C (441) -C (443)	1,458 (6)
C (31) -C (36)	1,380 (5)	C (441) -C (442)	1,499 (5)
C (31) -C (32)	1,393 (5)	C (441) -C (444)	1,509 (5)
C (32) -C (33)	1,388 (5)	C (461) -C (463)	1,487 (6)
C (32) -C (41)	1,498 (5)	C (461) -C (462)	1,496 (6)
C (33) -C (34)	1,379 (5)	C (621) -C (622)	1,522 (5)
C (34) -C (35)	1,365 (5)	C (621) -C (623)	1,529 (5)
C (35) -C (36)	1,386 (5)	C (641) -C (642)	1,464 (6)
C (41) -C (46)	1,400 (5)	C (641) -C (643)	1,512 (6)
C (41) -C (42)	1,407 (5)	C (661) -C (662)	1,522 (5)
C (42) -C (43)	1,381 (5)	C (661) -C (663)	1,522 (5)
C (42) -C (421)	1,529 (5)	C (821) -C (822)	1,519 (5)
C (43) -C (44)	1,383 (5)	C (821) -C (823)	1,527 (5)
C (44) -C (45)	1,387 (5)	C (841) -C (845)	1,478 (5)
C (44) -C (441)	1,527 (5)	C (841) -C (844)	1,482 (5)
C (45) -C (46)	1,389 (5)	C (841) -C (843)	1,492 (5)
C (46) -C (461)	1,526 (5)	C (841) -C (842)	1,497 (5)
C (51) -C (56)	1,401 (5)	C (861) -C (863)	1,516 (5)
C (51) -C (52)	1,418 (5)	C (861) -C (862)	1,535 (6)
C (52) -C (53)	1,398 (5)		
N (3) -Li (1) -N (6)	176,9 (6)	C (31) -C (36) -C (35)	121,0 (4)
N (3) -Li (1) -N (4)	117,8 (4)	C (46) -C (41) -C (42)	120,2 (3)
N (6) -Li (1) -N (4)	61,6 (2)	C (46) -C (41) -C (32)	120,3 (3)
N (3) -Li (1) -N (1)	59,6 (2)	C (42) -C (41) -C (32)	119,3 (3)
N (6) -Li (1) -N (1)	123,3 (4)	C (43) -C (42) -C (41)	118,7 (3)
N (4) -Li (1) -N (1)	97,6 (3)	C (43) -C (42) -C (421)	120,3 (3)
N (3) -Li (1) -N (2)	31,08 (15)	C (41) -C (42) -C (421)	121,0 (3)
N (6) -Li (1) -N (2)	152,0 (5)	C (42) -C (43) -C (44)	122,4 (4)
N (4) -Li (1) -N (2)	120,1 (4)	C (43) -C (44) -C (45)	117,9 (4)

N(1)-Li(1)-N(2)	31,80(13)	C(43)-C(44)-C(441)	120,2(4)
N(3)-Li(1)-N(5)	148,2(5)	C(45)-C(44)-C(441)	121,9(4)
N(6)-Li(1)-N(5)	30,69(15)	C(44)-C(45)-C(46)	122,1(4)
N(4)-Li(1)-N(5)	31,34(13)	C(45)-C(46)-C(41)	118,7(3)
N(1)-Li(1)-N(5)	117,0(3)	C(45)-C(46)-C(461)	120,0(3)
N(2)-Li(1)-N(5)	146,9(4)	C(41)-C(46)-C(461)	121,3(3)
N(3)-Li(1)-Li(2)	88,9(3)	C(56)-C(51)-N(4)	113,5(3)
N(6)-Li(1)-Li(2)	92,6(3)	C(56)-C(51)-C(52)	118,5(3)
N(4)-Li(1)-Li(2)	49,8(2)	N(4)-C(51)-C(52)	127,9(3)
N(1)-Li(1)-Li(2)	47,8(2)	C(56)-C(51)-Li(2)	75,7(2)
N(2)-Li(1)-Li(2)	74,3(3)	N(4)-C(51)-Li(2)	46,3(2)
N(5)-Li(1)-Li(2)	72,6(2)	C(52)-C(51)-Li(2)	151,9(3)
N(1)-Li(2)-N(4)	118,1(3)	C(53)-C(52)-C(51)	117,4(3)
N(1)-Li(2)-C(21)	81,0(2)	C(53)-C(52)-C(61)	116,0(3)
N(4)-Li(2)-C(21)	149,0(3)	C(51)-C(52)-C(61)	126,2(3)
N(1)-Li(2)-Li(1)	61,5(3)	C(54)-C(53)-C(52)	122,7(4)
N(4)-Li(2)-Li(1)	56,6(3)	C(55)-C(54)-C(53)	119,4(4)
C(21)-Li(2)-Li(1)	133,4(4)	C(56)-C(55)-C(54)	119,5(4)
N(1)-Li(2)-C(22)	93,1(2)	C(55)-C(56)-C(51)	122,5(3)
N(4)-Li(2)-C(22)	148,5(3)	C(55)-C(56)-Li(2)	149,1(3)
C(21)-Li(2)-C(22)	32,90(14)	C(51)-C(56)-Li(2)	74,8(2)
Li(1)-Li(2)-C(22)	154,5(3)	C(62)-C(61)-C(66)	118,9(3)
N(1)-Li(2)-C(26)	102,1(3)	C(62)-C(61)-C(52)	121,9(3)
N(4)-Li(2)-C(26)	116,4(3)	C(66)-C(61)-C(52)	119,0(3)
C(21)-Li(2)-C(26)	32,63(13)	C(63)-C(62)-C(61)	120,2(3)
Li(1)-Li(2)-C(26)	127,4(4)	C(63)-C(62)-C(621)	118,8(3)
C(22)-Li(2)-C(26)	55,96(17)	C(61)-C(62)-C(621)	121,0(3)
N(1)-Li(2)-C(51)	141,4(3)	C(64)-C(63)-C(62)	121,8(4)
N(4)-Li(2)-C(51)	29,98(13)	C(63)-C(64)-C(65)	117,3(3)
C(21)-Li(2)-C(51)	137,6(3)	C(63)-C(64)-C(641)	120,6(4)
Li(1)-Li(2)-C(51)	83,6(3)	C(65)-C(64)-C(641)	122,1(4)
C(22)-Li(2)-C(51)	119,8(3)	C(66)-C(65)-C(64)	123,1(4)
C(26)-Li(2)-C(51)	112,8(2)	C(65)-C(66)-C(61)	118,6(4)
N(1)-Li(2)-C(56)	135,2(3)	C(65)-C(66)-C(661)	120,5(3)
N(4)-Li(2)-C(56)	56,37(18)	C(61)-C(66)-C(661)	120,9(3)
C(21)-Li(2)-C(56)	128,0(3)	C(76)-C(71)-C(72)	119,1(3)
Li(1)-Li(2)-C(56)	98,6(3)	C(76)-C(71)-N(6)	122,3(3)
C(22)-Li(2)-C(56)	98,8(2)	C(72)-C(71)-N(6)	118,6(3)
C(26)-Li(2)-C(56)	120,3(3)	C(73)-C(72)-C(71)	117,9(3)
C(51)-Li(2)-C(56)	29,49(12)	C(73)-C(72)-C(81)	117,4(3)
N(2)-N(1)-C(11)	111,5(3)	C(71)-C(72)-C(81)	124,7(3)
N(2)-N(1)-Li(2)	130,2(3)	C(74)-C(73)-C(72)	122,4(3)
C(11)-N(1)-Li(2)	116,6(3)	C(75)-C(74)-C(73)	119,1(4)
N(2)-N(1)-Li(1)	78,2(2)	C(74)-C(75)-C(76)	120,6(3)
C(11)-N(1)-Li(1)	144,2(3)	C(75)-C(76)-C(71)	120,9(3)
Li(2)-N(1)-Li(1)	70,7(3)	C(82)-C(81)-C(86)	120,0(3)
N(3)-N(2)-N(1)	112,6(3)	C(82)-C(81)-C(72)	119,9(3)
N(3)-N(2)-Li(1)	51,4(3)	C(86)-C(81)-C(72)	119,6(3)
N(1)-N(2)-Li(1)	70,0(2)	C(83)-C(82)-C(81)	118,6(3)
N(2)-N(3)-C(31)	113,1(3)	C(83)-C(82)-C(821)	119,3(3)
N(2)-N(3)-Li(1)	97,6(3)	C(81)-C(82)-C(821)	122,1(3)
C(31)-N(3)-Li(1)	132,0(3)	C(84)-C(83)-C(82)	122,9(4)
N(5)-N(4)-C(51)	115,2(3)	C(85)-C(84)-C(83)	117,3(3)
N(5)-N(4)-Li(2)	126,1(3)	C(85)-C(84)-C(841)	120,8(4)
C(51)-N(4)-Li(2)	103,7(3)	C(83)-C(84)-C(841)	121,9(4)
N(5)-N(4)-Li(1)	86,7(3)	C(84)-C(85)-C(86)	122,9(4)
C(51)-N(4)-Li(1)	151,7(3)	C(85)-C(86)-C(81)	118,3(3)
Li(2)-N(4)-Li(1)	73,5(3)	C(85)-C(86)-C(861)	120,2(3)
N(6)-N(5)-N(4)	111,8(3)	C(81)-C(86)-C(861)	121,3(3)
N(6)-N(5)-Li(1)	51,0(3)	C(22)-C(221)-C(222)	110,3(3)
N(4)-N(5)-Li(1)	61,9(3)	C(22)-C(221)-C(223)	110,6(3)
N(5)-N(6)-C(71)	112,9(3)	C(222)-C(221)-C(223)	111,6(3)
N(5)-N(6)-Li(1)	98,3(3)	C(242)-C(241)-C(24)	110,9(3)

C(71)-N(6)-Li(1)	148,2(3)	C(242)-C(241)-C(243)	109,3(3)
C(16)-C(11)-C(12)	118,2(3)	C(24)-C(241)-C(243)	114,1(3)
C(16)-C(11)-N(1)	123,4(3)	C(262)-C(261)-C(263)	110,8(3)
C(12)-C(11)-N(1)	118,4(3)	C(262)-C(261)-C(26)	109,8(3)
C(13)-C(12)-C(11)	119,8(3)	C(263)-C(261)-C(26)	112,8(3)
C(13)-C(12)-C(21)	119,7(3)	C(423)-C(421)-C(422)	110,7(3)
C(11)-C(12)-C(21)	120,5(3)	C(423)-C(421)-C(42)	114,4(3)
C(12)-C(13)-C(14)	121,8(4)	C(422)-C(421)-C(42)	110,7(3)
C(15)-C(14)-C(13)	118,7(4)	C(443)-C(441)-C(442)	123,2(6)
C(14)-C(15)-C(16)	120,2(3)	C(443)-C(441)-C(444)	101,3(8)
C(15)-C(16)-C(11)	121,4(3)	C(442)-C(441)-C(444)	36,6(8)
C(26)-C(21)-C(22)	118,9(3)	C(443)-C(441)-C(44)	115,9(4)
C(26)-C(21)-C(12)	120,9(3)	C(442)-C(441)-C(44)	113,8(6)
C(22)-C(21)-C(12)	120,1(3)	C(444)-C(441)-C(44)	108,1(10)
C(26)-C(21)-Li(2)	83,9(3)	C(463)-C(461)-C(462)	110,3(5)
C(22)-C(21)-Li(2)	83,0(3)	C(463)-C(461)-C(46)	111,6(4)
C(12)-C(21)-Li(2)	102,2(3)	C(462)-C(461)-C(46)	112,4(4)
C(23)-C(22)-C(21)	119,0(3)	C(622)-C(621)-C(623)	110,3(4)
C(23)-C(22)-C(221)	119,2(3)	C(622)-C(621)-C(62)	110,9(3)
C(21)-C(22)-C(221)	121,7(3)	C(623)-C(621)-C(62)	113,2(3)
C(23)-C(22)-Li(2)	93,2(3)	C(642)-C(641)-C(643)	113,3(4)
C(21)-C(22)-Li(2)	64,1(2)	C(642)-C(641)-C(64)	113,0(4)
C(221)-C(22)-Li(2)	114,7(3)	C(643)-C(641)-C(64)	112,8(4)
C(24)-C(23)-C(22)	122,8(3)	C(662)-C(661)-C(663)	110,0(3)
C(25)-C(24)-C(23)	117,1(3)	C(662)-C(661)-C(66)	111,9(3)
C(25)-C(24)-C(241)	120,7(3)	C(663)-C(661)-C(66)	112,0(3)
C(23)-C(24)-C(241)	122,2(3)	C(82)-C(821)-C(822)	113,0(3)
C(24)-C(25)-C(26)	123,0(3)	C(82)-C(821)-C(823)	110,3(3)
C(25)-C(26)-C(21)	119,0(3)	C(822)-C(821)-C(823)	109,9(3)
C(25)-C(26)-C(261)	120,0(3)	C(845)-C(841)-C(844)	125,8(8)
C(21)-C(26)-C(261)	120,9(3)	C(845)-C(841)-C(843)	34,0(5)
C(25)-C(26)-Li(2)	91,2(3)	C(844)-C(841)-C(843)	118,6(7)
C(21)-C(26)-Li(2)	63,5(2)	C(845)-C(841)-C(842)	120,6(7)
C(261)-C(26)-Li(2)	118,0(3)	C(844)-C(841)-C(842)	23,0(6)
C(36)-C(31)-C(32)	119,6(3)	C(843)-C(841)-C(842)	129,3(6)
C(36)-C(31)-N(3)	118,8(3)	C(845)-C(841)-C(84)	115,9(6)
C(32)-C(31)-N(3)	121,3(3)	C(844)-C(841)-C(84)	118,0(6)
C(33)-C(32)-C(31)	118,4(3)	C(843)-C(841)-C(84)	114,6(5)
C(33)-C(32)-C(41)	118,5(3)	C(842)-C(841)-C(84)	115,6(4)
C(31)-C(32)-C(41)	123,0(3)	C(86)-C(861)-C(863)	114,3(3)
C(34)-C(33)-C(32)	121,5(4)	C(86)-C(861)-C(862)	110,0(3)
C(35)-C(34)-C(33)	119,7(4)	C(863)-C(861)-C(862)	110,0(4)
C(34)-C(35)-C(36)	119,7(4)		

Verbindung 6a

Vollständiges
Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 41 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C443 (s.o.f. = 0,50)/C444 (s.o.f. = 0,30)/C445 (s.o.f. = 0,20) sowie SADI-Restraints für die Abstände C441–C442/C441–C443/C441–C444/C441–C445.

Tabelle A.22. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **6a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Na	4190 (2)	2594 (1)	2778 (1)	68 (1)
N (1)	2198 (2)	3391 (1)	2783 (1)	33 (1)
N (2)	1770 (2)	3288 (1)	3613 (1)	30 (1)
N (3)	2554 (2)	2777 (2)	3967 (1)	34 (1)
C (11)	1517 (2)	3978 (2)	2339 (2)	29 (1)
C (12)	2034 (2)	4125 (2)	1463 (2)	30 (1)
C (13)	1462 (3)	4729 (2)	985 (2)	41 (1)
C (14)	387 (3)	5190 (2)	1360 (2)	46 (1)
C (15)	-117 (3)	5044 (2)	2219 (2)	42 (1)
C (16)	433 (3)	4450 (2)	2708 (2)	36 (1)
C (21)	3197 (2)	3631 (2)	1048 (2)	29 (1)
C (22)	4671 (3)	4092 (2)	1228 (2)	32 (1)
C (23)	5716 (3)	3616 (2)	818 (2)	37 (1)
C (24)	5353 (3)	2710 (2)	227 (2)	37 (1)
C (25)	3891 (3)	2269 (2)	77 (2)	40 (1)
C (26)	2808 (3)	2701 (2)	480 (2)	34 (1)
C (31)	2261 (3)	2589 (2)	4867 (2)	31 (1)
C (32)	3187 (3)	2079 (2)	5222 (2)	31 (1)
C (33)	2966 (3)	1832 (2)	6097 (2)	39 (1)
C (34)	1844 (3)	2093 (2)	6618 (2)	44 (1)
C (35)	948 (3)	2603 (2)	6272 (2)	43 (1)
C (36)	1137 (3)	2859 (2)	5402 (2)	38 (1)

C(41)	4378 (3)	1815 (2)	4625 (2)	30 (1)
C(42)	5732 (3)	2468 (2)	4676 (2)	35 (1)
C(43)	6756 (3)	2247 (2)	4050 (2)	43 (1)
C(44)	6484 (3)	1399 (2)	3372 (2)	45 (1)
C(45)	5155 (3)	766 (2)	3341 (2)	41 (1)
C(46)	4084 (3)	948 (2)	3955 (2)	33 (1)
C(221)	5149 (3)	5082 (2)	1860 (2)	37 (1)
C(222)	5780 (3)	4980 (2)	2805 (2)	51 (1)
C(223)	6219 (3)	5798 (2)	1412 (2)	45 (1)
C(241)	6519 (3)	2267 (2)	-278 (2)	46 (1)
C(242)	6281 (4)	1170 (2)	-326 (3)	69 (1)
C(243)	6604 (4)	2493 (3)	-1262 (2)	67 (1)
C(261)	1229 (3)	2153 (2)	293 (2)	44 (1)
C(262)	988 (4)	1217 (2)	678 (3)	72 (1)
C(263)	764 (4)	1953 (3)	-748 (2)	76 (1)
C(421)	6083 (3)	3411 (2)	5401 (2)	44 (1)
C(422)	7037 (5)	4261 (2)	5051 (3)	78 (1)
C(423)	6796 (4)	3254 (2)	6279 (2)	62 (1)
C(441)	7640 (4)	1215 (3)	2692 (3)	72 (1)
C(442)	8036 (6)	2024 (3)	2156 (3)	96 (2)
C(443)	8846 (8)	926 (6)	3166 (7)	72 (3)
C(444)	7539 (16)	208 (5)	2178 (9)	70 (4)
C(445)	8500 (20)	523 (15)	2930 (20)	160 (20)
C(461)	2628 (3)	226 (2)	3893 (2)	41 (1)
C(462)	2025 (5)	-194 (4)	2900 (3)	91 (1)
C(463)	2766 (5)	-602 (3)	4362 (4)	115 (2)

Tabelle A.23. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **6a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Na	68 (1)	82 (1)	67 (1)	20 (1)	25 (1)	37 (1)
N(1)	35 (1)	38 (1)	29 (1)	8 (1)	10 (1)	14 (1)
N(2)	29 (1)	33 (1)	29 (1)	3 (1)	6 (1)	8 (1)
N(3)	37 (1)	39 (1)	30 (1)	8 (1)	9 (1)	15 (1)
C(11)	25 (1)	31 (1)	30 (1)	1 (1)	2 (1)	6 (1)
C(12)	28 (1)	32 (1)	30 (1)	3 (1)	1 (1)	7 (1)
C(13)	39 (1)	51 (2)	35 (1)	11 (1)	-1 (1)	14 (1)
C(14)	42 (2)	53 (2)	50 (2)	15 (1)	-2 (1)	20 (1)
C(15)	32 (1)	45 (2)	51 (2)	0 (1)	-2 (1)	17 (1)
C(16)	28 (1)	43 (1)	38 (1)	2 (1)	6 (1)	10 (1)
C(21)	30 (1)	34 (1)	25 (1)	6 (1)	6 (1)	9 (1)
C(22)	32 (1)	38 (1)	28 (1)	5 (1)	4 (1)	9 (1)
C(23)	29 (1)	42 (1)	39 (1)	6 (1)	5 (1)	9 (1)
C(24)	35 (1)	38 (1)	41 (1)	5 (1)	13 (1)	12 (1)
C(25)	43 (1)	33 (1)	41 (1)	1 (1)	13 (1)	6 (1)
C(26)	34 (1)	37 (1)	31 (1)	7 (1)	9 (1)	5 (1)
C(31)	33 (1)	32 (1)	27 (1)	3 (1)	6 (1)	7 (1)
C(32)	33 (1)	30 (1)	27 (1)	2 (1)	6 (1)	6 (1)
C(33)	45 (1)	42 (1)	32 (1)	8 (1)	4 (1)	9 (1)
C(34)	51 (2)	51 (2)	27 (1)	7 (1)	9 (1)	3 (1)
C(35)	41 (1)	48 (2)	35 (1)	-1 (1)	16 (1)	7 (1)
C(36)	37 (1)	40 (1)	38 (1)	3 (1)	12 (1)	13 (1)
C(41)	34 (1)	32 (1)	28 (1)	6 (1)	3 (1)	12 (1)
C(42)	38 (1)	31 (1)	38 (1)	5 (1)	2 (1)	10 (1)
C(43)	37 (1)	39 (1)	53 (2)	11 (1)	12 (1)	10 (1)
C(44)	51 (2)	47 (2)	43 (2)	10 (1)	19 (1)	18 (1)
C(45)	51 (2)	38 (1)	35 (1)	0 (1)	10 (1)	14 (1)
C(46)	38 (1)	31 (1)	31 (1)	5 (1)	3 (1)	12 (1)
C(221)	30 (1)	41 (1)	37 (1)	-3 (1)	2 (1)	9 (1)

C(222)	50(2)	63(2)	32(1)	3(1)	4(1)	-1(1)
C(223)	47(2)	39(1)	46(2)	5(1)	1(1)	6(1)
C(241)	41(2)	43(2)	55(2)	3(1)	15(1)	16(1)
C(242)	64(2)	51(2)	99(3)	12(2)	27(2)	28(2)
C(243)	71(2)	72(2)	64(2)	11(2)	35(2)	31(2)
C(261)	34(1)	45(2)	45(2)	-4(1)	12(1)	1(1)
C(262)	62(2)	54(2)	91(3)	14(2)	22(2)	-12(2)
C(263)	41(2)	117(3)	55(2)	1(2)	-2(2)	-2(2)
C(421)	39(1)	36(1)	52(2)	-6(1)	1(1)	9(1)
C(422)	116(3)	40(2)	68(2)	3(2)	-12(2)	-1(2)
C(423)	76(2)	57(2)	44(2)	-7(1)	-4(2)	9(2)
C(441)	71(2)	75(2)	72(2)	10(2)	42(2)	22(2)
C(442)	103(3)	97(3)	99(3)	33(3)	58(3)	33(3)
C(443)	62(5)	38(5)	128(7)	24(5)	49(5)	30(4)
C(444)	84(9)	41(7)	91(9)	9(6)	67(8)	27(6)
C(445)	170(30)	15(11)	330(60)	60(20)	220(40)	45(15)
C(461)	42(1)	35(1)	43(1)	1(1)	2(1)	8(1)
C(462)	68(2)	123(4)	59(2)	3(2)	-13(2)	-18(2)
C(463)	75(3)	88(3)	182(5)	88(3)	-44(3)	-28(2)

Tabelle A.24. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **6a**.

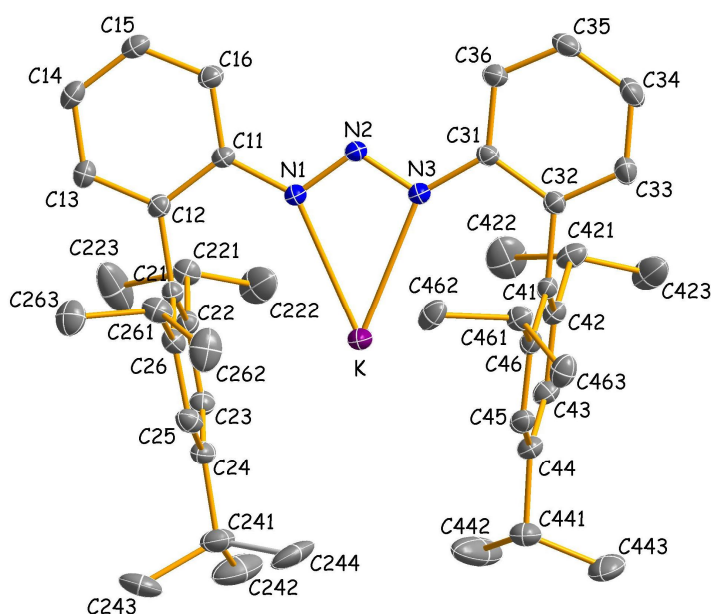
Na-N(1)	2,401(2)	C(32)-C(41)	1,506(3)
Na-N(2)	2,888(2)	C(33)-C(34)	1,392(4)
Na-N(3)	2,362(2)	C(34)-C(35)	1,374(4)
Na-C(41)	3,116(3)	C(35)-C(36)	1,389(4)
N(1)-N(2)	1,308(3)	C(41)-C(42)	1,406(3)
N(2)-N(3)	1,307(3)	C(41)-C(46)	1,410(3)
N(1)-C(11)	1,400(3)	C(42)-C(43)	1,390(3)
N(3)-C(31)	1,408(3)	C(42)-C(421)	1,530(3)
C(11)-C(16)	1,408(3)	C(43)-C(44)	1,397(4)
C(11)-C(12)	1,412(3)	C(44)-C(45)	1,378(4)
C(12)-C(13)	1,391(3)	C(44)-C(441)	1,522(4)
C(12)-C(21)	1,510(3)	C(45)-C(46)	1,400(3)
C(13)-C(14)	1,396(4)	C(46)-C(461)	1,525(4)
C(14)-C(15)	1,385(4)	C(221)-C(223)	1,526(4)
C(15)-C(16)	1,379(4)	C(221)-C(222)	1,535(4)
C(21)-C(22)	1,405(3)	C(241)-C(243)	1,528(4)
C(21)-C(26)	1,409(3)	C(241)-C(242)	1,531(4)
C(22)-C(23)	1,401(3)	C(261)-C(262)	1,522(4)
C(22)-C(221)	1,520(3)	C(261)-C(263)	1,532(4)
C(23)-C(24)	1,395(3)	C(421)-C(423)	1,511(4)
C(24)-C(25)	1,386(4)	C(421)-C(422)	1,528(5)
C(24)-C(241)	1,523(3)	C(441)-C(444)	1,486(5)
C(25)-C(26)	1,392(3)	C(441)-C(445)	1,490(5)
C(26)-C(261)	1,525(3)	C(441)-C(443)	1,491(5)
C(31)-C(32)	1,402(3)	C(441)-C(442)	1,501(4)
C(31)-C(36)	1,408(3)	C(461)-C(463)	1,502(4)
C(32)-C(33)	1,394(3)	C(461)-C(462)	1,515(4)
N(3)-Na-N(1)	53,09(7)	C(31)-C(32)-C(41)	117,7(2)
N(3)-Na-N(2)	26,48(6)	C(34)-C(33)-C(32)	120,5(2)
N(1)-Na-N(2)	26,65(6)	C(35)-C(34)-C(33)	120,0(2)
N(3)-Na-C(41)	56,81(7)	C(34)-C(35)-C(36)	120,9(2)
N(1)-Na-C(41)	109,90(8)	C(35)-C(36)-C(31)	119,4(2)
N(2)-Na-C(41)	83,27(7)	C(42)-C(41)-C(46)	120,1(2)
N(2)-N(1)-C(11)	115,55(18)	C(42)-C(41)-C(32)	120,3(2)
N(2)-N(1)-Na	97,93(14)	C(46)-C(41)-C(32)	119,4(2)
C(11)-N(1)-Na	145,68(15)	C(42)-C(41)-Na	78,74(14)
N(3)-N(2)-N(1)	108,99(18)	C(46)-C(41)-Na	78,33(14)
N(3)-N(2)-Na	53,69(11)	C(32)-C(41)-Na	108,45(14)

N (1) -N (2) -Na	55,42 (11)	C (43) -C (42) -C (41)	118,9 (2)
N (2) -N (3) -C (31)	117,62 (18)	C (43) -C (42) -C (421)	120,0 (2)
N (2) -N (3) -Na	99,82 (14)	C (41) -C (42) -C (421)	121,2 (2)
C (31) -N (3) -Na	142,34 (16)	C (42) -C (43) -C (44)	122,2 (3)
N (1) -C (11) -C (16)	125,7 (2)	C (45) -C (44) -C (43)	117,9 (2)
N (1) -C (11) -C (12)	115,28 (19)	C (45) -C (44) -C (441)	122,6 (3)
C (16) -C (11) -C (12)	119,0 (2)	C (43) -C (44) -C (441)	119,4 (3)
C (13) -C (12) -C (11)	119,5 (2)	C (44) -C (45) -C (46)	122,4 (2)
C (13) -C (12) -C (21)	120,2 (2)	C (45) -C (46) -C (41)	118,5 (2)
C (11) -C (12) -C (21)	120,3 (2)	C (45) -C (46) -C (461)	120,5 (2)
C (12) -C (13) -C (14)	120,9 (2)	C (41) -C (46) -C (461)	121,0 (2)
C (15) -C (14) -C (13)	119,5 (2)	C (22) -C (221) -C (223)	112,7 (2)
C (16) -C (15) -C (14)	120,7 (2)	C (22) -C (221) -C (222)	110,5 (2)
C (15) -C (16) -C (11)	120,5 (2)	C (223) -C (221) -C (222)	111,0 (2)
C (22) -C (21) -C (26)	119,6 (2)	C (24) -C (241) -C (243)	109,7 (2)
C (22) -C (21) -C (12)	120,4 (2)	C (24) -C (241) -C (242)	113,4 (2)
C (26) -C (21) -C (12)	120,1 (2)	C (243) -C (241) -C (242)	109,8 (3)
C (23) -C (22) -C (21)	118,6 (2)	C (262) -C (261) -C (26)	110,3 (3)
C (23) -C (22) -C (221)	119,7 (2)	C (262) -C (261) -C (263)	111,4 (3)
C (21) -C (22) -C (221)	121,7 (2)	C (26) -C (261) -C (263)	111,5 (2)
C (24) -C (23) -C (22)	122,7 (2)	C (423) -C (421) -C (422)	109,6 (3)
C (25) -C (24) -C (23)	117,2 (2)	C (423) -C (421) -C (42)	110,4 (2)
C (25) -C (24) -C (241)	122,0 (2)	C (422) -C (421) -C (42)	113,7 (2)
C (23) -C (24) -C (241)	120,7 (2)	C (444) -C (441) -C (442)	117,6 (6)
C (24) -C (25) -C (26)	122,5 (2)	C (445) -C (441) -C (442)	130,4 (10)
C (25) -C (26) -C (21)	119,4 (2)	C (443) -C (441) -C (442)	117,7 (5)
C (25) -C (26) -C (261)	118,9 (2)	C (444) -C (441) -C (44)	118,3 (5)
C (21) -C (26) -C (261)	121,7 (2)	C (445) -C (441) -C (44)	114,1 (11)
C (32) -C (31) -N (3)	114,61 (19)	C (443) -C (441) -C (44)	110,5 (4)
C (32) -C (31) -C (36)	119,8 (2)	C (442) -C (441) -C (44)	111,0 (3)
N (3) -C (31) -C (36)	125,6 (2)	C (463) -C (461) -C (462)	108,0 (3)
C (33) -C (32) -C (31)	119,3 (2)	C (463) -C (461) -C (46)	110,3 (2)
C (33) -C (32) -C (41)	123,0 (2)	C (462) -C (461) -C (46)	113,4 (3)

Verbindung 7a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 58 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C243 (s.o.f. = 2/3) und C244 (s.o.f. = 1/3) sowie SADI-
Restraints für die Abstände C241–C242/C241–C243/C241–C244.

Tabelle A.25. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **7a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
K	5518 (1)	7466 (1)	7458 (1)	41 (1)
N (1)	7372 (1)	6069 (1)	7254 (1)	31 (1)
N (2)	8167 (1)	6378 (1)	6747 (1)	27 (1)
N (3)	7818 (1)	7231 (1)	6632 (1)	30 (1)
C (11)	7640 (2)	5166 (1)	7439 (1)	27 (1)
C (12)	6719 (2)	4832 (1)	7951 (1)	27 (1)
C (13)	6930 (2)	3958 (1)	8214 (1)	35 (1)
C (14)	8030 (2)	3407 (1)	7971 (1)	39 (1)
C (15)	8911 (2)	3725 (1)	7447 (1)	37 (1)
C (16)	8724 (2)	4594 (1)	7178 (1)	33 (1)
C (21)	5539 (2)	5434 (1)	8208 (1)	27 (1)
C (22)	5832 (2)	6087 (1)	9086 (1)	28 (1)
C (23)	4727 (2)	6663 (1)	9301 (1)	33 (1)
C (24)	3352 (2)	6612 (1)	8672 (1)	35 (1)
C (25)	3091 (2)	5969 (1)	7803 (1)	35 (1)
C (26)	4149 (2)	5378 (1)	7557 (1)	30 (1)
C (31)	8528 (2)	7624 (1)	6053 (1)	27 (1)
C (32)	8042 (2)	8503 (1)	5863 (1)	28 (1)
C (33)	8648 (2)	8950 (1)	5271 (1)	37 (1)
C (34)	9729 (2)	8541 (1)	4860 (1)	44 (1)
C (35)	10211 (2)	7681 (1)	5050 (1)	42 (1)
C (36)	9632 (2)	7224 (1)	5642 (1)	34 (1)
C (41)	6869 (2)	8938 (1)	6306 (1)	27 (1)
C (42)	7252 (2)	9504 (1)	7232 (1)	31 (1)
C (43)	6149 (2)	9888 (1)	7641 (1)	36 (1)
C (44)	4671 (2)	9726 (1)	7161 (1)	37 (1)
C (45)	4313 (2)	9158 (1)	6249 (1)	35 (1)
C (46)	5380 (2)	8762 (1)	5806 (1)	30 (1)
C (221)	7314 (2)	6175 (1)	9811 (1)	34 (1)
C (222)	7922 (3)	7199 (2)	10182 (2)	71 (1)
C (223)	7204 (3)	5755 (3)	10660 (2)	92 (1)
C (241)	2122 (2)	7215 (1)	8898 (2)	52 (1)
C (242)	2540 (4)	7938 (2)	9831 (2)	91 (1)
C (243)	947 (3)	6592 (3)	9102 (3)	65 (1)
C (244)	1794 (10)	7811 (6)	8110 (5)	74 (2)
C (261)	3790 (2)	4672 (1)	6603 (1)	38 (1)
C (262)	2784 (3)	5047 (2)	5779 (2)	63 (1)
C (263)	3091 (3)	3752 (1)	6709 (2)	53 (1)
C (421)	8842 (2)	9707 (1)	7803 (1)	39 (1)
C (422)	9091 (3)	9344 (2)	8736 (2)	79 (1)
C (423)	9298 (2)	10757 (2)	8003 (2)	70 (1)
C (441)	3489 (2)	10197 (2)	7597 (2)	48 (1)
C (442)	3671 (4)	10123 (4)	8630 (3)	120 (2)
C (443)	3452 (3)	11224 (2)	7511 (2)	70 (1)
C (461)	4908 (2)	8131 (1)	4814 (1)	35 (1)
C (462)	4368 (2)	7146 (1)	4883 (2)	45 (1)
C (463)	3746 (2)	8553 (1)	4114 (1)	44 (1)

Tabelle A.26. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **7a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
K	44 (1)	36 (1)	55 (1)	18 (1)	28 (1)	16 (1)
N (1)	32 (1)	27 (1)	38 (1)	11 (1)	16 (1)	8 (1)
N (2)	25 (1)	26 (1)	30 (1)	6 (1)	7 (1)	4 (1)
N (3)	31 (1)	27 (1)	37 (1)	10 (1)	15 (1)	7 (1)
C (11)	27 (1)	25 (1)	28 (1)	4 (1)	6 (1)	4 (1)
C (12)	28 (1)	25 (1)	28 (1)	4 (1)	5 (1)	2 (1)
C (13)	40 (1)	28 (1)	37 (1)	10 (1)	9 (1)	3 (1)
C (14)	45 (1)	25 (1)	45 (1)	10 (1)	5 (1)	7 (1)
C (15)	35 (1)	30 (1)	42 (1)	3 (1)	6 (1)	10 (1)
C (16)	32 (1)	29 (1)	37 (1)	5 (1)	10 (1)	6 (1)
C (21)	29 (1)	26 (1)	28 (1)	8 (1)	9 (1)	2 (1)
C (22)	30 (1)	28 (1)	28 (1)	7 (1)	9 (1)	1 (1)
C (23)	37 (1)	32 (1)	31 (1)	5 (1)	13 (1)	4 (1)
C (24)	35 (1)	37 (1)	38 (1)	12 (1)	16 (1)	9 (1)
C (25)	27 (1)	45 (1)	35 (1)	12 (1)	8 (1)	4 (1)
C (26)	30 (1)	34 (1)	29 (1)	6 (1)	9 (1)	-1 (1)
C (31)	23 (1)	27 (1)	30 (1)	5 (1)	7 (1)	0 (1)
C (32)	24 (1)	26 (1)	32 (1)	5 (1)	6 (1)	-1 (1)
C (33)	38 (1)	33 (1)	44 (1)	13 (1)	12 (1)	-3 (1)
C (34)	42 (1)	48 (1)	50 (1)	15 (1)	21 (1)	-6 (1)
C (35)	31 (1)	47 (1)	50 (1)	5 (1)	21 (1)	0 (1)
C (36)	29 (1)	34 (1)	42 (1)	7 (1)	13 (1)	3 (1)
C (41)	27 (1)	22 (1)	33 (1)	8 (1)	7 (1)	3 (1)
C (42)	32 (1)	25 (1)	35 (1)	7 (1)	5 (1)	5 (1)
C (43)	41 (1)	30 (1)	35 (1)	4 (1)	9 (1)	8 (1)
C (44)	37 (1)	30 (1)	47 (1)	10 (1)	17 (1)	9 (1)
C (45)	27 (1)	30 (1)	48 (1)	9 (1)	8 (1)	4 (1)
C (46)	29 (1)	24 (1)	38 (1)	7 (1)	6 (1)	2 (1)
C (221)	32 (1)	37 (1)	30 (1)	3 (1)	4 (1)	-1 (1)
C (222)	48 (1)	50 (1)	96 (2)	-3 (1)	-5 (1)	-10 (1)
C (223)	57 (2)	152 (3)	69 (2)	71 (2)	-15 (1)	-27 (2)
C (241)	44 (1)	55 (1)	62 (1)	12 (1)	20 (1)	22 (1)
C (242)	107 (2)	112 (2)	62 (2)	19 (2)	34 (2)	69 (2)
C (243)	34 (1)	93 (3)	69 (2)	4 (2)	28 (2)	10 (2)
C (244)	90 (5)	75 (5)	66 (4)	23 (4)	25 (4)	63 (4)
C (261)	33 (1)	46 (1)	32 (1)	-1 (1)	8 (1)	-2 (1)
C (262)	87 (2)	58 (1)	34 (1)	7 (1)	-2 (1)	-8 (1)
C (263)	68 (1)	39 (1)	47 (1)	0 (1)	10 (1)	-5 (1)
C (421)	34 (1)	35 (1)	41 (1)	-1 (1)	0 (1)	8 (1)
C (422)	62 (2)	106 (2)	58 (1)	32 (1)	-16 (1)	1 (1)
C (423)	39 (1)	44 (1)	113 (2)	5 (1)	-1 (1)	-2 (1)
C (441)	43 (1)	50 (1)	58 (1)	11 (1)	23 (1)	15 (1)
C (442)	109 (3)	197 (4)	113 (3)	98 (3)	83 (2)	93 (3)
C (443)	80 (2)	57 (1)	86 (2)	14 (1)	45 (1)	35 (1)
C (461)	30 (1)	31 (1)	38 (1)	2 (1)	4 (1)	0 (1)
C (462)	43 (1)	27 (1)	57 (1)	5 (1)	-2 (1)	2 (1)
C (463)	47 (1)	37 (1)	42 (1)	11 (1)	-1 (1)	0 (1)

Tabelle A.27. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **7a**.

K-N (1)	2,7093 (14)	C (32) - C (41)	1,499 (2)
K-N (3)	2,7232 (14)	C (33) - C (34)	1,389 (3)
K-N (2)	3,2467 (13)	C (34) - C (35)	1,382 (3)
N (1) - N (2)	1,3016 (18)	C (35) - C (36)	1,385 (2)
N (2) - N (3)	1,3086 (17)	C (41) - C (42)	1,399 (2)
N (1) - C (11)	1,3932 (19)	C (41) - C (46)	1,408 (2)

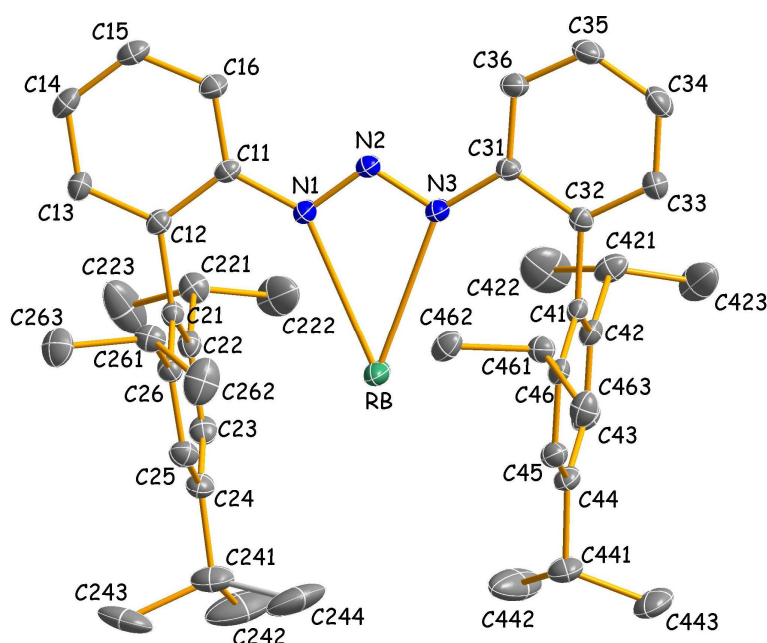
N(3)-C(31)	1,3901(19)	C(42)-C(43)	1,392(2)
C(11)-C(16)	1,404(2)	C(42)-C(421)	1,519(2)
C(11)-C(12)	1,409(2)	C(43)-C(44)	1,391(2)
C(12)-C(13)	1,389(2)	C(44)-C(45)	1,384(2)
C(12)-C(21)	1,498(2)	C(44)-C(441)	1,521(2)
C(13)-C(14)	1,389(2)	C(45)-C(46)	1,396(2)
C(14)-C(15)	1,384(3)	C(46)-C(461)	1,513(2)
C(15)-C(16)	1,384(2)	C(221)-C(223)	1,506(3)
C(21)-C(22)	1,401(2)	C(221)-C(222)	1,519(3)
C(21)-C(26)	1,409(2)	C(241)-C(242)	1,509(3)
C(22)-C(23)	1,401(2)	C(241)-C(243)	1,532(3)
C(22)-C(221)	1,520(2)	C(241)-C(244)	1,542(4)
C(23)-C(24)	1,386(2)	C(261)-C(263)	1,521(3)
C(24)-C(25)	1,385(2)	C(261)-C(262)	1,534(3)
C(24)-C(241)	1,522(2)	C(421)-C(423)	1,517(3)
C(25)-C(26)	1,391(2)	C(421)-C(422)	1,522(3)
C(26)-C(261)	1,518(2)	C(441)-C(442)	1,503(4)
C(31)-C(36)	1,403(2)	C(441)-C(443)	1,509(3)
C(31)-C(32)	1,408(2)	C(461)-C(463)	1,528(2)
C(32)-C(33)	1,389(2)	C(461)-C(462)	1,529(2)
N(1)-K-N(3)	46,26(4)	C(22)-C(21)-K	79,09(8)
N(1)-K-N(2)	23,06(3)	C(26)-C(21)-K	76,83(9)
N(3)-K-N(2)	23,27(3)	C(12)-C(21)-K	112,30(9)
N(1)-K-C(26)	66,65(4)	C(21)-C(22)-C(23)	119,05(14)
N(3)-K-C(26)	109,44(4)	C(21)-C(22)-C(221)	121,47(14)
N(2)-K-C(26)	87,46(4)	C(23)-C(22)-C(221)	119,48(14)
N(1)-K-C(46)	110,51(4)	C(21)-C(22)-K	76,65(8)
N(3)-K-C(46)	67,50(4)	C(23)-C(22)-K	78,61(9)
N(2)-K-C(46)	88,65(4)	C(221)-C(22)-K	115,55(9)
C(26)-K-C(46)	137,03(4)	C(24)-C(23)-C(22)	122,16(15)
N(1)-K-C(25)	90,79(4)	C(24)-C(23)-K	78,34(9)
N(3)-K-C(25)	133,25(4)	C(22)-C(23)-K	77,30(9)
N(2)-K-C(25)	111,76(4)	C(25)-C(24)-C(23)	117,80(15)
C(26)-K-C(25)	24,33(4)	C(25)-C(24)-C(241)	119,06(16)
C(46)-K-C(25)	132,56(4)	C(23)-C(24)-C(241)	123,13(16)
N(1)-K-C(21)	52,39(4)	C(25)-C(24)-K	75,55(9)
N(3)-K-C(21)	98,65(4)	C(23)-C(24)-K	77,91(9)
N(2)-K-C(21)	75,41(4)	C(241)-C(24)-K	117,08(11)
C(26)-K-C(21)	24,61(4)	C(24)-C(25)-C(26)	122,29(15)
C(46)-K-C(21)	153,75(4)	C(24)-C(25)-K	80,53(10)
C(25)-K-C(21)	42,77(4)	C(26)-C(25)-K	77,33(9)
N(1)-K-C(45)	134,66(4)	C(25)-C(26)-C(21)	119,19(14)
N(3)-K-C(45)	91,27(4)	C(25)-C(26)-C(261)	119,94(14)
N(2)-K-C(45)	112,89(4)	C(21)-C(26)-C(261)	120,87(14)
C(26)-K-C(45)	134,74(4)	C(25)-C(26)-K	78,35(9)
C(46)-K-C(45)	24,27(4)	C(21)-C(26)-K	78,56(9)
C(25)-K-C(45)	118,80(4)	C(261)-C(26)-K	114,13(10)
C(21)-K-C(45)	159,35(4)	N(3)-C(31)-C(36)	126,41(14)
N(1)-K-C(22)	65,94(4)	N(3)-C(31)-C(32)	114,88(13)
N(3)-K-C(22)	108,94(4)	C(36)-C(31)-C(32)	118,71(14)
N(2)-K-C(22)	87,76(4)	C(33)-C(32)-C(31)	119,79(14)
C(26)-K-C(22)	42,86(4)	C(33)-C(32)-C(41)	121,27(14)
C(46)-K-C(22)	176,40(4)	C(31)-C(32)-C(41)	118,94(13)
C(25)-K-C(22)	49,33(4)	C(34)-C(33)-C(32)	121,01(16)
C(21)-K-C(22)	24,26(4)	C(35)-C(34)-C(33)	119,19(16)
C(45)-K-C(22)	159,32(4)	C(34)-C(35)-C(36)	120,99(16)
N(1)-K-C(41)	98,11(4)	C(35)-C(36)-C(31)	120,31(15)
N(3)-K-C(41)	51,85(4)	C(42)-C(41)-C(46)	119,54(14)
N(2)-K-C(41)	75,07(4)	C(42)-C(41)-C(32)	119,90(13)
C(26)-K-C(41)	151,85(4)	C(46)-C(41)-C(32)	120,54(13)
C(46)-K-C(41)	24,38(4)	C(42)-C(41)-K	81,57(9)
C(25)-K-C(41)	156,69(4)	C(46)-C(41)-K	75,73(9)

C (21) -K-C (41)	150, 47 (4)	C (32) -C (41) -K	111, 65 (9)
C (45) -K-C (41)	42, 35 (4)	C (43) -C (42) -C (41)	119, 26 (14)
C (22) -K-C (41)	153, 33 (4)	C (43) -C (42) -C (421)	119, 27 (14)
N (1) -K-C (23)	89, 93 (4)	C (41) -C (42) -C (421)	121, 47 (14)
N (3) -K-C (23)	132, 39 (4)	C (43) -C (42) -K	79, 70 (10)
N (2) -K-C (23)	111, 84 (4)	C (41) -C (42) -K	74, 74 (9)
C (26) -K-C (23)	49, 25 (4)	C (421) -C (42) -K	115, 86 (10)
C (46) -K-C (23)	159, 49 (4)	C (44) -C (43) -C (42)	122, 26 (15)
C (25) -K-C (23)	41, 66 (4)	C (44) -C (43) -K	77, 30 (10)
C (21) -K-C (23)	42, 37 (4)	C (42) -C (43) -K	77, 09 (9)
C (45) -K-C (23)	135, 23 (4)	C (45) -C (44) -C (43)	117, 68 (15)
C (22) -K-C (23)	24, 09 (4)	C (45) -C (44) -C (441)	120, 80 (16)
C (41) -K-C (23)	158, 48 (4)	C (43) -C (44) -C (441)	121, 45 (16)
N (1) -K-C (24)	102, 25 (4)	C (45) -C (44) -K	73, 71 (9)
N (3) -K-C (24)	148, 51 (4)	C (43) -C (44) -K	79, 53 (10)
N (2) -K-C (24)	125, 27 (4)	C (441) -C (44) -K	119, 19 (11)
C (26) -K-C (24)	42, 78 (4)	C (44) -C (45) -C (46)	122, 14 (15)
C (46) -K-C (24)	140, 66 (4)	C (44) -C (45) -K	82, 82 (10)
C (25) -K-C (24)	23, 93 (4)	C (46) -C (45) -K	76, 67 (9)
C (21) -K-C (24)	49, 87 (4)	C (45) -C (46) -C (41)	119, 11 (14)
C (45) -K-C (24)	118, 71 (4)	C (45) -C (46) -C (461)	119, 32 (14)
C (22) -K-C (24)	42, 59 (4)	C (41) -C (46) -C (461)	121, 54 (14)
C (41) -K-C (24)	159, 64 (4)	C (45) -C (46) -K	79, 07 (9)
C (23) -K-C (24)	23, 75 (4)	C (41) -C (46) -K	79, 89 (9)
N (2) -N (1) -C (11)	115, 74 (12)	C (461) -C (46) -K	109, 44 (9)
N (2) -N (1) -K	102, 34 (8)	C (223) -C (221) -C (222)	108, 3 (2)
C (11) -N (1) -K	141, 66 (10)	C (223) -C (221) -C (22)	110, 65 (15)
N (1) -N (2) -N (3)	109, 70 (12)	C (222) -C (221) -C (22)	112, 36 (16)
N (1) -N (2) -K	54, 61 (7)	C (242) -C (241) -C (24)	115, 13 (18)
N (3) -N (2) -K	55, 30 (7)	C (242) -C (241) -C (243)	100, 5 (2)
N (2) -N (3) -C (31)	115, 64 (12)	C (24) -C (241) -C (243)	109, 54 (19)
N (2) -N (3) -K	101, 43 (9)	C (242) -C (241) -C (244)	104, 4 (4)
C (31) -N (3) -K	141, 98 (9)	C (24) -C (241) -C (244)	104, 4 (3)
N (1) -C (11) -C (16)	126, 33 (14)	C (243) -C (241) -C (244)	123, 3 (4)
N (1) -C (11) -C (12)	114, 55 (13)	C (26) -C (261) -C (263)	110, 20 (15)
C (16) -C (11) -C (12)	119, 11 (14)	C (26) -C (261) -C (262)	113, 44 (16)
C (13) -C (12) -C (11)	119, 58 (14)	C (263) -C (261) -C (262)	109, 39 (16)
C (13) -C (12) -C (21)	121, 41 (14)	C (423) -C (421) -C (42)	111, 25 (15)
C (11) -C (12) -C (21)	119, 01 (13)	C (423) -C (421) -C (422)	110, 8 (2)
C (14) -C (13) -C (12)	120, 75 (15)	C (42) -C (421) -C (422)	110, 51 (17)
C (15) -C (14) -C (13)	119, 70 (15)	C (442) -C (441) -C (443)	109, 9 (3)
C (16) -C (15) -C (14)	120, 65 (15)	C (442) -C (441) -C (44)	113, 06 (18)
C (15) -C (16) -C (11)	120, 17 (15)	C (443) -C (441) -C (44)	110, 37 (17)
C (22) -C (21) -C (26)	119, 51 (14)	C (46) -C (461) -C (463)	112, 88 (14)
C (22) -C (21) -C (12)	119, 90 (13)	C (46) -C (461) -C (462)	110, 33 (14)
C (26) -C (21) -C (12)	120, 55 (13)	C (463) -C (461) -C (462)	110, 59 (14)

Verbindung 8a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 41 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C243 (s.o.f. = 0,60) und C244 (s.o.f. = 0,40) sowie SADI-Restraints für die Abstände C241–C242/C241–C243/C241–C244.

Tabelle A.28. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **8a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Rb	5388 (1)	7544 (1)	7513 (1)	42 (1)
N (1)	7350 (2)	6107 (2)	7271 (2)	31 (1)
N (2)	8136 (2)	6411 (1)	6761 (2)	27 (1)
N (3)	7797 (2)	7263 (2)	6653 (2)	31 (1)
C (11)	7626 (3)	5203 (2)	7435 (2)	28 (1)
C (12)	6712 (3)	4859 (2)	7945 (2)	28 (1)
C (13)	6947 (3)	3988 (2)	8186 (2)	34 (1)
C (14)	8035 (3)	3449 (2)	7936 (2)	40 (1)
C (15)	8902 (3)	3772 (2)	7415 (2)	38 (1)
C (16)	8700 (3)	4638 (2)	7161 (2)	34 (1)
C (21)	5511 (3)	5439 (2)	8203 (2)	28 (1)
C (22)	5774 (3)	6072 (2)	9090 (2)	30 (1)
C (23)	4636 (3)	6611 (2)	9307 (2)	35 (1)
C (24)	3258 (3)	6536 (2)	8678 (2)	37 (1)
C (25)	3026 (3)	5909 (2)	7806 (2)	35 (1)
C (26)	4120 (3)	5357 (2)	7553 (2)	31 (1)
C (31)	8517 (3)	7639 (2)	6077 (2)	28 (1)
C (32)	8033 (3)	8511 (2)	5880 (2)	27 (1)
C (33)	8649 (3)	8938 (2)	5286 (2)	37 (1)
C (34)	9734 (3)	8527 (2)	4894 (2)	45 (1)
C (35)	10216 (3)	7672 (2)	5095 (2)	43 (1)
C (36)	9624 (3)	7242 (2)	5680 (2)	35 (1)
C (41)	6860 (3)	8962 (2)	6306 (2)	27 (1)
C (42)	7252 (3)	9545 (2)	7229 (2)	31 (1)
C (43)	6159 (3)	9951 (2)	7628 (2)	36 (1)
C (44)	4677 (3)	9792 (2)	7144 (2)	34 (1)

C(45)	4316(3)	9216(2)	6241(2)	34(1)
C(46)	5373(3)	8796(2)	5804(2)	29(1)
C(221)	7251(3)	6197(2)	9814(2)	39(1)
C(222)	7877(4)	7218(3)	10089(4)	79(1)
C(223)	7146(5)	5880(4)	10713(3)	95(2)
C(241)	1988(4)	7091(2)	8901(3)	61(1)
C(242)	2375(6)	7839(4)	9820(3)	122(2)
C(243)	975(6)	6434(5)	9198(5)	82(2)
C(244)	1702(14)	7779(8)	8226(8)	105(5)
C(261)	3788(3)	4666(2)	6593(2)	37(1)
C(262)	2825(5)	5046(3)	5775(2)	65(1)
C(263)	3078(4)	3743(2)	6659(2)	53(1)
C(421)	8846(3)	9749(2)	7796(2)	41(1)
C(422)	9089(5)	9432(4)	8745(3)	92(2)
C(423)	9330(4)	10784(3)	7959(4)	80(1)
C(441)	3502(4)	10271(2)	7579(2)	47(1)
C(442)	3680(6)	10192(4)	8611(4)	111(2)
C(443)	3494(5)	11297(3)	7513(3)	73(1)
C(461)	4894(3)	8149(2)	4823(2)	33(1)
C(462)	4380(3)	7169(2)	4901(2)	42(1)
C(463)	3708(3)	8544(2)	4126(2)	43(1)

Tabelle A.29. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **8a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Rb	51(1)	35(1)	55(1)	19(1)	32(1)	18(1)
N(1)	35(1)	26(1)	38(1)	11(1)	16(1)	9(1)
N(2)	28(1)	26(1)	29(1)	5(1)	7(1)	4(1)
N(3)	34(1)	28(1)	37(1)	10(1)	17(1)	10(1)
C(11)	29(1)	26(1)	27(1)	3(1)	5(1)	5(1)
C(12)	31(1)	25(1)	27(1)	3(1)	5(1)	3(1)
C(13)	41(2)	26(1)	36(2)	9(1)	9(1)	3(1)
C(14)	48(2)	24(1)	44(2)	7(1)	5(1)	10(1)
C(15)	38(2)	32(1)	39(2)	1(1)	6(1)	13(1)
C(16)	35(2)	31(1)	35(2)	5(1)	12(1)	8(1)
C(21)	34(1)	22(1)	29(1)	5(1)	12(1)	1(1)
C(22)	38(2)	26(1)	27(1)	6(1)	12(1)	1(1)
C(23)	47(2)	30(1)	30(1)	-1(1)	17(1)	2(1)
C(24)	40(2)	37(2)	39(2)	9(1)	19(1)	8(1)
C(25)	29(1)	40(2)	36(2)	8(1)	7(1)	4(1)
C(26)	33(1)	29(1)	30(1)	4(1)	11(1)	-1(1)
C(31)	27(1)	27(1)	29(1)	3(1)	8(1)	2(1)
C(32)	25(1)	27(1)	27(1)	4(1)	5(1)	-1(1)
C(33)	38(2)	35(2)	41(2)	12(1)	13(1)	0(1)
C(34)	43(2)	51(2)	49(2)	17(2)	23(2)	-4(1)
C(35)	34(2)	47(2)	51(2)	5(1)	24(1)	4(1)
C(36)	30(1)	35(2)	41(2)	7(1)	12(1)	6(1)
C(41)	33(1)	19(1)	32(1)	8(1)	10(1)	4(1)
C(42)	38(2)	24(1)	33(2)	8(1)	8(1)	5(1)
C(43)	46(2)	28(1)	31(2)	1(1)	9(1)	9(1)
C(44)	40(2)	26(1)	40(2)	6(1)	17(1)	9(1)
C(45)	30(1)	30(1)	40(2)	6(1)	8(1)	3(1)
C(46)	33(1)	20(1)	36(2)	6(1)	10(1)	3(1)
C(221)	42(2)	39(2)	31(2)	1(1)	7(1)	-2(1)
C(222)	52(2)	55(2)	108(4)	-8(2)	0(2)	-12(2)
C(223)	67(3)	159(5)	58(3)	61(3)	-11(2)	-29(3)
C(241)	51(2)	64(2)	66(2)	0(2)	24(2)	23(2)
C(242)	134(5)	158(6)	74(3)	5(3)	37(3)	99(4)
C(243)	37(3)	116(6)	83(5)	-22(4)	34(3)	2(3)
C(244)	106(10)	124(11)	95(9)	31(8)	32(8)	89(9)

C (261)	35 (2)	40 (2)	31 (2)	-1 (1)	7 (1)	0 (1)
C (262)	95 (3)	55 (2)	35 (2)	7 (2)	-1 (2)	-1 (2)
C (263)	70 (2)	36 (2)	47 (2)	-1 (1)	12 (2)	-5 (2)
C (421)	40 (2)	36 (2)	38 (2)	0 (1)	1 (1)	9 (1)
C (422)	67 (3)	144 (5)	59 (3)	42 (3)	-14 (2)	11 (3)
C (423)	44 (2)	47 (2)	129 (4)	8 (2)	-6 (2)	-6 (2)
C (441)	46 (2)	43 (2)	52 (2)	4 (2)	20 (2)	16 (1)
C (442)	120 (4)	165 (5)	107 (4)	84 (4)	86 (3)	89 (4)
C (443)	87 (3)	54 (2)	92 (3)	17 (2)	47 (3)	39 (2)
C (461)	31 (1)	31 (1)	35 (2)	2 (1)	8 (1)	1 (1)
C (462)	43 (2)	29 (1)	47 (2)	3 (1)	2 (1)	5 (1)
C (463)	50 (2)	35 (2)	37 (2)	7 (1)	2 (1)	0 (1)

Tabelle A.30. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **8a**.

Rb-N (1)	2,834 (2)	C (32) -C (41)	1,493 (3)
Rb-N (2)	3,375 (2)	C (33) -C (34)	1,377 (4)
Rb-N (3)	2,845 (2)	C (34) -C (35)	1,393 (4)
N (1) -N (2)	1,303 (3)	C (35) -C (36)	1,372 (4)
N (2) -N (3)	1,314 (3)	C (41) -C (46)	1,400 (4)
N (1) -C (11)	1,400 (3)	C (41) -C (42)	1,412 (4)
N (3) -C (31)	1,389 (3)	C (42) -C (43)	1,385 (4)
C (11) -C (16)	1,395 (4)	C (42) -C (421)	1,515 (4)
C (11) -C (12)	1,413 (4)	C (43) -C (44)	1,389 (4)
C (12) -C (13)	1,390 (3)	C (44) -C (45)	1,384 (4)
C (12) -C (21)	1,495 (3)	C (44) -C (441)	1,517 (4)
C (13) -C (14)	1,373 (4)	C (45) -C (46)	1,395 (4)
C (14) -C (15)	1,382 (4)	C (46) -C (461)	1,518 (4)
C (15) -C (16)	1,385 (4)	C (221) -C (223)	1,514 (5)
C (21) -C (26)	1,405 (4)	C (221) -C (222)	1,524 (5)
C (21) -C (22)	1,405 (4)	C (241) -C (242)	1,519 (5)
C (22) -C (23)	1,395 (4)	C (241) -C (244)	1,531 (6)
C (22) -C (221)	1,511 (4)	C (241) -C (243)	1,532 (5)
C (23) -C (24)	1,383 (4)	C (261) -C (263)	1,518 (4)
C (24) -C (25)	1,385 (4)	C (261) -C (262)	1,527 (4)
C (24) -C (241)	1,515 (4)	C (421) -C (423)	1,518 (5)
C (25) -C (26)	1,389 (4)	C (421) -C (422)	1,528 (5)
C (26) -C (261)	1,522 (4)	C (441) -C (443)	1,514 (5)
C (31) -C (36)	1,390 (4)	C (441) -C (442)	1,520 (5)
C (31) -C (32)	1,414 (3)	C (461) -C (463)	1,526 (4)
C (32) -C (33)	1,392 (4)	C (461) -C (462)	1,529 (4)
N (1) -Rb-N (3)	44,39 (6)	C (26) -C (21) -Rb	77,31 (15)
N (1) -Rb-N (2)	22,09 (5)	C (22) -C (21) -Rb	78,94 (14)
N (3) -Rb-N (2)	22,38 (5)	C (12) -C (21) -Rb	113,75 (15)
N (1) -Rb-C (25)	87,84 (7)	C (23) -C (22) -C (21)	118,9 (2)
N (3) -Rb-C (25)	128,48 (7)	C (23) -C (22) -C (221)	118,8 (2)
N (2) -Rb-C (25)	107,75 (6)	C (21) -C (22) -C (221)	122,3 (2)
N (1) -Rb-C (45)	130,51 (7)	C (23) -C (22) -Rb	77,77 (15)
N (3) -Rb-C (45)	88,78 (7)	C (21) -C (22) -Rb	77,34 (14)
N (2) -Rb-C (45)	109,53 (6)	C (221) -C (22) -Rb	114,53 (16)
C (25) -Rb-C (45)	123,60 (7)	C (24) -C (23) -C (22)	122,0 (3)
N (1) -Rb-C (26)	64,33 (7)	C (24) -C (23) -Rb	78,28 (16)
N (3) -Rb-C (26)	105,26 (6)	C (22) -C (23) -Rb	78,71 (15)
N (2) -Rb-C (26)	84,10 (6)	C (23) -C (24) -C (25)	118,1 (3)
C (25) -Rb-C (26)	23,69 (6)	C (23) -C (24) -C (241)	123,3 (3)
C (45) -Rb-C (26)	137,12 (7)	C (25) -C (24) -C (241)	118,6 (3)
N (1) -Rb-C (46)	106,81 (6)	C (23) -C (24) -Rb	78,37 (16)
N (3) -Rb-C (46)	65,54 (6)	C (25) -C (24) -Rb	76,76 (16)
N (2) -Rb-C (46)	85,79 (6)	C (241) -C (24) -Rb	115,5 (2)
C (25) -Rb-C (46)	134,51 (7)	C (24) -C (25) -C (26)	122,3 (3)

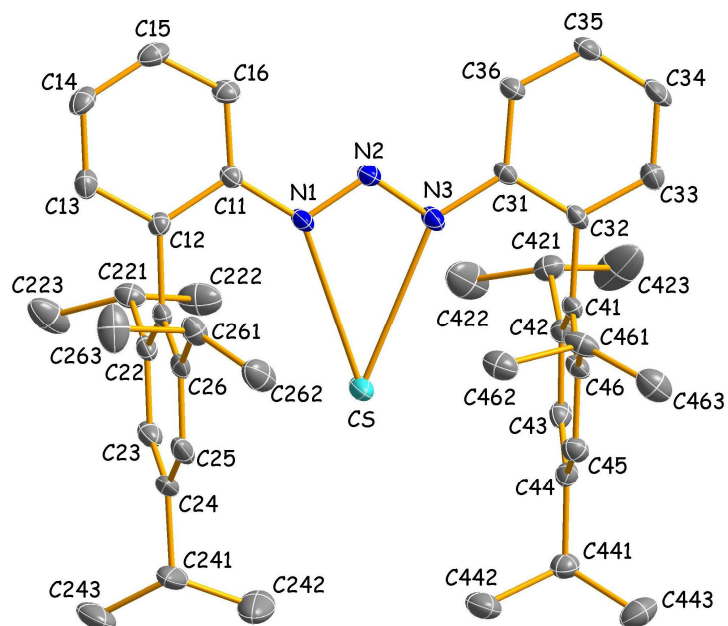
C (45) -Rb-C (46)	23, 77 (6)	C (24) -C (25) -Rb	79, 72 (17)
C (26) -Rb-C (46)	135, 76 (7)	C (26) -C (25) -Rb	78, 56 (16)
N (1) -Rb-C (21)	50, 79 (6)	C (25) -C (26) -C (21)	118, 8 (2)
N (3) -Rb-C (21)	95, 18 (6)	C (25) -C (26) -C (261)	119, 9 (2)
N (2) -Rb-C (21)	72, 82 (6)	C (21) -C (26) -C (261)	121, 3 (2)
C (25) -Rb-C (21)	41, 50 (6)	C (25) -C (26) -Rb	77, 75 (16)
C (45) -Rb-C (21)	160, 56 (7)	C (21) -C (26) -Rb	78, 84 (14)
C (26) -Rb-C (21)	23, 85 (6)	C (261) -C (26) -Rb	114, 50 (17)
C (46) -Rb-C (21)	149, 77 (6)	N (3) -C (31) -C (36)	126, 8 (2)
N (1) -Rb-C (24)	99, 38 (7)	N (3) -C (31) -C (32)	114, 8 (2)
N (3) -Rb-C (24)	143, 76 (6)	C (36) -C (31) -C (32)	118, 4 (2)
N (2) -Rb-C (24)	121, 38 (6)	C (33) -C (32) -C (31)	119, 7 (2)
C (25) -Rb-C (24)	23, 52 (7)	C (33) -C (32) -C (41)	120, 6 (2)
C (45) -Rb-C (24)	124, 91 (7)	C (31) -C (32) -C (41)	119, 7 (2)
C (26) -Rb-C (24)	41, 85 (7)	C (34) -C (33) -C (32)	120, 9 (3)
C (46) -Rb-C (24)	145, 15 (7)	C (33) -C (34) -C (35)	119, 3 (3)
C (21) -Rb-C (24)	48, 59 (6)	C (36) -C (35) -C (34)	120, 6 (3)
N (1) -Rb-C (23)	87, 78 (7)	C (35) -C (36) -C (31)	121, 1 (3)
N (3) -Rb-C (23)	129, 25 (7)	C (46) -C (41) -C (42)	119, 8 (2)
N (2) -Rb-C (23)	109, 03 (6)	C (46) -C (41) -C (32)	120, 5 (2)
C (25) -Rb-C (23)	40, 88 (7)	C (42) -C (41) -C (32)	119, 7 (2)
C (45) -Rb-C (23)	141, 44 (7)	C (46) -C (41) -Rb	75, 87 (14)
C (26) -Rb-C (23)	48, 21 (7)	C (42) -C (41) -Rb	80, 87 (15)
C (46) -Rb-C (23)	165, 13 (7)	C (32) -C (41) -Rb	112, 55 (15)
C (21) -Rb-C (23)	41, 39 (6)	C (43) -C (42) -C (41)	119, 5 (3)
C (24) -Rb-C (23)	23, 35 (7)	C (43) -C (42) -C (421)	118, 8 (2)
N (1) -Rb-C (22)	64, 41 (6)	C (41) -C (42) -C (421)	121, 6 (2)
N (3) -Rb-C (22)	106, 06 (6)	C (43) -C (42) -Rb	78, 89 (16)
N (2) -Rb-C (22)	85, 50 (6)	C (41) -C (42) -Rb	75, 76 (14)
C (25) -Rb-C (22)	48, 09 (7)	C (421) -C (42) -Rb	116, 33 (17)
C (45) -Rb-C (22)	164, 97 (6)	C (42) -C (43) -C (44)	121, 6 (3)
C (26) -Rb-C (22)	41, 80 (7)	C (42) -C (43) -Rb	78, 39 (16)
C (46) -Rb-C (22)	171, 22 (6)	C (44) -C (43) -Rb	76, 42 (16)
C (21) -Rb-C (22)	23, 72 (6)	C (45) -C (44) -C (43)	118, 0 (2)
C (24) -Rb-C (22)	41, 58 (7)	C (45) -C (44) -C (441)	121, 2 (3)
C (23) -Rb-C (22)	23, 52 (6)	C (43) -C (44) -C (441)	120, 8 (3)
N (1) -Rb-C (41)	94, 84 (6)	C (45) -C (44) -Rb	74, 90 (15)
N (3) -Rb-C (41)	50, 46 (6)	C (43) -C (44) -Rb	80, 66 (16)
N (2) -Rb-C (41)	72, 77 (6)	C (441) -C (44) -Rb	116, 48 (18)
C (25) -Rb-C (41)	156, 83 (7)	C (44) -C (45) -C (46)	122, 7 (3)
C (45) -Rb-C (41)	41, 14 (6)	C (44) -C (45) -Rb	81, 82 (16)
C (26) -Rb-C (41)	147, 55 (6)	C (46) -C (45) -Rb	78, 49 (15)
C (46) -Rb-C (41)	23, 61 (6)	C (45) -C (46) -C (41)	118, 4 (2)
C (21) -Rb-C (41)	145, 56 (6)	C (45) -C (46) -C (461)	119, 9 (2)
C (24) -Rb-C (41)	165, 57 (6)	C (41) -C (46) -C (461)	121, 7 (2)
C (23) -Rb-C (41)	161, 99 (7)	C (45) -C (46) -Rb	77, 74 (16)
C (22) -Rb-C (41)	151, 34 (6)	C (41) -C (46) -Rb	80, 52 (15)
N (2) -N (1) -C (11)	115, 1 (2)	C (461) -C (46) -Rb	109, 75 (15)
N (2) -N (1) -Rb	103, 01 (14)	C (22) -C (221) -C (223)	111, 6 (3)
C (11) -N (1) -Rb	141, 51 (16)	C (22) -C (221) -C (222)	111, 7 (3)
N (1) -N (2) -N (3)	110, 2 (2)	C (223) -C (221) -C (222)	108, 5 (3)
N (1) -N (2) -Rb	54, 90 (12)	C (24) -C (241) -C (242)	115, 3 (3)
N (3) -N (2) -Rb	55, 53 (12)	C (24) -C (241) -C (244)	106, 3 (5)
N (2) -N (3) -C (31)	115, 1 (2)	C (242) -C (241) -C (244)	96, 1 (6)
N (2) -N (3) -Rb	102, 09 (14)	C (24) -C (241) -C (243)	107, 3 (3)
C (31) -N (3) -Rb	141, 85 (16)	C (242) -C (241) -C (243)	97, 9 (4)
C (16) -C (11) -N (1)	126, 7 (2)	C (244) -C (241) -C (243)	133, 2 (7)
C (16) -C (11) -C (12)	118, 6 (2)	C (263) -C (261) -C (26)	110, 6 (2)
N (1) -C (11) -C (12)	114, 7 (2)	C (263) -C (261) -C (262)	109, 8 (3)
C (13) -C (12) -C (11)	119, 1 (2)	C (26) -C (261) -C (262)	113, 8 (3)
C (13) -C (12) -C (21)	121, 7 (2)	C (42) -C (421) -C (423)	111, 2 (3)
C (11) -C (12) -C (21)	119, 2 (2)	C (42) -C (421) -C (422)	110, 9 (3)
C (14) -C (13) -C (12)	121, 8 (3)	C (423) -C (421) -C (422)	110, 8 (3)

C (13)–C (14)–C (15)	119,2 (3)	C (443)–C (441)–C (44)	110,7 (3)
C (14)–C (15)–C (16)	120,7 (3)	C (443)–C (441)–C (442)	109,7 (4)
C (15)–C (16)–C (11)	120,6 (3)	C (44)–C (441)–C (442)	112,8 (3)
C (26)–C (21)–C (22)	119,9 (2)	C (46)–C (461)–C (463)	113,0 (2)
C (26)–C (21)–C (12)	119,9 (2)	C (46)–C (461)–C (462)	110,6 (2)
C (22)–C (21)–C (12)	120,2 (2)	C (463)–C (461)–C (462)	110,6 (2)

Verbindung 9a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 41 sowie:

Verfeinerung mit DFIX-Constraints für die Abstände C241–C242 und C241–C243.

Tabelle A.31. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **9a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Cs	6580 (1)	7381 (1)	7622 (1)	46 (1)
N (1)	8047 (5)	7225 (4)	6206 (3)	35 (1)
N (2)	9152 (5)	6796 (4)	6494 (3)	29 (1)
N (3)	9259 (5)	6666 (4)	7263 (3)	33 (1)
C (11)	7854 (6)	7365 (5)	5373 (4)	27 (1)
C (12)	6762 (6)	7908 (5)	5068 (4)	25 (1)
C (13)	6523 (7)	8079 (5)	4243 (4)	36 (2)
C (14)	7352 (7)	7764 (5)	3731 (4)	39 (2)
C (15)	8415 (7)	7221 (5)	4034 (4)	38 (2)
C (16)	8677 (6)	7042 (5)	4838 (4)	32 (1)
C (21)	5860 (6)	8267 (5)	5617 (4)	28 (1)
C (22)	4463 (6)	7584 (5)	5557 (4)	31 (2)
C (23)	3665 (7)	7964 (6)	6086 (4)	36 (2)
C (24)	4206 (8)	8980 (6)	6658 (4)	43 (2)
C (25)	5585 (7)	9616 (6)	6701 (4)	40 (2)
C (26)	6424 (7)	9287 (5)	6196 (4)	29 (2)

C (31)	10423 (6)	6212 (5)	7599 (4)	27 (1)
C (32)	10607 (6)	6059 (5)	8430 (4)	28 (1)
C (33)	11733 (7)	5595 (5)	8812 (4)	39 (2)
C (34)	12686 (7)	5280 (5)	8378 (4)	42 (2)
C (35)	12501 (7)	5409 (5)	7555 (4)	37 (2)
C (36)	11395 (6)	5877 (5)	7166 (4)	33 (2)
C (41)	9527 (6)	6334 (5)	8895 (4)	27 (1)
C (42)	8213 (6)	5539 (5)	8812 (4)	28 (1)
C (43)	7266 (6)	5796 (5)	9274 (4)	31 (2)
C (44)	7536 (7)	6811 (5)	9788 (4)	29 (1)
C (45)	8814 (7)	7590 (5)	9847 (4)	33 (2)
C (46)	9827 (6)	7383 (5)	9412 (4)	29 (1)
C (221)	3834 (7)	6460 (5)	4969 (4)	35 (2)
C (222)	3859 (10)	5619 (6)	5479 (5)	63 (2)
C (223)	2243 (8)	6271 (6)	4336 (6)	70 (3)
C (241)	3359 (8)	9368 (8)	7233 (4)	77 (3)
C (242)	3761 (10)	9064 (9)	8080 (5)	95 (4)
C (243)	1761 (7)	9358 (7)	6764 (5)	73 (3)
C (261)	7911 (7)	10047 (5)	6245 (4)	37 (2)
C (262)	8860 (8)	10740 (6)	7144 (5)	57 (2)
C (263)	7585 (9)	10755 (6)	5625 (5)	65 (2)
C (421)	7818 (7)	4438 (5)	8213 (4)	39 (2)
C (422)	6272 (9)	4188 (8)	7521 (6)	86 (3)
C (423)	7884 (15)	3587 (7)	8697 (6)	103 (4)
C (441)	6452 (7)	7060 (6)	10284 (4)	37 (2)
C (442)	5541 (8)	7793 (6)	9880 (5)	56 (2)
C (443)	7291 (9)	7555 (7)	11244 (4)	57 (2)
C (461)	11144 (7)	8294 (5)	9464 (5)	40 (2)
C (462)	10572 (8)	9089 (6)	8975 (5)	49 (2)
C (463)	12140 (8)	8872 (6)	10392 (5)	52 (2)

Tabelle A.32. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **9a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cs	44 (1)	77 (1)	41 (1)	29 (1)	23 (1)	39 (1)
N (1)	35 (3)	48 (4)	39 (3)	23 (3)	20 (2)	29 (3)
N (2)	31 (3)	34 (3)	31 (3)	13 (2)	15 (2)	16 (2)
N (3)	34 (3)	43 (3)	41 (3)	25 (3)	21 (2)	24 (3)
C (11)	24 (3)	30 (4)	30 (3)	11 (3)	11 (3)	10 (3)
C (12)	25 (3)	27 (4)	25 (3)	10 (3)	9 (3)	6 (3)
C (13)	31 (3)	43 (4)	33 (3)	15 (3)	6 (3)	10 (3)
C (14)	33 (3)	57 (5)	27 (3)	14 (3)	14 (3)	5 (3)
C (15)	34 (3)	47 (4)	34 (4)	4 (3)	19 (3)	4 (3)
C (16)	29 (3)	37 (4)	37 (4)	12 (3)	18 (3)	9 (3)
C (21)	29 (3)	33 (4)	27 (3)	15 (3)	9 (3)	17 (3)
C (22)	26 (3)	44 (4)	32 (3)	20 (3)	12 (3)	18 (3)
C (23)	29 (3)	50 (5)	42 (4)	23 (4)	17 (3)	19 (3)
C (24)	46 (4)	63 (5)	31 (4)	10 (4)	12 (3)	41 (4)
C (25)	39 (4)	42 (4)	36 (4)	1 (3)	0 (3)	26 (4)
C (26)	34 (3)	30 (4)	27 (3)	10 (3)	6 (3)	19 (3)
C (31)	27 (3)	25 (3)	36 (3)	12 (3)	12 (3)	14 (3)
C (32)	24 (3)	24 (4)	34 (3)	6 (3)	5 (3)	12 (3)
C (33)	40 (4)	43 (4)	36 (4)	12 (3)	8 (3)	21 (3)
C (34)	28 (3)	46 (4)	53 (4)	9 (4)	8 (3)	23 (3)
C (35)	30 (3)	42 (4)	46 (4)	11 (3)	16 (3)	21 (3)
C (36)	30 (3)	41 (4)	37 (4)	13 (3)	15 (3)	18 (3)
C (41)	31 (3)	30 (4)	29 (3)	13 (3)	12 (3)	19 (3)
C (42)	30 (3)	30 (4)	25 (3)	8 (3)	7 (3)	11 (3)
C (43)	21 (3)	43 (4)	29 (3)	14 (3)	6 (3)	6 (3)

C(44)	30(3)	32(4)	24(3)	9(3)	8(3)	9(3)
C(45)	34(3)	30(4)	35(4)	5(3)	11(3)	11(3)
C(46)	27(3)	30(4)	38(4)	14(3)	14(3)	15(3)
C(221)	32(3)	30(4)	45(4)	8(3)	18(3)	7(3)
C(222)	83(6)	36(5)	84(6)	15(4)	46(5)	17(4)
C(223)	43(4)	49(5)	93(7)	-14(5)	3(4)	16(4)
C(241)	57(5)	142(9)	46(5)	11(5)	19(4)	67(6)
C(242)	66(6)	182(11)	64(6)	42(7)	40(5)	60(7)
C(243)	61(5)	99(7)	91(7)	33(6)	45(5)	53(5)
C(261)	34(3)	30(4)	44(4)	9(3)	7(3)	12(3)
C(262)	40(4)	57(5)	56(5)	-10(4)	0(4)	17(4)
C(263)	49(5)	53(5)	75(6)	31(5)	-1(4)	-11(4)
C(421)	47(4)	37(4)	37(4)	7(3)	20(3)	12(3)
C(422)	55(5)	84(7)	72(6)	-40(5)	-12(5)	15(5)
C(423)	209(13)	34(5)	73(6)	12(5)	55(8)	37(7)
C(441)	34(4)	44(4)	36(4)	9(3)	16(3)	11(3)
C(442)	52(4)	64(6)	65(5)	16(4)	30(4)	30(4)
C(443)	58(5)	69(6)	40(4)	4(4)	24(4)	6(4)
C(461)	38(4)	26(4)	65(5)	11(3)	27(3)	13(3)
C(462)	48(4)	43(5)	66(5)	18(4)	30(4)	17(4)
C(463)	40(4)	40(5)	70(5)	6(4)	13(4)	10(4)

Tabelle A.33. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **9a**.

Cs-N(1)	3,065(5)	C(32)-C(41)	1,515(7)
Cs-N(2)	3,608(4)	C(33)-C(34)	1,395(8)
Cs-N(3)	3,071(4)	C(34)-C(35)	1,384(9)
N(1)-N(2)	1,314(6)	C(35)-C(36)	1,397(8)
N(2)-N(3)	1,307(6)	C(41)-C(42)	1,415(8)
N(1)-C(11)	1,405(7)	C(41)-C(46)	1,423(8)
N(3)-C(31)	1,399(6)	C(42)-C(43)	1,396(8)
C(11)-C(16)	1,412(7)	C(42)-C(421)	1,519(9)
C(11)-C(12)	1,415(7)	C(43)-C(44)	1,388(8)
C(12)-C(13)	1,402(8)	C(44)-C(45)	1,392(8)
C(12)-C(21)	1,504(7)	C(44)-C(441)	1,545(8)
C(13)-C(14)	1,386(8)	C(45)-C(46)	1,402(8)
C(14)-C(15)	1,394(9)	C(46)-C(461)	1,522(9)
C(15)-C(16)	1,371(8)	C(221)-C(222)	1,520(9)
C(21)-C(26)	1,409(8)	C(221)-C(223)	1,529(9)
C(21)-C(22)	1,413(8)	C(241)-C(243)	1,503(5)
C(22)-C(23)	1,410(8)	C(241)-C(242)	1,510(5)
C(22)-C(221)	1,522(9)	C(261)-C(262)	1,523(9)
C(23)-C(24)	1,401(9)	C(261)-C(263)	1,530(9)
C(24)-C(25)	1,383(10)	C(421)-C(423)	1,501(10)
C(24)-C(241)	1,506(8)	C(421)-C(422)	1,527(10)
C(25)-C(26)	1,390(8)	C(441)-C(443)	1,528(9)
C(26)-C(261)	1,532(9)	C(441)-C(442)	1,552(9)
C(31)-C(32)	1,410(8)	C(461)-C(463)	1,533(10)
C(31)-C(36)	1,417(7)	C(461)-C(462)	1,540(9)
C(32)-C(33)	1,402(7)		
N(1)-Cs-N(3)	41,33(12)	C(22)-C(21)-C(12)	120,2(6)
N(1)-Cs-C(23)	84,22(13)	C(26)-C(21)-Cs	82,6(3)
N(3)-Cs-C(23)	124,93(13)	C(22)-C(21)-Cs	74,4(3)
N(1)-Cs-C(22)	62,02(12)	C(12)-C(21)-Cs	113,3(3)
N(3)-Cs-C(22)	102,16(12)	C(23)-C(22)-C(21)	117,8(6)
C(23)-Cs-C(22)	22,86(13)	C(23)-C(22)-C(221)	119,8(6)
N(1)-Cs-N(2)	20,74(10)	C(21)-C(22)-C(221)	122,4(5)
N(3)-Cs-N(2)	20,62(11)	C(23)-C(22)-Cs	77,4(3)
C(23)-Cs-N(2)	104,53(12)	C(21)-C(22)-Cs	83,2(3)
C(22)-Cs-N(2)	81,93(11)	C(221)-C(22)-Cs	107,3(3)
N(1)-Cs-C(24)	92,66(13)	C(24)-C(23)-C(22)	122,5(6)

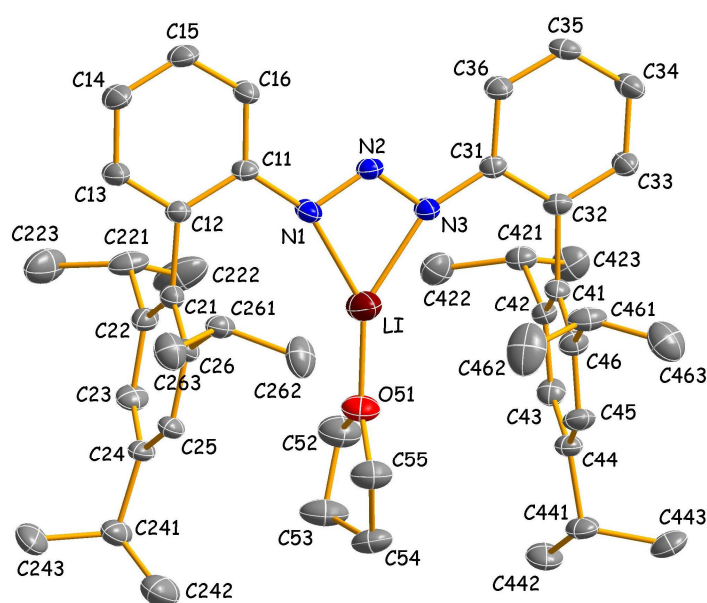
N (3) -Cs-C (24)	132, 96 (13)	C (24) -C (23) -Cs	83, 4 (3)
C (23) -Cs-C (24)	22, 39 (15)	C (22) -C (23) -Cs	79, 7 (3)
C (22) -Cs-C (24)	39, 87 (14)	C (25) -C (24) -C (23)	117, 7 (6)
N (2) -Cs-C (24)	113, 12 (12)	C (25) -C (24) -C (241)	120, 2 (7)
N (1) -Cs-C (46)	98, 41 (12)	C (23) -C (24) -C (241)	122, 1 (7)
N (3) -Cs-C (46)	60, 06 (13)	C (25) -C (24) -Cs	82, 7 (3)
C (23) -Cs-C (46)	167, 94 (14)	C (23) -C (24) -Cs	74, 2 (3)
C (22) -Cs-C (46)	159, 61 (13)	C (241) -C (24) -Cs	111, 2 (4)
N (2) -Cs-C (46)	79, 37 (12)	C (24) -C (25) -C (26)	122, 5 (6)
C (24) -Cs-C (46)	145, 64 (15)	C (24) -C (25) -Cs	75, 7 (4)
N (1) -Cs-C (45)	120, 29 (13)	C (26) -C (25) -Cs	80, 4 (3)
N (3) -Cs-C (45)	81, 91 (13)	C (25) -C (26) -C (21)	119, 2 (6)
C (23) -Cs-C (45)	151, 73 (14)	C (25) -C (26) -C (261)	120, 0 (6)
C (22) -Cs-C (45)	171, 64 (14)	C (21) -C (26) -C (261)	120, 7 (5)
N (2) -Cs-C (45)	101, 44 (12)	C (25) -C (26) -Cs	78, 3 (4)
C (24) -Cs-C (45)	132, 59 (14)	C (21) -C (26) -Cs	75, 6 (3)
C (46) -Cs-C (45)	22, 07 (12)	C (261) -C (26) -Cs	118, 6 (3)
N (1) -Cs-C (21)	47, 66 (11)	N (3) -C (31) -C (32)	116, 5 (5)
N (3) -Cs-C (21)	88, 83 (12)	N (3) -C (31) -C (36)	125, 5 (5)
C (23) -Cs-C (21)	39, 04 (13)	C (32) -C (31) -C (36)	118, 0 (5)
C (22) -Cs-C (21)	22, 41 (13)	C (33) -C (32) -C (31)	120, 3 (5)
N (2) -Cs-C (21)	68, 36 (11)	C (33) -C (32) -C (41)	119, 6 (5)
C (24) -Cs-C (21)	45, 25 (13)	C (31) -C (32) -C (41)	120, 0 (5)
C (46) -Cs-C (21)	138, 43 (13)	C (34) -C (33) -C (32)	120, 7 (6)
C (45) -Cs-C (21)	152, 88 (15)	C (35) -C (34) -C (33)	119, 7 (5)
N (1) -Cs-C (41)	88, 95 (12)	C (34) -C (35) -C (36)	120, 5 (5)
N (3) -Cs-C (41)	47, 63 (12)	C (35) -C (36) -C (31)	120, 8 (5)
C (23) -Cs-C (41)	169, 19 (13)	C (42) -C (41) -C (46)	119, 9 (5)
C (22) -Cs-C (41)	147, 94 (13)	C (42) -C (41) -C (32)	119, 6 (5)
N (2) -Cs-C (41)	68, 25 (11)	C (46) -C (41) -C (32)	120, 4 (5)
C (24) -Cs-C (41)	167, 53 (15)	C (42) -C (41) -Cs	80, 2 (3)
C (46) -Cs-C (41)	22, 29 (13)	C (46) -C (41) -Cs	77, 2 (3)
C (45) -Cs-C (41)	38, 44 (13)	C (32) -C (41) -Cs	113, 0 (3)
C (21) -Cs-C (41)	136, 14 (12)	C (43) -C (42) -C (41)	118, 8 (6)
N (1) -Cs-C (42)	99, 97 (12)	C (43) -C (42) -C (421)	120, 6 (6)
N (3) -Cs-C (42)	60, 78 (12)	C (41) -C (42) -C (421)	120, 6 (5)
C (23) -Cs-C (42)	152, 48 (16)	C (43) -C (42) -Cs	80, 3 (3)
C (22) -Cs-C (42)	143, 97 (14)	C (41) -C (42) -Cs	77, 8 (3)
N (2) -Cs-C (42)	80, 00 (11)	C (421) -C (42) -Cs	110, 4 (3)
C (24) -Cs-C (42)	165, 72 (14)	C (44) -C (43) -C (42)	122, 5 (6)
C (46) -Cs-C (42)	38, 83 (14)	C (44) -C (43) -Cs	78, 5 (3)
C (45) -Cs-C (42)	44, 36 (14)	C (42) -C (43) -Cs	78, 2 (3)
C (21) -Cs-C (42)	145, 96 (12)	C (43) -C (44) -C (45)	118, 0 (5)
C (41) -Cs-C (42)	21, 96 (13)	C (43) -C (44) -C (441)	120, 7 (6)
N (1) -Cs-C (44)	133, 57 (12)	C (45) -C (44) -C (441)	121, 3 (6)
N (3) -Cs-C (44)	92, 27 (12)	C (43) -C (44) -Cs	80, 2 (3)
C (23) -Cs-C (44)	141, 77 (13)	C (45) -C (44) -Cs	76, 3 (3)
C (22) -Cs-C (44)	161, 50 (14)	C (441) -C (44) -Cs	113, 8 (3)
N (2) -Cs-C (44)	112, 90 (11)	C (44) -C (45) -C (46)	122, 5 (6)
C (24) -Cs-C (44)	132, 05 (13)	C (44) -C (45) -Cs	82, 1 (3)
C (46) -Cs-C (44)	38, 68 (13)	C (46) -C (45) -Cs	78, 7 (3)
C (45) -Cs-C (44)	21, 66 (13)	C (45) -C (46) -C (41)	118, 3 (6)
C (21) -Cs-C (44)	173, 41 (14)	C (45) -C (46) -C (461)	119, 3 (6)
C (41) -Cs-C (44)	44, 65 (12)	C (41) -C (46) -C (461)	122, 3 (5)
C (42) -Cs-C (44)	38, 17 (13)	C (45) -C (46) -Cs	79, 2 (3)
N (2) -N (1) -C (11)	114, 1 (4)	C (41) -C (46) -Cs	80, 5 (3)
N (2) -N (1) -Cs	103, 6 (3)	C (461) -C (46) -Cs	106, 8 (4)
C (11) -N (1) -Cs	142, 0 (3)	C (222) -C (221) -C (22)	111, 6 (5)
N (3) -N (2) -N (1)	111, 4 (4)	C (222) -C (221) -C (223)	110, 5 (6)
N (3) -N (2) -Cs	55, 9 (2)	C (22) -C (221) -C (223)	112, 9 (5)
N (1) -N (2) -Cs	55, 7 (3)	C (243) -C (241) -C (24)	114, 4 (6)
N (2) -N (3) -C (31)	113, 6 (4)	C (243) -C (241) -C (242)	121, 4 (7)
N (2) -N (3) -Cs	103, 5 (3)	C (24) -C (241) -C (242)	113, 1 (6)

C (31) -N (3) -Cs	142,7 (3)	C (262) -C (261) -C (263)	109,8 (6)
N (1) -C (11) -C (16)	125,7 (5)	C (262) -C (261) -C (26)	114,6 (6)
N (1) -C (11) -C (12)	115,9 (5)	C (263) -C (261) -C (26)	109,9 (5)
C (16) -C (11) -C (12)	118,4 (5)	C (423) -C (421) -C (42)	111,9 (6)
C (13) -C (12) -C (11)	118,7 (5)	C (423) -C (421) -C (422)	111,2 (8)
C (13) -C (12) -C (21)	121,2 (5)	C (42) -C (421) -C (422)	111,0 (5)
C (11) -C (12) -C (21)	120,1 (5)	C (443) -C (441) -C (44)	112,2 (5)
C (14) -C (13) -C (12)	122,1 (5)	C (443) -C (441) -C (442)	110,9 (6)
C (13) -C (14) -C (15)	118,7 (6)	C (44) -C (441) -C (442)	110,1 (5)
C (16) -C (15) -C (14)	120,6 (5)	C (46) -C (461) -C (463)	112,7 (6)
C (15) -C (16) -C (11)	121,5 (5)	C (46) -C (461) -C (462)	110,9 (5)
C (26) -C (21) -C (22)	120,3 (5)	C (463) -C (461) -C (462)	110,6 (6)
C (26) -C (21) -C (12)	119,5 (5)		

Verbindung 10a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 41

Tabelle A.34. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **10a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Li	4783 (9)	7407 (6)	2671 (6)	70 (2)
N (1)	3364 (3)	7215 (2)	3851 (2)	39 (1)
N (2)	2530 (3)	6762 (2)	3595 (2)	37 (1)
N (3)	3075 (3)	6677 (2)	2792 (2)	39 (1)
O (51)	6493 (3)	7861 (2)	1966 (2)	57 (1)
C (11)	2824 (4)	7330 (3)	4709 (3)	34 (1)
C (12)	3646 (4)	7814 (3)	5023 (2)	33 (1)
C (13)	3122 (4)	7968 (3)	5850 (3)	44 (1)
C (14)	1826 (4)	7636 (3)	6393 (3)	49 (1)
C (15)	1033 (4)	7133 (3)	6090 (3)	48 (1)
C (16)	1527 (4)	6979 (3)	5263 (3)	41 (1)

C(21)	5073 (4)	8189 (3)	4479 (3)	36 (1)
C(22)	6329 (4)	7608 (3)	4630 (3)	40 (1)
C(23)	7644 (4)	8021 (3)	4186 (3)	46 (1)
C(24)	7753 (4)	8954 (3)	3650 (3)	41 (1)
C(25)	6496 (4)	9503 (3)	3480 (3)	39 (1)
C(26)	5156 (4)	9131 (3)	3884 (3)	35 (1)
C(31)	2227 (4)	6200 (3)	2494 (3)	35 (1)
C(32)	2727 (4)	6059 (3)	1640 (3)	36 (1)
C(33)	1891 (4)	5596 (3)	1322 (3)	43 (1)
C(34)	595 (4)	5233 (3)	1838 (3)	46 (1)
C(35)	129 (4)	5353 (3)	2684 (3)	44 (1)
C(36)	917 (4)	5820 (3)	3011 (3)	42 (1)
C(41)	4138 (4)	6421 (3)	1041 (3)	36 (1)
C(42)	5361 (4)	5791 (3)	1062 (3)	37 (1)
C(43)	6636 (4)	6125 (3)	433 (3)	40 (1)
C(44)	6731 (4)	7020 (3)	-173 (3)	37 (1)
C(45)	5506 (4)	7625 (3)	-153 (3)	48 (1)
C(46)	4216 (4)	7353 (3)	436 (3)	40 (1)
C(52)	7764 (5)	7227 (4)	2067 (4)	77 (2)
C(53)	9005 (5)	7806 (4)	1606 (4)	80 (2)
C(54)	8438 (5)	8634 (3)	884 (3)	69 (2)
C(55)	6904 (5)	8778 (3)	1327 (3)	65 (1)
C(221)	6307 (5)	6579 (3)	5260 (3)	55 (1)
C(222)	6929 (6)	5861 (3)	4757 (4)	100 (2)
C(223)	7037 (5)	6471 (4)	6044 (3)	87 (2)
C(241)	9236 (4)	9373 (3)	3291 (3)	53 (1)
C(242)	9383 (5)	10140 (4)	2415 (4)	89 (2)
C(243)	9619 (5)	9689 (4)	4020 (3)	68 (2)
C(261)	3809 (4)	9753 (3)	3669 (3)	41 (1)
C(262)	3707 (5)	9951 (4)	2685 (3)	68 (2)
C(263)	3701 (5)	10702 (3)	3889 (3)	63 (1)
C(421)	5380 (4)	4791 (3)	1745 (3)	44 (1)
C(422)	6187 (5)	4770 (3)	2471 (3)	63 (1)
C(423)	5964 (5)	3997 (3)	1317 (3)	67 (2)
C(441)	8048 (4)	7357 (3)	-898 (3)	48 (1)
C(442)	9435 (4)	6836 (4)	-685 (3)	65 (1)
C(443)	7858 (5)	7308 (3)	-1821 (3)	59 (1)
C(461)	2900 (5)	8059 (3)	408 (3)	56 (1)
C(462)	3072 (6)	8916 (4)	695 (4)	96 (2)
C(463)	2510 (5)	8389 (4)	-522 (4)	76 (2)

Tabelle A.35. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **10a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Li	66 (6)	78 (6)	64 (6)	-29 (5)	5 (5)	-21 (5)
N(1)	27 (2)	47 (2)	46 (2)	-20 (2)	-1 (2)	-9 (2)
N(2)	31 (2)	41 (2)	34 (2)	-10 (2)	2 (2)	-7 (2)
N(3)	32 (2)	49 (2)	37 (2)	-19 (2)	4 (2)	-11 (2)
O(51)	37 (2)	55 (2)	69 (2)	-16 (2)	4 (2)	-5 (2)
C(11)	26 (2)	38 (2)	35 (2)	-12 (2)	3 (2)	-4 (2)
C(12)	30 (2)	34 (2)	33 (2)	-6 (2)	-3 (2)	-7 (2)
C(13)	36 (3)	55 (3)	42 (3)	-21 (2)	4 (2)	-15 (2)
C(14)	42 (3)	63 (3)	43 (3)	-28 (2)	11 (2)	-12 (2)
C(15)	38 (3)	58 (3)	42 (3)	-16 (2)	11 (2)	-14 (2)
C(16)	30 (2)	54 (3)	44 (3)	-21 (2)	0 (2)	-13 (2)
C(21)	30 (2)	43 (3)	36 (2)	-17 (2)	-3 (2)	-6 (2)
C(22)	28 (2)	52 (3)	35 (2)	-10 (2)	-4 (2)	-2 (2)
C(23)	22 (2)	54 (3)	54 (3)	-11 (2)	-5 (2)	3 (2)
C(24)	28 (2)	53 (3)	37 (2)	-5 (2)	-5 (2)	-12 (2)

C(25)	27(2)	48(3)	41(2)	-9(2)	-5(2)	-11(2)
C(26)	28(2)	41(3)	37(2)	-9(2)	-8(2)	-7(2)
C(31)	30(2)	35(2)	36(2)	-11(2)	-1(2)	-1(2)
C(32)	34(2)	29(2)	38(2)	-7(2)	1(2)	-6(2)
C(33)	36(3)	56(3)	43(3)	-27(2)	3(2)	-8(2)
C(34)	35(3)	49(3)	60(3)	-26(2)	-2(2)	-12(2)
C(35)	30(2)	44(3)	55(3)	-15(2)	5(2)	-12(2)
C(36)	31(2)	52(3)	44(3)	-20(2)	4(2)	-8(2)
C(41)	24(2)	47(3)	35(2)	-14(2)	-1(2)	-4(2)
C(42)	34(2)	44(3)	32(2)	-12(2)	-2(2)	-7(2)
C(43)	29(2)	46(3)	43(3)	-20(2)	-2(2)	7(2)
C(44)	29(2)	40(3)	37(2)	-11(2)	2(2)	-8(2)
C(45)	44(3)	46(3)	41(3)	0(2)	2(2)	-15(2)
C(46)	33(2)	41(3)	40(2)	-10(2)	-2(2)	0(2)
C(52)	52(3)	76(4)	91(4)	-14(3)	-5(3)	-7(3)
C(53)	47(3)	68(4)	100(4)	-9(3)	11(3)	-12(3)
C(54)	59(3)	68(4)	61(3)	-8(3)	15(3)	-21(3)
C(55)	49(3)	55(3)	75(3)	-6(3)	0(3)	-4(3)
C(221)	35(3)	48(3)	56(3)	2(2)	8(2)	3(2)
C(222)	123(5)	51(3)	84(4)	2(3)	25(4)	1(4)
C(223)	63(4)	104(5)	64(4)	14(3)	-19(3)	-3(3)
C(241)	37(3)	62(3)	54(3)	-4(3)	-14(2)	-12(2)
C(242)	61(4)	115(5)	88(4)	-14(4)	-17(3)	-33(3)
C(243)	38(3)	99(4)	74(4)	-30(3)	-15(3)	-14(3)
C(261)	31(2)	43(3)	43(3)	-3(2)	-7(2)	-8(2)
C(262)	54(3)	88(4)	75(4)	-36(3)	-34(3)	16(3)
C(263)	53(3)	69(3)	75(4)	-31(3)	-22(3)	9(3)
C(421)	36(3)	46(3)	44(3)	-12(2)	3(2)	-6(2)
C(422)	70(4)	57(3)	50(3)	1(2)	-17(3)	-7(3)
C(423)	79(4)	47(3)	69(3)	-18(3)	-6(3)	2(3)
C(441)	35(3)	56(3)	47(3)	-17(2)	12(2)	-11(2)
C(442)	33(3)	89(4)	70(3)	-27(3)	5(2)	-12(3)
C(443)	52(3)	67(3)	43(3)	-14(2)	14(2)	-3(3)
C(461)	37(3)	54(3)	61(3)	-5(3)	7(2)	-4(2)
C(462)	90(5)	107(5)	104(5)	-65(4)	-31(4)	52(4)
C(463)	57(3)	79(4)	103(5)	-39(3)	-27(3)	8(3)

Tabelle A.36. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **10a**.

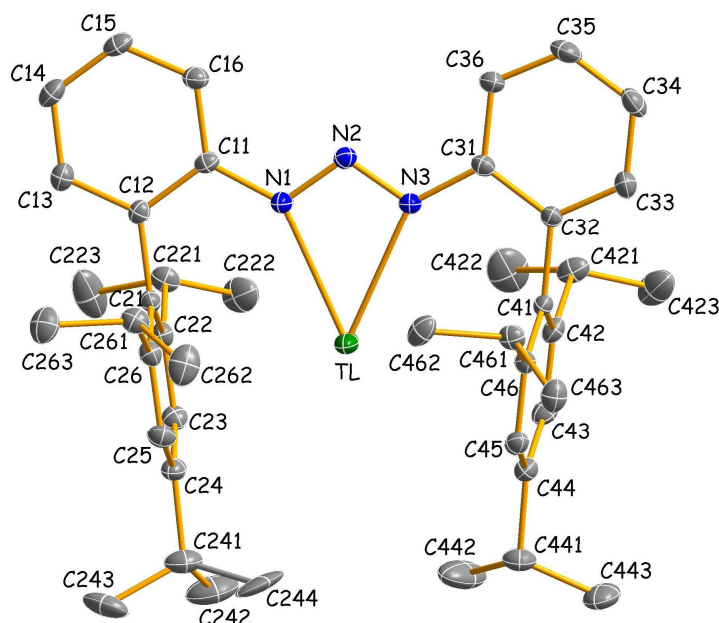
Li-N(1)	2,012(8)	C(32)-C(41)	1,518(5)
Li-N(2)	2,437(8)	C(33)-C(34)	1,392(5)
Li-N(3)	2,026(9)	C(34)-C(35)	1,382(5)
Li-O(51)	1,836(8)	C(35)-C(36)	1,373(5)
N(1)-N(2)	1,318(4)	C(41)-C(46)	1,398(5)
N(2)-N(3)	1,306(4)	C(41)-C(42)	1,400(5)
N(1)-C(11)	1,404(5)	C(42)-C(43)	1,423(5)
N(3)-C(31)	1,395(5)	C(42)-C(421)	1,521(5)
O(51)-C(55)	1,442(5)	C(43)-C(44)	1,356(5)
O(51)-C(52)	1,446(5)	C(44)-C(45)	1,384(5)
C(11)-C(12)	1,401(5)	C(44)-C(441)	1,519(5)
C(11)-C(16)	1,404(5)	C(45)-C(46)	1,390(5)
C(12)-C(13)	1,379(5)	C(46)-C(461)	1,529(6)
C(12)-C(21)	1,512(5)	C(52)-C(53)	1,468(6)
C(13)-C(14)	1,390(5)	C(53)-C(54)	1,519(7)
C(14)-C(15)	1,389(5)	C(54)-C(55)	1,504(6)
C(15)-C(16)	1,376(5)	C(221)-C(222)	1,514(6)
C(21)-C(26)	1,403(5)	C(221)-C(223)	1,528(6)
C(21)-C(22)	1,409(5)	C(241)-C(242)	1,471(6)
C(22)-C(23)	1,409(5)	C(241)-C(243)	1,519(6)
C(22)-C(221)	1,521(5)	C(261)-C(262)	1,522(6)
C(23)-C(24)	1,365(5)	C(261)-C(263)	1,539(5)

C (24) -C (25)	1,395 (5)	C (421) -C (423)	1,526 (5)
C (24) -C (241)	1,542 (5)	C (421) -C (422)	1,529 (6)
C (25) -C (26)	1,399 (5)	C (441) -C (442)	1,503 (6)
C (26) -C (261)	1,527 (5)	C (441) -C (443)	1,550 (6)
C (31) -C (32)	1,408 (5)	C (461) -C (462)	1,520 (6)
C (31) -C (36)	1,410 (5)	C (461) -C (463)	1,522 (6)
C (32) -C (33)	1,394 (5)		
N (1) -Li -N (3)	65,1 (3)	C (32) -C (31) -C (36)	117,8 (4)
O (51) -Li -N (1)	148,4 (5)	C (33) -C (32) -C (31)	119,4 (4)
O (51) -Li -N (3)	146,4 (5)	C (33) -C (32) -C (41)	118,7 (3)
O (51) -Li -N (2)	178,3 (5)	C (31) -C (32) -C (41)	121,9 (4)
N (1) -Li -N (2)	32,71 (16)	C (34) -C (33) -C (32)	122,0 (4)
N (3) -Li -N (2)	32,40 (16)	C (35) -C (34) -C (33)	118,2 (4)
N (2) -N (1) -C (11)	114,1 (3)	C (36) -C (35) -C (34)	121,1 (4)
N (2) -N (1) -Li	91,7 (3)	C (35) -C (36) -C (31)	121,4 (4)
C (11) -N (1) -Li	154,1 (4)	C (46) -C (41) -C (42)	119,7 (4)
N (3) -N (2) -N (1)	111,8 (3)	C (46) -C (41) -C (32)	121,0 (4)
N (3) -N (2) -Li	56,2 (3)	C (42) -C (41) -C (32)	119,2 (4)
N (1) -N (2) -Li	55,6 (3)	C (41) -C (42) -C (43)	117,8 (4)
N (2) -N (3) -C (31)	113,7 (3)	C (41) -C (42) -C (421)	122,6 (4)
N (2) -N (3) -Li	91,4 (3)	C (43) -C (42) -C (421)	119,6 (4)
C (31) -N (3) -Li	154,9 (3)	C (44) -C (43) -C (42)	123,6 (4)
C (55) -O (51) -C (52)	108,6 (3)	C (43) -C (44) -C (45)	116,6 (4)
C (55) -O (51) -Li	133,5 (4)	C (43) -C (44) -C (441)	124,0 (4)
C (52) -O (51) -Li	117,8 (4)	C (45) -C (44) -C (441)	119,2 (4)
C (12) -C (11) -N (1)	117,3 (3)	C (44) -C (45) -C (46)	123,4 (4)
C (12) -C (11) -C (16)	119,1 (4)	C (45) -C (46) -C (41)	118,9 (4)
N (1) -C (11) -C (16)	123,6 (4)	C (45) -C (46) -C (461)	120,4 (4)
C (13) -C (12) -C (11)	118,7 (4)	C (41) -C (46) -C (461)	120,7 (4)
C (13) -C (12) -C (21)	119,0 (4)	O (51) -C (52) -C (53)	107,7 (4)
C (11) -C (12) -C (21)	122,3 (3)	C (52) -C (53) -C (54)	103,6 (4)
C (12) -C (13) -C (14)	122,3 (4)	C (55) -C (54) -C (53)	102,8 (4)
C (15) -C (14) -C (13)	118,7 (4)	O (51) -C (55) -C (54)	106,5 (4)
C (16) -C (15) -C (14)	120,1 (4)	C (222) -C (221) -C (22)	112,2 (4)
C (15) -C (16) -C (11)	121,0 (4)	C (222) -C (221) -C (223)	112,2 (4)
C (26) -C (21) -C (22)	120,2 (4)	C (22) -C (221) -C (223)	110,7 (4)
C (26) -C (21) -C (12)	120,5 (4)	C (242) -C (241) -C (243)	112,2 (4)
C (22) -C (21) -C (12)	119,1 (4)	C (242) -C (241) -C (24)	114,8 (4)
C (21) -C (22) -C (23)	117,5 (4)	C (243) -C (241) -C (24)	108,9 (4)
C (21) -C (22) -C (221)	122,6 (4)	C (262) -C (261) -C (26)	111,4 (3)
C (23) -C (22) -C (221)	119,9 (4)	C (262) -C (261) -C (263)	110,3 (4)
C (24) -C (23) -C (22)	123,4 (4)	C (26) -C (261) -C (263)	112,4 (3)
C (23) -C (24) -C (25)	118,0 (4)	C (42) -C (421) -C (423)	113,7 (3)
C (23) -C (24) -C (241)	119,4 (4)	C (42) -C (421) -C (422)	110,1 (3)
C (25) -C (24) -C (241)	122,5 (4)	C (423) -C (421) -C (422)	111,4 (4)
C (24) -C (25) -C (26)	121,4 (4)	C (442) -C (441) -C (44)	115,1 (4)
C (25) -C (26) -C (21)	119,4 (4)	C (442) -C (441) -C (443)	109,9 (3)
C (25) -C (26) -C (261)	119,6 (4)	C (44) -C (441) -C (443)	110,1 (3)
C (21) -C (26) -C (261)	121,0 (3)	C (462) -C (461) -C (463)	110,7 (4)
N (3) -C (31) -C (32)	118,2 (3)	C (462) -C (461) -C (46)	112,7 (4)
N (3) -C (31) -C (36)	123,9 (4)	C (463) -C (461) -C (46)	111,2 (4)

Verbindung 11a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 58 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C243 (s.o.f. = 0,75) und C244 (s.o.f. = 0,25)

Tabelle A.37. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **11a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
TL	5745 (1)	7467 (1)	7507 (1)	35 (1)
N (1)	7361 (3)	6066 (2)	7232 (2)	28 (1)
N (2)	8159 (3)	6363 (2)	6732 (2)	25 (1)
N (3)	7813 (3)	7209 (2)	6614 (2)	27 (1)
C (11)	7616 (3)	5172 (2)	7440 (2)	25 (1)
C (12)	6713 (3)	4857 (2)	7963 (2)	24 (1)
C (13)	6935 (4)	3988 (2)	8232 (2)	33 (1)
C (14)	8032 (4)	3432 (2)	7987 (3)	37 (1)
C (15)	8890 (4)	3731 (2)	7457 (3)	34 (1)
C (16)	8698 (4)	4595 (2)	7176 (2)	31 (1)
C (21)	5537 (3)	5459 (2)	8224 (2)	23 (1)
C (22)	5812 (4)	6102 (2)	9114 (2)	25 (1)
C (23)	4704 (4)	6662 (2)	9337 (2)	29 (1)
C (24)	3326 (4)	6609 (2)	8712 (2)	30 (1)
C (25)	3080 (4)	5977 (2)	7844 (2)	32 (1)
C (26)	4146 (4)	5404 (2)	7580 (2)	26 (1)
C (31)	8516 (3)	7609 (2)	6037 (2)	25 (1)
C (32)	8035 (3)	8484 (2)	5850 (2)	24 (1)
C (33)	8657 (4)	8917 (2)	5271 (3)	34 (1)
C (34)	9731 (4)	8502 (3)	4864 (3)	40 (1)
C (35)	10215 (4)	7638 (3)	5063 (3)	41 (1)
C (36)	9628 (4)	7199 (2)	5643 (3)	31 (1)
C (41)	6872 (3)	8941 (2)	6285 (2)	24 (1)
C (42)	7272 (4)	9534 (2)	7202 (2)	28 (1)
C (43)	6180 (4)	9944 (2)	7603 (2)	30 (1)
C (44)	4697 (4)	9782 (2)	7120 (3)	32 (1)
C (45)	4331 (4)	9199 (2)	6225 (2)	29 (1)
C (46)	5389 (3)	8772 (2)	5790 (2)	25 (1)
C (221)	7311 (4)	6194 (3)	9830 (2)	33 (1)

C(222)	7912 (5)	7227 (3)	10193 (4)	60 (1)
C(223)	7191 (6)	5782 (5)	10682 (4)	78 (2)
C(241)	2083 (5)	7188 (3)	8946 (3)	47 (1)
C(242)	2553 (7)	7989 (4)	9838 (4)	81 (2)
C(243)	896 (6)	6588 (5)	9097 (5)	65 (2)
C(244)	1670 (30)	7797 (16)	8195 (15)	79 (8)
C(261)	3797 (4)	4707 (2)	6621 (2)	32 (1)
C(262)	2789 (6)	5085 (3)	5813 (3)	54 (1)
C(263)	3111 (5)	3775 (3)	6706 (3)	48 (1)
C(421)	8866 (4)	9737 (3)	7764 (3)	37 (1)
C(422)	9134 (6)	9415 (5)	8702 (4)	80 (2)
C(423)	9332 (5)	10779 (3)	7930 (5)	69 (2)
C(441)	3528 (5)	10261 (3)	7564 (3)	43 (1)
C(442)	3651 (8)	10108 (6)	8555 (5)	98 (2)
C(443)	3529 (6)	11299 (3)	7543 (4)	63 (1)
C(461)	4905 (4)	8124 (2)	4811 (2)	30 (1)
C(462)	4388 (4)	7142 (2)	4880 (3)	40 (1)
C(463)	3710 (4)	8532 (3)	4122 (3)	39 (1)

Tabelle A.38. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **11a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Tl	41 (1)	30 (1)	44 (1)	13 (1)	25 (1)	14 (1)
N(1)	30 (1)	28 (1)	33 (1)	12 (1)	15 (1)	8 (1)
N(2)	22 (1)	24 (1)	27 (1)	6 (1)	5 (1)	3 (1)
N(3)	26 (1)	25 (1)	33 (1)	9 (1)	14 (1)	6 (1)
C(11)	25 (2)	22 (1)	26 (2)	2 (1)	5 (1)	4 (1)
C(12)	26 (2)	21 (1)	23 (2)	4 (1)	2 (1)	0 (1)
C(13)	37 (2)	27 (2)	34 (2)	10 (1)	7 (2)	2 (1)
C(14)	43 (2)	23 (2)	41 (2)	8 (1)	5 (2)	8 (1)
C(15)	36 (2)	25 (2)	39 (2)	2 (1)	7 (2)	11 (1)
C(16)	27 (2)	30 (2)	35 (2)	4 (1)	12 (1)	5 (1)
C(21)	24 (2)	21 (1)	25 (2)	5 (1)	9 (1)	-1 (1)
C(22)	27 (2)	26 (2)	23 (2)	7 (1)	7 (1)	-2 (1)
C(23)	33 (2)	28 (2)	24 (2)	0 (1)	10 (1)	2 (1)
C(24)	32 (2)	31 (2)	32 (2)	8 (1)	15 (1)	9 (1)
C(25)	24 (2)	38 (2)	31 (2)	6 (1)	6 (1)	3 (1)
C(26)	27 (2)	28 (2)	24 (2)	5 (1)	7 (1)	-3 (1)
C(31)	20 (2)	27 (2)	26 (2)	3 (1)	7 (1)	0 (1)
C(32)	20 (1)	25 (1)	29 (2)	7 (1)	5 (1)	1 (1)
C(33)	34 (2)	31 (2)	42 (2)	15 (2)	14 (2)	0 (1)
C(34)	36 (2)	48 (2)	45 (2)	16 (2)	20 (2)	-4 (2)
C(35)	27 (2)	50 (2)	49 (2)	6 (2)	20 (2)	3 (2)
C(36)	25 (2)	31 (2)	40 (2)	8 (1)	14 (1)	5 (1)
C(41)	27 (2)	19 (1)	28 (2)	8 (1)	9 (1)	5 (1)
C(42)	34 (2)	21 (1)	28 (2)	6 (1)	6 (1)	5 (1)
C(43)	37 (2)	25 (2)	27 (2)	2 (1)	9 (1)	7 (1)
C(44)	36 (2)	27 (2)	40 (2)	11 (1)	15 (2)	8 (1)
C(45)	24 (2)	25 (2)	37 (2)	7 (1)	6 (1)	2 (1)
C(46)	25 (2)	22 (1)	29 (2)	6 (1)	8 (1)	1 (1)
C(221)	28 (2)	38 (2)	28 (2)	3 (1)	3 (1)	-1 (1)
C(222)	42 (2)	47 (2)	77 (3)	-2 (2)	2 (2)	-11 (2)
C(223)	52 (3)	121 (5)	60 (3)	57 (3)	-15 (2)	-22 (3)
C(241)	41 (2)	56 (2)	42 (2)	3 (2)	14 (2)	19 (2)
C(242)	83 (4)	93 (4)	61 (3)	0 (3)	21 (3)	50 (3)
C(243)	30 (3)	88 (5)	74 (4)	-7 (4)	26 (3)	1 (3)
C(244)	104 (18)	79 (14)	68 (13)	26 (11)	38 (12)	80 (14)
C(261)	32 (2)	36 (2)	27 (2)	1 (1)	8 (1)	0 (1)
C(262)	77 (3)	46 (2)	29 (2)	5 (2)	2 (2)	-4 (2)

C(263)	64 (3)	32 (2)	41 (2)	-1 (2)	8 (2)	-5 (2)
C(421)	32 (2)	34 (2)	35 (2)	-2 (2)	-2 (2)	6 (2)
C(422)	59 (3)	115 (5)	61 (3)	42 (3)	-15 (3)	0 (3)
C(423)	39 (2)	43 (2)	109 (4)	11 (3)	-6 (3)	-3 (2)
C(441)	40 (2)	47 (2)	46 (2)	4 (2)	21 (2)	13 (2)
C(442)	96 (5)	149 (6)	95 (5)	69 (5)	72 (4)	72 (5)
C(443)	72 (3)	54 (3)	76 (3)	14 (2)	41 (3)	32 (2)
C(461)	25 (2)	31 (2)	31 (2)	2 (1)	3 (1)	-1 (1)
C(462)	39 (2)	25 (2)	45 (2)	2 (2)	-3 (2)	1 (1)
C(463)	43 (2)	36 (2)	33 (2)	10 (2)	0 (2)	-4 (2)

Tabelle A.39. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **11a**.

Tl-N(1)	2,578 (3)	C(33)-C(34)	1,386 (5)
Tl-N(3)	2,607 (3)	C(34)-C(35)	1,395 (6)
N(1)-N(2)	1,301 (4)	C(35)-C(36)	1,375 (5)
N(2)-N(3)	1,301 (4)	C(41)-C(46)	1,401 (5)
N(1)-C(11)	1,396 (4)	C(41)-C(42)	1,410 (4)
N(3)-C(31)	1,403 (4)	C(42)-C(43)	1,394 (5)
C(11)-C(16)	1,407 (4)	C(42)-C(421)	1,519 (5)
C(11)-C(12)	1,410 (4)	C(43)-C(44)	1,397 (5)
C(12)-C(13)	1,394 (4)	C(44)-C(45)	1,378 (5)
C(12)-C(21)	1,497 (4)	C(44)-C(441)	1,524 (5)
C(13)-C(14)	1,393 (5)	C(45)-C(46)	1,402 (5)
C(14)-C(15)	1,379 (5)	C(46)-C(461)	1,516 (4)
C(15)-C(16)	1,393 (5)	C(221)-C(223)	1,526 (6)
C(21)-C(26)	1,408 (4)	C(221)-C(222)	1,528 (5)
C(21)-C(22)	1,412 (4)	C(241)-C(243)	1,493 (8)
C(22)-C(23)	1,394 (5)	C(241)-C(244)	1,53 (2)
C(22)-C(221)	1,527 (5)	C(241)-C(242)	1,536 (7)
C(23)-C(24)	1,388 (5)	C(261)-C(263)	1,526 (5)
C(24)-C(25)	1,383 (5)	C(261)-C(262)	1,531 (6)
C(24)-C(241)	1,519 (5)	C(421)-C(422)	1,516 (6)
C(25)-C(26)	1,391 (5)	C(421)-C(423)	1,516 (6)
C(26)-C(261)	1,524 (4)	C(441)-C(442)	1,504 (7)
C(31)-C(32)	1,403 (4)	C(441)-C(443)	1,504 (6)
C(31)-C(36)	1,405 (4)	C(461)-C(462)	1,523 (5)
C(32)-C(33)	1,388 (5)	C(461)-C(463)	1,533 (5)
C(32)-C(41)	1,501 (4)		
N(1)-Tl-N(3)	48,42 (8)	C(33)-C(34)-C(35)	118,8 (3)
N(2)-N(1)-C(11)	116,9 (3)	C(36)-C(35)-C(34)	120,8 (3)
N(2)-N(1)-Tl	101,74 (18)	C(35)-C(36)-C(31)	120,3 (3)
C(11)-N(1)-Tl	141,4 (2)	C(46)-C(41)-C(42)	119,8 (3)
N(1)-N(2)-N(3)	109,6 (2)	C(46)-C(41)-C(32)	120,4 (3)
N(2)-N(3)-C(31)	116,7 (3)	C(42)-C(41)-C(32)	119,8 (3)
N(2)-N(3)-Tl	100,28 (18)	C(43)-C(42)-C(41)	119,2 (3)
C(31)-N(3)-Tl	142,8 (2)	C(43)-C(42)-C(421)	119,2 (3)
N(1)-C(11)-C(16)	124,6 (3)	C(41)-C(42)-C(421)	121,6 (3)
N(1)-C(11)-C(12)	115,8 (3)	C(42)-C(43)-C(44)	121,7 (3)
C(16)-C(11)-C(12)	119,6 (3)	C(45)-C(44)-C(43)	118,1 (3)
C(13)-C(12)-C(11)	119,4 (3)	C(45)-C(44)-C(441)	121,4 (3)
C(13)-C(12)-C(21)	120,9 (3)	C(43)-C(44)-C(441)	120,6 (3)
C(11)-C(12)-C(21)	119,7 (3)	C(44)-C(45)-C(46)	122,4 (3)
C(14)-C(13)-C(12)	120,6 (3)	C(41)-C(46)-C(45)	118,8 (3)
C(15)-C(14)-C(13)	119,9 (3)	C(41)-C(46)-C(461)	121,6 (3)
C(14)-C(15)-C(16)	120,9 (3)	C(45)-C(46)-C(461)	119,6 (3)
C(15)-C(16)-C(11)	119,6 (3)	C(223)-C(221)-C(22)	109,8 (3)
C(26)-C(21)-C(22)	119,0 (3)	C(223)-C(221)-C(222)	108,5 (4)
C(26)-C(21)-C(12)	120,5 (3)	C(22)-C(221)-C(222)	111,9 (3)
C(22)-C(21)-C(12)	120,5 (3)	C(243)-C(241)-C(24)	112,0 (4)
C(23)-C(22)-C(21)	119,5 (3)	C(243)-C(241)-C(244)	118,4 (12)

C (23) - C (22) - C (221)	119, 7 (3)	C (24) - C (241) - C (244)	106, 4 (8)
C (21) - C (22) - C (221)	120, 8 (3)	C (243) - C (241) - C (242)	106, 7 (5)
C (24) - C (23) - C (22)	122, 1 (3)	C (24) - C (241) - C (242)	114, 3 (4)
C (25) - C (24) - C (23)	117, 6 (3)	C (244) - C (241) - C (242)	98, 5 (10)
C (25) - C (24) - C (241)	119, 1 (3)	C (26) - C (261) - C (263)	110, 0 (3)
C (23) - C (24) - C (241)	123, 3 (3)	C (26) - C (261) - C (262)	113, 6 (3)
C (24) - C (25) - C (26)	122, 9 (3)	C (263) - C (261) - C (262)	109, 6 (3)
C (25) - C (26) - C (21)	119, 0 (3)	C (422) - C (421) - C (423)	110, 8 (4)
C (25) - C (26) - C (261)	120, 4 (3)	C (422) - C (421) - C (42)	111, 3 (4)
C (21) - C (26) - C (261)	120, 6 (3)	C (423) - C (421) - C (42)	110, 9 (3)
C (32) - C (31) - N (3)	115, 8 (3)	C (442) - C (441) - C (443)	111, 3 (4)
C (32) - C (31) - C (36)	119, 2 (3)	C (442) - C (441) - C (44)	112, 8 (4)
N (3) - C (31) - C (36)	125, 0 (3)	C (443) - C (441) - C (44)	111, 3 (3)
C (33) - C (32) - C (31)	119, 2 (3)	C (46) - C (461) - C (462)	111, 0 (3)
C (33) - C (32) - C (41)	121, 0 (3)	C (46) - C (461) - C (463)	112, 5 (3)
C (31) - C (32) - C (41)	119, 8 (3)	C (462) - C (461) - C (463)	110, 2 (3)
C (34) - C (33) - C (32)	121, 6 (3)		

Verbindung 12a · C₆H₆

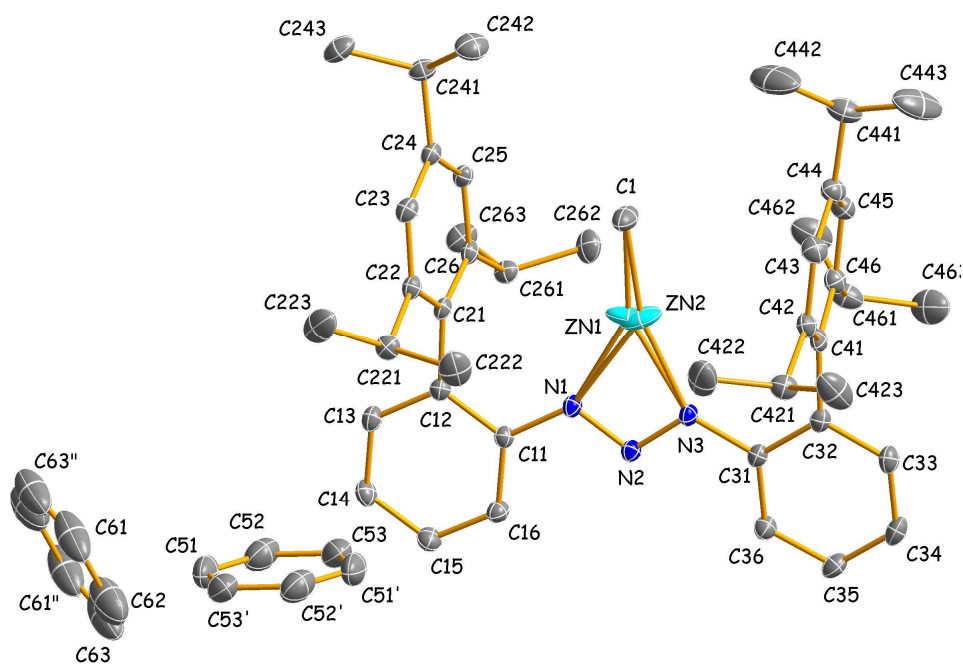
Vollständiges

Numerierungsschema:

Symmetrieoperationen:

('): 2-x, 2-y, 1-z

(''): -x, 2-y, 2-z



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 67 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für Zn1 (s.o.f. = 0,50) und Zn2 (s.o.f. = 0,50)

Tabelle A.40. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **12a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Zn (1)	4884 (5)	4933 (3)	2697 (2)	57 (1)
Zn (2)	5033 (5)	4796 (3)	2613 (2)	53 (1)
N (1)	5542 (2)	5473 (2)	3810 (1)	24 (1)

N (2)	6378 (2)	4717 (2)	3839 (1)	23 (1)
N (3)	6328 (2)	4086 (2)	3187 (1)	24 (1)
C (1)	3909 (4)	5140 (2)	1834 (2)	46 (1)
C (11)	5513 (3)	6251 (2)	4471 (1)	23 (1)
C (12)	4567 (3)	7056 (2)	4467 (1)	23 (1)
C (13)	4534 (3)	7840 (2)	5108 (1)	29 (1)
C (14)	5414 (3)	7837 (2)	5738 (1)	33 (1)
C (15)	6341 (3)	7037 (2)	5734 (1)	32 (1)
C (16)	6394 (3)	6247 (2)	5111 (1)	27 (1)
C (21)	3578 (3)	7108 (2)	3807 (1)	22 (1)
C (22)	4069 (3)	7768 (2)	3405 (1)	25 (1)
C (23)	3056 (3)	7887 (2)	2840 (1)	28 (1)
C (24)	1585 (3)	7390 (2)	2663 (1)	26 (1)
C (25)	1148 (3)	6729 (2)	3052 (1)	25 (1)
C (26)	2120 (3)	6571 (2)	3619 (1)	23 (1)
C (31)	7173 (3)	3207 (2)	3118 (1)	23 (1)
C (32)	7177 (3)	2525 (2)	2428 (1)	26 (1)
C (33)	8003 (3)	1652 (2)	2357 (2)	33 (1)
C (34)	8784 (3)	1450 (2)	2951 (2)	35 (1)
C (35)	8763 (3)	2128 (2)	3628 (2)	34 (1)
C (36)	7974 (3)	3006 (2)	3717 (1)	29 (1)
C (41)	6263 (3)	2645 (2)	1767 (1)	26 (1)
C (42)	6970 (3)	3085 (2)	1278 (1)	28 (1)
C (43)	6115 (3)	3072 (2)	631 (1)	35 (1)
C (44)	4599 (3)	2645 (2)	453 (1)	34 (1)
C (45)	3917 (3)	2243 (2)	951 (1)	34 (1)
C (46)	4711 (3)	2242 (2)	1605 (1)	30 (1)
C (51)	9560 (5)	10869 (3)	5465 (2)	69 (1)
C (52)	8778 (5)	9958 (3)	5401 (2)	66 (1)
C (53)	9209 (5)	9075 (3)	4934 (2)	64 (1)
C (61)	707 (11)	10239 (4)	9444 (3)	112 (3)
C (62)	1455 (9)	9679 (4)	9839 (3)	109 (2)
C (63)	707 (10)	9434 (4)	10390 (3)	111 (2)
C (221)	5699 (3)	8293 (2)	3562 (1)	31 (1)
C (222)	6831 (4)	7615 (3)	3115 (2)	58 (1)
C (223)	5801 (4)	9344 (3)	3452 (3)	67 (1)
C (241)	460 (3)	7561 (2)	2066 (1)	31 (1)
C (242)	1060 (4)	7178 (3)	1320 (2)	50 (1)
C (243)	104 (4)	8683 (2)	2229 (2)	45 (1)
C (261)	1552 (3)	5820 (2)	4014 (1)	28 (1)
C (262)	1302 (4)	4750 (2)	3510 (2)	44 (1)
C (263)	65 (3)	6145 (2)	4376 (2)	42 (1)
C (421)	8614 (3)	3587 (2)	1456 (1)	34 (1)
C (422)	8581 (4)	4725 (3)	1626 (3)	69 (1)
C (423)	9669 (4)	3196 (3)	858 (2)	71 (1)
C (441)	3694 (4)	2597 (3)	-266 (2)	48 (1)
C (442)	3572 (7)	3634 (4)	-388 (3)	105 (2)
C (443)	4347 (5)	1831 (5)	-885 (2)	93 (2)
C (461)	3904 (3)	1787 (3)	2132 (2)	43 (1)
C (462)	2206 (4)	2038 (3)	2182 (2)	62 (1)
C (463)	4046 (5)	636 (3)	1935 (2)	69 (1)

Tabelle A.41. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **12a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Zn (1)	37 (1)	103 (2)	36 (1)	38 (1)	-12 (1)	-18 (1)
Zn (2)	35 (1)	79 (1)	68 (2)	59 (1)	0 (1)	7 (1)
N (1)	29 (1)	23 (1)	21 (1)	6 (1)	7 (1)	7 (1)
N (2)	25 (1)	23 (1)	23 (1)	7 (1)	4 (1)	3 (1)

N(3)	27(1)	23(1)	22(1)	4(1)	5(1)	7(1)
C(1)	62(2)	48(2)	28(1)	9(1)	-2(1)	25(2)
C(11)	25(1)	22(1)	21(1)	6(1)	6(1)	3(1)
C(12)	24(1)	23(1)	22(1)	9(1)	6(1)	1(1)
C(13)	34(1)	25(1)	28(1)	8(1)	9(1)	8(1)
C(14)	45(2)	28(1)	23(1)	2(1)	9(1)	4(1)
C(15)	39(1)	35(1)	22(1)	8(1)	3(1)	4(1)
C(16)	30(1)	30(1)	24(1)	10(1)	3(1)	8(1)
C(21)	26(1)	19(1)	23(1)	7(1)	7(1)	7(1)
C(22)	28(1)	22(1)	26(1)	8(1)	9(1)	5(1)
C(23)	32(1)	28(1)	28(1)	14(1)	9(1)	5(1)
C(24)	30(1)	24(1)	26(1)	9(1)	8(1)	8(1)
C(25)	25(1)	24(1)	28(1)	8(1)	5(1)	3(1)
C(26)	28(1)	20(1)	21(1)	6(1)	8(1)	6(1)
C(31)	24(1)	22(1)	26(1)	9(1)	7(1)	3(1)
C(32)	25(1)	24(1)	29(1)	8(1)	8(1)	2(1)
C(33)	37(1)	27(1)	33(1)	4(1)	10(1)	8(1)
C(34)	37(1)	28(1)	45(2)	13(1)	11(1)	13(1)
C(35)	35(1)	35(1)	37(2)	19(1)	6(1)	11(1)
C(36)	33(1)	30(1)	25(1)	9(1)	6(1)	5(1)
C(41)	32(1)	22(1)	21(1)	0(1)	6(1)	7(1)
C(42)	33(1)	25(1)	25(1)	3(1)	7(1)	3(1)
C(43)	41(2)	39(2)	28(1)	12(1)	7(1)	2(1)
C(44)	35(1)	39(2)	25(1)	5(1)	3(1)	5(1)
C(45)	31(1)	37(2)	30(1)	3(1)	3(1)	-1(1)
C(46)	32(1)	30(1)	25(1)	4(1)	8(1)	4(1)
C(51)	88(3)	53(2)	54(2)	-5(2)	-4(2)	32(2)
C(52)	63(2)	78(3)	64(2)	25(2)	12(2)	28(2)
C(53)	66(2)	51(2)	72(3)	16(2)	-16(2)	12(2)
C(61)	238(8)	53(3)	44(3)	21(2)	-6(4)	-27(4)
C(62)	183(6)	65(3)	73(3)	22(3)	-14(4)	-29(3)
C(63)	222(8)	52(3)	53(3)	24(2)	-25(4)	-26(4)
C(221)	30(1)	32(1)	32(1)	12(1)	6(1)	-1(1)
C(222)	32(2)	62(2)	74(2)	9(2)	20(2)	-1(2)
C(223)	47(2)	42(2)	116(4)	34(2)	-7(2)	-11(2)
C(241)	29(1)	39(2)	31(1)	19(1)	3(1)	5(1)
C(242)	53(2)	68(2)	32(2)	20(2)	5(1)	10(2)
C(243)	41(2)	46(2)	58(2)	31(2)	4(1)	12(1)
C(261)	28(1)	29(1)	29(1)	14(1)	4(1)	0(1)
C(262)	59(2)	28(1)	49(2)	17(1)	11(1)	-2(1)
C(263)	39(2)	52(2)	44(2)	25(1)	16(1)	7(1)
C(421)	33(1)	42(2)	29(1)	13(1)	6(1)	-2(1)
C(422)	45(2)	43(2)	106(3)	4(2)	-2(2)	-7(2)
C(423)	42(2)	89(3)	62(2)	-12(2)	20(2)	-9(2)
C(441)	44(2)	66(2)	33(2)	15(2)	-4(1)	-6(2)
C(442)	123(4)	103(4)	101(4)	73(3)	-59(3)	-35(3)
C(443)	64(3)	167(5)	29(2)	-5(2)	3(2)	16(3)
C(461)	38(2)	60(2)	31(2)	15(1)	1(1)	-14(1)
C(462)	40(2)	97(3)	46(2)	15(2)	15(1)	-14(2)
C(463)	68(2)	64(2)	85(3)	43(2)	-5(2)	-19(2)

Tabelle A.42. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **12a**.

Zn(1)-N(1)	2,090(5)	C(34)-C(35)	1,376(4)
Zn(1)-N(3)	2,086(4)	C(35)-C(36)	1,383(4)
Zn(1)-C(1)	1,904(4)	C(41)-C(46)	1,405(4)
Zn(2)-N(1)	2,234(5)	C(41)-C(42)	1,413(3)
Zn(2)-N(3)	1,982(4)	C(42)-C(43)	1,394(4)
Zn(2)-C(1)	1,906(4)	C(42)-C(421)	1,523(4)
N(1)-N(2)	1,299(3)	C(43)-C(44)	1,388(4)
N(2)-N(3)	1,307(3)	C(44)-C(45)	1,387(4)

N(1)-C(11)	1,416(3)	C(44)-C(441)	1,521(4)
N(3)-C(31)	1,413(3)	C(45)-C(46)	1,390(4)
C(11)-C(16)	1,401(3)	C(46)-C(461)	1,526(4)
C(11)-C(12)	1,402(3)	C(51)-C(52)	1,364(6)
C(12)-C(13)	1,395(3)	C(51)-C(53) #1	1,369(6)
C(12)-C(21)	1,498(3)	C(52)-C(53)	1,376(6)
C(13)-C(14)	1,384(4)	C(53)-C(51) #1	1,369(6)
C(14)-C(15)	1,383(4)	C(61)-C(63) #2	1,349(9)
C(15)-C(16)	1,377(4)	C(61)-C(62)	1,370(8)
C(21)-C(26)	1,400(3)	C(62)-C(63)	1,394(8)
C(21)-C(22)	1,415(3)	C(63)-C(61) #2	1,349(9)
C(22)-C(23)	1,394(3)	C(221)-C(223)	1,511(4)
C(22)-C(221)	1,523(3)	C(221)-C(222)	1,522(4)
C(23)-C(24)	1,387(4)	C(241)-C(242)	1,525(4)
C(24)-C(25)	1,385(3)	C(241)-C(243)	1,529(4)
C(24)-C(241)	1,524(3)	C(261)-C(262)	1,512(4)
C(25)-C(26)	1,397(3)	C(261)-C(263)	1,530(4)
C(26)-C(261)	1,527(3)	C(421)-C(422)	1,502(5)
C(31)-C(32)	1,396(3)	C(421)-C(423)	1,517(4)
C(31)-C(36)	1,400(3)	C(441)-C(442)	1,511(6)
C(32)-C(33)	1,397(4)	C(441)-C(443)	1,514(5)
C(32)-C(41)	1,500(3)	C(461)-C(462)	1,524(5)
C(33)-C(34)	1,386(4)	C(461)-C(463)	1,528(5)
C(1)-Zn(1)-N(3)	149,0(3)	C(36)-C(31)-N(3)	122,0(2)
C(1)-Zn(1)-N(1)	149,7(3)	C(31)-C(32)-C(33)	118,3(2)
N(3)-Zn(1)-N(1)	60,84(12)	C(31)-C(32)-C(41)	123,5(2)
C(1)-Zn(2)-N(3)	163,0(3)	C(33)-C(32)-C(41)	118,1(2)
C(1)-Zn(2)-N(1)	137,1(3)	C(34)-C(33)-C(32)	121,6(2)
N(3)-Zn(2)-N(1)	59,86(13)	C(35)-C(34)-C(33)	119,5(2)
N(2)-N(1)-C(11)	115,88(19)	C(34)-C(35)-C(36)	120,5(2)
N(2)-N(1)-Zn(1)	95,36(19)	C(35)-C(36)-C(31)	120,2(2)
C(11)-N(1)-Zn(1)	148,7(2)	C(46)-C(41)-C(42)	119,6(2)
N(2)-N(1)-Zn(2)	89,99(17)	C(46)-C(41)-C(32)	119,1(2)
C(11)-N(1)-Zn(2)	153,88(19)	C(42)-C(41)-C(32)	121,1(2)
Zn(1)-N(1)-Zn(2)	5,6(2)	C(43)-C(42)-C(41)	118,5(2)
N(1)-N(2)-N(3)	108,51(19)	C(43)-C(42)-C(421)	120,4(2)
N(2)-N(3)-C(31)	116,20(19)	C(41)-C(42)-C(421)	121,1(2)
N(2)-N(3)-Zn(2)	101,6(2)	C(44)-C(43)-C(42)	122,5(2)
C(31)-N(3)-Zn(2)	142,2(2)	C(45)-C(44)-C(43)	117,9(2)
N(2)-N(3)-Zn(1)	95,28(19)	C(45)-C(44)-C(441)	119,9(2)
C(31)-N(3)-Zn(1)	148,5(2)	C(43)-C(44)-C(441)	122,2(3)
Zn(2)-N(3)-Zn(1)	6,6(3)	C(44)-C(45)-C(46)	122,1(2)
Zn(1)-C(1)-Zn(2)	7,7(3)	C(45)-C(46)-C(41)	119,4(2)
C(16)-C(11)-C(12)	119,8(2)	C(45)-C(46)-C(461)	119,8(2)
C(16)-C(11)-N(1)	122,8(2)	C(41)-C(46)-C(461)	120,8(2)
C(12)-C(11)-N(1)	117,4(2)	C(52)-C(51)-C(53) #1	120,8(4)
C(13)-C(12)-C(11)	118,6(2)	C(51)-C(52)-C(53)	120,6(4)
C(13)-C(12)-C(21)	118,5(2)	C(51) #1-C(53)-C(52)	118,6(4)
C(11)-C(12)-C(21)	122,9(2)	C(63) #2-C(61)-C(62)	119,6(6)
C(14)-C(13)-C(12)	121,5(2)	C(61)-C(62)-C(63)	118,8(7)
C(15)-C(14)-C(13)	119,3(2)	C(61) #2-C(63)-C(62)	121,5(6)
C(16)-C(15)-C(14)	120,8(2)	C(223)-C(221)-C(222)	110,7(3)
C(15)-C(16)-C(11)	120,1(2)	C(223)-C(221)-C(22)	114,3(2)
C(26)-C(21)-C(22)	119,8(2)	C(222)-C(221)-C(22)	110,0(2)
C(26)-C(21)-C(12)	120,4(2)	C(24)-C(241)-C(242)	111,9(2)
C(22)-C(21)-C(12)	119,5(2)	C(24)-C(241)-C(243)	110,9(2)
C(23)-C(22)-C(21)	118,6(2)	C(242)-C(241)-C(243)	111,1(2)
C(23)-C(22)-C(221)	120,7(2)	C(262)-C(261)-C(26)	111,4(2)
C(21)-C(22)-C(221)	120,6(2)	C(262)-C(261)-C(263)	110,4(2)
C(24)-C(23)-C(22)	122,4(2)	C(26)-C(261)-C(263)	111,6(2)
C(25)-C(24)-C(23)	117,9(2)	C(422)-C(421)-C(423)	109,8(3)
C(25)-C(24)-C(241)	120,1(2)	C(422)-C(421)-C(42)	110,6(2)

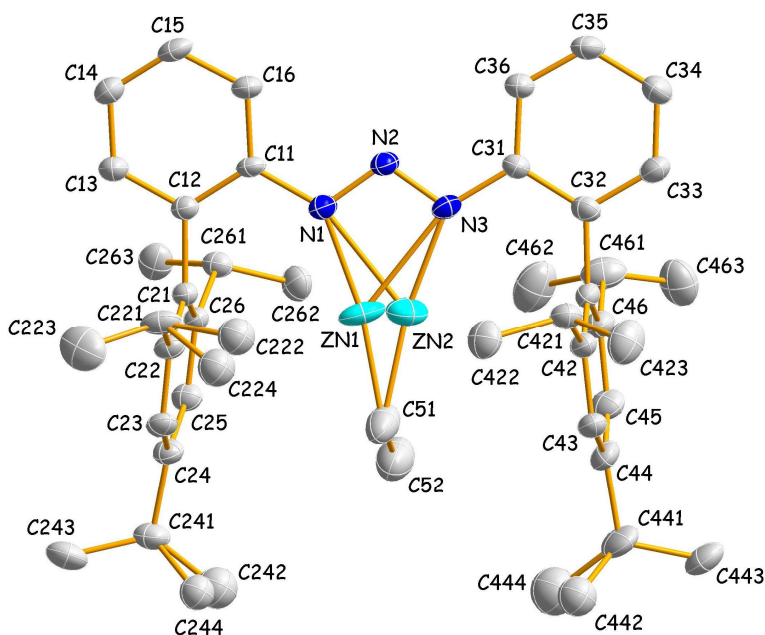
C (23)–C (24)–C (241)	122, 0 (2)	C (423)–C (421)–C (42)	113, 1 (2)
C (24)–C (25)–C (26)	122, 2 (2)	C (442)–C (441)–C (443)	113, 3 (4)
C (25)–C (26)–C (21)	119, 1 (2)	C (442)–C (441)–C (44)	112, 5 (3)
C (25)–C (26)–C (261)	118, 7 (2)	C (443)–C (441)–C (44)	110, 5 (3)
C (21)–C (26)–C (261)	122, 2 (2)	C (462)–C (461)–C (46)	113, 1 (3)
C (32)–C (31)–C (36)	120, 1 (2)	C (462)–C (461)–C (463)	110, 7 (3)
C (32)–C (31)–N (3)	118, 0 (2)	C (46)–C (461)–C (463)	110, 6 (3)

Symmetrieoperationen: #1: 2–x, 2–y, 1–z; #2: –x, 2–y, 2–z

Verbindung 13a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 67 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für Zn1 (s.o.f. = 0,65) und Zn2 (s.o.f. = 0,35), C222 (s.o.f. = 0,50) und C224 (s.o.f. = 0,50), C242 (s.o.f. = 0,50) und C244 (s.o.f. = 0,50), C442 (s.o.f. = 0,60) und C444 (s.o.f. = 0,40) sowie SADI-Restraints für die Abstände C221–C222/C221–C223/C221–C224/C241–C242/C241–C243/C241–C244/C421–C422/C421–C423/C42–C421 und DFIX-Constraints für die Abstände C441–C442/C441–C444/C44–C441.

Tabelle A.43. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **13a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Zn (1)	5054 (2)	7585 (2)	7115 (1)	71 (1)
Zn (2)	5221 (5)	7724 (3)	7520 (2)	73 (1)
N (1)	6679 (4)	7821 (3)	6117 (2)	42 (1)
N (2)	7566 (4)	8222 (3)	6395 (2)	41 (1)
N (3)	7027 (4)	8288 (3)	7218 (2)	39 (1)
C (11)	7144 (5)	7692 (3)	5232 (3)	38 (1)

C (12)	6324 (5)	7192 (3)	4939 (3)	37 (1)
C (13)	6793 (5)	7018 (3)	4084 (3)	47 (1)
C (14)	8024 (6)	7361 (4)	3536 (3)	51 (1)
C (15)	8816 (6)	7872 (4)	3826 (3)	52 (1)
C (16)	8391 (5)	8053 (4)	4673 (3)	47 (1)
C (21)	4959 (5)	6798 (3)	5500 (3)	37 (1)
C (22)	3658 (5)	7366 (3)	5357 (3)	40 (1)
C (23)	2428 (5)	6931 (4)	5814 (3)	45 (1)
C (24)	2412 (6)	5983 (4)	6392 (3)	44 (1)
C (25)	3713 (6)	5463 (3)	6547 (3)	44 (1)
C (26)	4983 (5)	5856 (3)	6119 (3)	37 (1)
C (31)	7901 (5)	8706 (3)	7582 (3)	38 (1)
C (32)	7378 (5)	8837 (3)	8455 (3)	43 (1)
C (33)	8211 (6)	9272 (4)	8812 (3)	55 (2)
C (34)	9517 (6)	9575 (4)	8345 (4)	59 (2)
C (35)	10020 (6)	9433 (4)	7483 (4)	55 (2)
C (36)	9223 (6)	9011 (4)	7121 (3)	47 (1)
C (41)	5980 (5)	8519 (3)	9005 (3)	40 (1)
C (42)	4748 (5)	9175 (3)	8925 (3)	44 (1)
C (43)	3485 (5)	8884 (4)	9508 (3)	50 (1)
C (44)	3423 (6)	7970 (4)	10155 (3)	55 (2)
C (45)	4644 (6)	7331 (4)	10207 (3)	57 (2)
C (46)	5932 (6)	7586 (4)	9649 (3)	50 (1)
C (51)	3250 (7)	7370 (5)	7936 (4)	85 (2)
C (52)	3116 (8)	6420 (5)	8615 (4)	105 (2)
C (221)	3584 (5)	8415 (3)	4720 (3)	54 (2)
C (222)	3330 (16)	9166 (8)	5265 (8)	74 (5)
C (224)	2694 (15)	9133 (8)	5216 (8)	74 (5)
C (223)	2709 (7)	8531 (5)	3980 (4)	97 (2)
C (241)	1029 (6)	5497 (4)	6813 (3)	58 (2)
C (242)	191 (17)	5945 (12)	7548 (9)	90 (6)
C (244)	-70 (13)	6135 (10)	7283 (9)	64 (4)
C (243)	372 (6)	5321 (4)	6088 (4)	73 (2)
C (261)	6350 (5)	5236 (3)	6343 (3)	43 (1)
C (262)	6467 (6)	5022 (4)	7346 (3)	61 (2)
C (263)	6561 (6)	4279 (4)	6076 (4)	65 (2)
C (421)	4741 (5)	10171 (3)	8201 (3)	49 (1)
C (422)	3944 (6)	10181 (4)	7458 (3)	67 (2)
C (423)	4159 (7)	11022 (4)	8600 (4)	82 (2)
C (441)	2070 (6)	7666 (5)	10835 (3)	81 (2)
C (442)	697 (9)	8083 (7)	10473 (7)	81 (3)
C (444)	1199 (19)	6966 (12)	10669 (13)	122 (7)
C (443)	2107 (6)	7756 (4)	11761 (3)	75 (2)
C (461)	7219 (6)	6843 (4)	9753 (4)	73 (2)
C (462)	7066 (8)	5954 (5)	9463 (5)	107 (3)
C (463)	7549 (7)	6503 (5)	10723 (4)	93 (2)

Tabelle A.44. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **13a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Zn (1)	48 (1)	66 (1)	70 (1)	-6 (1)	28 (1)	-8 (1)
Zn (2)	53 (2)	77 (2)	82 (3)	-17 (2)	7 (2)	-24 (1)
N (1)	37 (3)	47 (2)	40 (2)	-15 (2)	2 (2)	-7 (2)
N (2)	37 (3)	45 (2)	38 (2)	-13 (2)	2 (2)	-8 (2)
N (3)	34 (3)	40 (2)	40 (2)	-15 (2)	5 (2)	-1 (2)
C (11)	25 (3)	45 (3)	37 (3)	-10 (2)	3 (2)	-3 (2)
C (12)	31 (3)	43 (3)	34 (3)	-8 (2)	-2 (2)	-4 (2)
C (13)	37 (4)	57 (3)	48 (3)	-19 (2)	0 (3)	-8 (3)
C (14)	45 (4)	66 (4)	44 (3)	-22 (3)	5 (3)	-9 (3)

C(15)	37(4)	64(4)	43(3)	-12(3)	12(2)	-5(3)
C(16)	32(4)	62(3)	45(3)	-17(2)	5(2)	-11(3)
C(21)	32(3)	47(3)	33(3)	-12(2)	-2(2)	-9(2)
C(22)	31(4)	41(3)	41(3)	-9(2)	-1(2)	2(3)
C(23)	27(4)	57(3)	48(3)	-17(3)	-2(2)	2(3)
C(24)	40(4)	50(3)	36(3)	-5(2)	0(2)	-9(3)
C(25)	42(4)	45(3)	38(3)	-2(2)	-7(3)	-5(3)
C(26)	32(4)	46(3)	32(3)	-13(2)	-2(2)	-5(2)
C(31)	33(4)	39(3)	42(3)	-11(2)	-7(3)	-5(2)
C(32)	32(4)	49(3)	46(3)	-10(2)	-10(3)	-5(3)
C(33)	45(4)	73(4)	43(3)	-20(3)	3(3)	-8(3)
C(34)	43(4)	77(4)	68(4)	-33(3)	-6(3)	-16(3)
C(35)	32(4)	69(4)	63(4)	-24(3)	4(3)	-12(3)
C(36)	35(4)	58(3)	49(3)	-19(3)	1(3)	-12(3)
C(41)	41(4)	50(3)	32(3)	-18(2)	2(2)	-13(3)
C(42)	35(4)	61(3)	35(3)	-15(2)	-2(2)	-8(3)
C(43)	34(4)	74(4)	44(3)	-25(3)	2(2)	-9(3)
C(44)	60(4)	72(4)	32(3)	-16(3)	5(3)	-18(3)
C(45)	60(4)	61(4)	40(3)	-2(3)	-1(3)	-15(3)
C(46)	47(4)	56(3)	44(3)	-15(3)	2(3)	-11(3)
C(51)	113(6)	88(5)	60(4)	-30(4)	12(4)	-46(4)
C(52)	129(7)	113(6)	83(5)	-41(5)	4(5)	-43(5)
C(221)	31(4)	52(3)	63(3)	-4(3)	3(3)	5(2)
C(223)	103(6)	85(5)	83(5)	17(4)	-38(4)	-12(4)
C(241)	40(4)	67(4)	62(4)	-10(3)	-1(3)	-14(3)
C(243)	40(4)	85(4)	92(5)	-23(4)	-8(3)	-17(3)
C(261)	35(4)	47(3)	44(3)	-6(2)	-7(2)	-6(2)
C(262)	58(4)	75(4)	51(3)	-17(3)	-22(3)	0(3)
C(263)	59(4)	69(4)	66(4)	-24(3)	-21(3)	15(3)
C(421)	36(4)	57(3)	51(3)	-17(3)	-2(2)	-5(3)
C(422)	81(5)	66(4)	51(3)	-7(3)	-18(3)	-5(3)
C(423)	113(6)	58(4)	77(4)	-25(3)	-14(4)	-4(4)
C(441)	76(5)	118(5)	38(3)	-14(3)	14(3)	-24(4)
C(443)	72(5)	92(4)	46(3)	-17(3)	15(3)	-5(3)
C(461)	62(5)	56(4)	78(4)	0(3)	4(3)	-5(3)
C(462)	120(7)	101(6)	92(5)	-39(4)	-24(4)	40(5)
C(463)	92(6)	96(5)	100(5)	-29(4)	-48(4)	11(4)

Tabelle A.45. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **13a**.

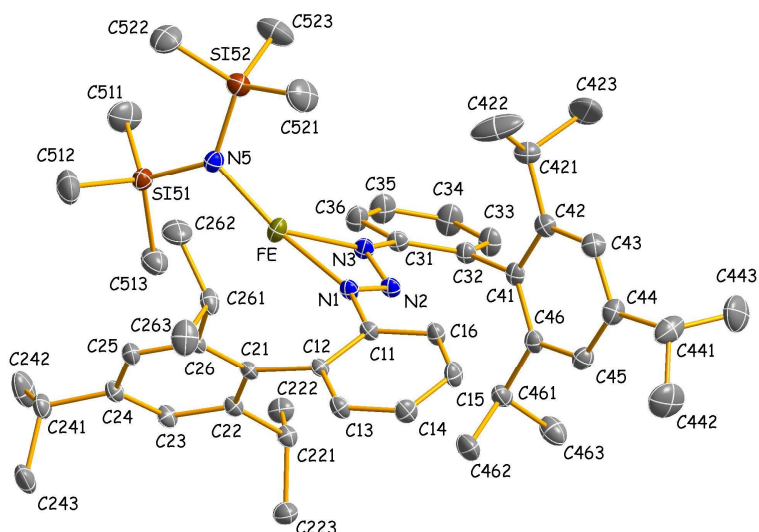
Zn(1)-N(1)	1,960(4)	C(32)-C(41)	1,500(6)
Zn(1)-N(3)	2,360(5)	C(33)-C(34)	1,384(7)
Zn(1)-C(51)	1,946(6)	C(34)-C(35)	1,402(7)
Zn(2)-N(1)	2,324(5)	C(35)-C(36)	1,356(6)
Zn(2)-N(3)	1,954(6)	C(41)-C(46)	1,402(6)
Zn(2)-C(51)	1,981(8)	C(41)-C(42)	1,402(6)
N(1)-N(2)	1,319(5)	C(42)-C(43)	1,400(6)
N(2)-N(3)	1,310(5)	C(42)-C(421)	1,522(4)
N(1)-C(11)	1,424(5)	C(43)-C(44)	1,386(7)
N(3)-C(31)	1,411(6)	C(44)-C(45)	1,380(7)
C(11)-C(12)	1,379(6)	C(44)-C(441)	1,533(4)
C(11)-C(16)	1,403(6)	C(45)-C(46)	1,395(7)
C(12)-C(13)	1,406(6)	C(46)-C(461)	1,511(7)
C(12)-C(21)	1,512(6)	C(51)-C(52)	1,448(8)
C(13)-C(14)	1,378(7)	C(221)-C(223)	1,531(5)
C(14)-C(15)	1,368(7)	C(221)-C(224)	1,533(6)
C(15)-C(16)	1,395(6)	C(221)-C(222)	1,536(6)
C(21)-C(26)	1,396(6)	C(241)-C(243)	1,516(5)
C(21)-C(22)	1,410(6)	C(241)-C(242)	1,517(6)
C(22)-C(23)	1,387(6)	C(241)-C(244)	1,517(6)
C(22)-C(221)	1,525(6)	C(261)-C(262)	1,528(6)

C (23) -C (24)	1,380 (6)	C (261) -C (263)	1,531 (6)
C (24) -C (25)	1,389 (6)	C (421) -C (423)	1,520 (4)
C (24) -C (241)	1,537 (7)	C (421) -C (422)	1,524 (4)
C (25) -C (26)	1,388 (6)	C (441) -C (443)	1,504 (7)
C (26) -C (261)	1,518 (6)	C (441) -C (442)	1,521 (5)
C (31) -C (36)	1,397 (7)	C (441) -C (444)	1,524 (5)
C (31) -C (32)	1,413 (6)	C (461) -C (462)	1,520 (8)
C (32) -C (33)	1,390 (7)	C (461) -C (463)	1,529 (8)
C (51) -Zn (1) -N (1)	169,7 (3)	C (34) -C (33) -C (32)	122,4 (5)
C (51) -Zn (1) -N (3)	130,6 (2)	C (33) -C (34) -C (35)	118,8 (5)
N (1) -Zn (1) -N (3)	58,51 (16)	C (36) -C (35) -C (34)	119,8 (5)
N (3) -Zn (2) -C (51)	168,6 (3)	C (35) -C (36) -C (31)	122,1 (5)
N (3) -Zn (2) -N (1)	59,27 (19)	C (46) -C (41) -C (42)	120,2 (4)
C (51) -Zn (2) -N (1)	129,1 (3)	C (46) -C (41) -C (32)	119,4 (4)
N (2) -N (1) -C (11)	114,9 (4)	C (42) -C (41) -C (32)	120,2 (4)
N (2) -N (1) -Zn (1)	105,5 (3)	C (43) -C (42) -C (41)	118,7 (4)
C (11) -N (1) -Zn (1)	139,5 (4)	C (43) -C (42) -C (421)	119,6 (4)
N (2) -N (1) -Zn (2)	87,1 (3)	C (41) -C (42) -C (421)	121,7 (4)
C (11) -N (1) -Zn (2)	157,9 (4)	C (44) -C (43) -C (42)	121,9 (5)
Zn (1) -N (1) -Zn (2)	18,46 (12)	C (45) -C (44) -C (43)	118,3 (4)
N (3) -N (2) -N (1)	108,9 (4)	C (45) -C (44) -C (441)	119,2 (5)
N (2) -N (3) -C (31)	113,5 (4)	C (43) -C (44) -C (441)	122,4 (5)
N (2) -N (3) -Zn (2)	104,7 (3)	C (44) -C (45) -C (46)	122,2 (5)
C (31) -N (3) -Zn (2)	141,8 (3)	C (45) -C (46) -C (41)	118,7 (5)
N (2) -N (3) -Zn (1)	87,0 (3)	C (45) -C (46) -C (461)	118,7 (5)
C (31) -N (3) -Zn (1)	159,4 (3)	C (41) -C (46) -C (461)	122,5 (5)
Zn (2) -N (3) -Zn (1)	17,70 (11)	C (52) -C (51) -Zn (1)	117,9 (5)
C (12) -C (11) -C (16)	120,7 (4)	C (52) -C (51) -Zn (2)	113,9 (6)
C (12) -C (11) -N (1)	117,6 (4)	Zn (1) -C (51) -Zn (2)	22,76 (11)
C (16) -C (11) -N (1)	121,7 (5)	C (22) -C (221) -C (223)	111,7 (4)
C (11) -C (12) -C (13)	118,7 (4)	C (22) -C (221) -C (224)	111,0 (6)
C (11) -C (12) -C (21)	123,4 (4)	C (223) -C (221) -C (224)	100,2 (7)
C (13) -C (12) -C (21)	117,9 (5)	C (22) -C (221) -C (222)	110,7 (6)
C (14) -C (13) -C (12)	120,9 (5)	C (223) -C (221) -C (222)	120,5 (7)
C (15) -C (14) -C (13)	120,0 (5)	C (224) -C (221) -C (222)	24,4 (8)
C (14) -C (15) -C (16)	120,8 (5)	C (243) -C (241) -C (242)	123,2 (8)
C (15) -C (16) -C (11)	119,0 (5)	C (243) -C (241) -C (244)	106,7 (7)
C (26) -C (21) -C (22)	120,3 (4)	C (242) -C (241) -C (244)	19,5 (9)
C (26) -C (21) -C (12)	120,0 (4)	C (243) -C (241) -C (24)	111,2 (4)
C (22) -C (21) -C (12)	119,6 (4)	C (242) -C (241) -C (24)	109,9 (8)
C (23) -C (22) -C (21)	117,5 (4)	C (244) -C (241) -C (24)	111,9 (7)
C (23) -C (22) -C (221)	120,5 (4)	C (26) -C (261) -C (262)	112,2 (4)
C (21) -C (22) -C (221)	122,0 (4)	C (26) -C (261) -C (263)	112,6 (4)
C (24) -C (23) -C (22)	123,8 (4)	C (262) -C (261) -C (263)	110,6 (4)
C (23) -C (24) -C (25)	117,0 (5)	C (423) -C (421) -C (42)	112,8 (4)
C (23) -C (24) -C (241)	122,0 (5)	C (423) -C (421) -C (422)	110,9 (4)
C (25) -C (24) -C (241)	121,0 (4)	C (42) -C (421) -C (422)	111,0 (4)
C (26) -C (25) -C (24)	122,2 (4)	C (443) -C (441) -C (442)	115,4 (6)
C (25) -C (26) -C (21)	119,1 (4)	C (443) -C (441) -C (444)	124,2 (9)
C (25) -C (26) -C (261)	118,3 (4)	C (442) -C (441) -C (444)	61,3 (8)
C (21) -C (26) -C (261)	122,7 (4)	C (443) -C (441) -C (44)	111,9 (5)
C (36) -C (31) -N (3)	123,6 (4)	C (442) -C (441) -C (44)	115,1 (6)
C (36) -C (31) -C (32)	119,0 (5)	C (444) -C (441) -C (44)	118,8 (9)
N (3) -C (31) -C (32)	117,3 (4)	C (46) -C (461) -C (462)	111,3 (5)
C (33) -C (32) -C (31)	117,9 (5)	C (46) -C (461) -C (463)	112,9 (5)
C (33) -C (32) -C (41)	119,4 (4)	C (462) -C (461) -C (463)	109,7 (5)
C (31) -C (32) -C (41)	122,7 (5)		

Verbindung 15a

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 67

Tabelle A.46. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **15a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Fe	4424 (1)	7333 (1)	1812 (1)	37 (1)
N (1)	5213 (1)	6399 (2)	2399 (1)	27 (1)
N (2)	4974 (1)	6352 (2)	2811 (1)	28 (1)
N (3)	4374 (1)	6897 (2)	2619 (1)	30 (1)
N (5)	3757 (1)	7651 (2)	1096 (1)	32 (1)
Si (51)	3598 (1)	9334 (1)	924 (1)	36 (1)
Si (52)	3299 (1)	6271 (1)	746 (1)	39 (1)
C (11)	5867 (1)	5872 (2)	2532 (1)	25 (1)
C (12)	6299 (1)	6560 (2)	2316 (1)	23 (1)
C (13)	6941 (1)	6031 (2)	2446 (1)	29 (1)
C (14)	7155 (1)	4880 (2)	2780 (1)	36 (1)
C (15)	6721 (1)	4238 (2)	2992 (1)	36 (1)
C (16)	6077 (1)	4713 (2)	2869 (1)	33 (1)
C (21)	6109 (1)	7886 (2)	2001 (1)	23 (1)
C (22)	6085 (1)	9092 (2)	2299 (1)	26 (1)
C (23)	6002 (1)	10337 (2)	2020 (1)	30 (1)
C (24)	5933 (1)	10447 (2)	1451 (1)	29 (1)
C (25)	5926 (1)	9244 (2)	1161 (1)	30 (1)
C (26)	6012 (1)	7971 (2)	1420 (1)	27 (1)
C (31)	4030 (1)	7024 (2)	2998 (1)	30 (1)
C (32)	4147 (1)	6264 (2)	3496 (1)	31 (1)
C (33)	3742 (1)	6537 (2)	3808 (1)	43 (1)
C (34)	3239 (1)	7504 (3)	3642 (1)	52 (1)
C (35)	3124 (1)	8241 (3)	3152 (1)	50 (1)
C (36)	3515 (1)	7998 (2)	2831 (1)	41 (1)
C (41)	4662 (1)	5153 (2)	3705 (1)	29 (1)
C (42)	4502 (1)	3823 (2)	3495 (1)	33 (1)
C (43)	4971 (1)	2792 (2)	3715 (1)	38 (1)
C (44)	5587 (1)	3026 (2)	4142 (1)	38 (1)
C (45)	5733 (1)	4342 (2)	4342 (1)	36 (1)
C (46)	5284 (1)	5420 (2)	4133 (1)	31 (1)
C (221)	6164 (1)	9083 (2)	2920 (1)	29 (1)
C (222)	5562 (1)	9739 (2)	3009 (1)	40 (1)
C (223)	6816 (1)	9773 (2)	3290 (1)	42 (1)
C (241)	5885 (1)	11817 (2)	1160 (1)	37 (1)

C (242)	5343 (1)	12732 (3)	1219 (1)	66 (1)
C (243)	6558 (1)	12539 (3)	1370 (1)	57 (1)
C (261)	6007 (1)	6717 (2)	1067 (1)	37 (1)
C (262)	5354 (1)	6637 (3)	550 (1)	60 (1)
C (263)	6614 (1)	6700 (3)	883 (1)	57 (1)
C (421)	3833 (1)	3476 (2)	3033 (1)	42 (1)
C (422)	3926 (2)	2978 (5)	2507 (1)	106 (2)
C (423)	3437 (2)	2507 (5)	3244 (2)	132 (2)
C (441)	6062 (1)	1835 (3)	4386 (1)	56 (1)
C (442)	6791 (1)	2235 (3)	4639 (2)	82 (1)
C (443)	5844 (2)	1057 (3)	4805 (2)	85 (1)
C (461)	5496 (1)	6837 (2)	4367 (1)	38 (1)
C (462)	6127 (1)	7279 (3)	4265 (1)	53 (1)
C (463)	5611 (1)	6912 (3)	5000 (1)	54 (1)
C (511)	2696 (1)	9761 (3)	733 (1)	74 (1)
C (512)	3870 (2)	9864 (3)	332 (1)	71 (1)
C (513)	4082 (1)	10374 (3)	1558 (1)	57 (1)
C (521)	3817 (2)	4697 (3)	940 (1)	78 (1)
C (522)	3027 (1)	6487 (3)	-38 (1)	63 (1)
C (523)	2547 (2)	6000 (3)	934 (1)	75 (1)

Tabelle A.47. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **15a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe	36 (1)	42 (1)	31 (1)	8 (1)	9 (1)	9 (1)
N (1)	23 (1)	28 (1)	32 (1)	4 (1)	14 (1)	0 (1)
N (2)	22 (1)	31 (1)	32 (1)	2 (1)	13 (1)	-1 (1)
N (3)	23 (1)	36 (1)	33 (1)	5 (1)	13 (1)	2 (1)
N (5)	29 (1)	33 (1)	31 (1)	3 (1)	9 (1)	4 (1)
Si (51)	38 (1)	32 (1)	34 (1)	3 (1)	11 (1)	5 (1)
Si (52)	38 (1)	34 (1)	47 (1)	-4 (1)	17 (1)	2 (1)
C (11)	25 (1)	24 (1)	28 (1)	-1 (1)	13 (1)	0 (1)
C (12)	27 (1)	18 (1)	28 (1)	-2 (1)	13 (1)	0 (1)
C (13)	29 (1)	25 (1)	40 (1)	1 (1)	20 (1)	1 (1)
C (14)	29 (1)	32 (1)	49 (1)	4 (1)	16 (1)	8 (1)
C (15)	40 (1)	25 (1)	45 (1)	11 (1)	17 (1)	10 (1)
C (16)	35 (1)	28 (1)	38 (1)	7 (1)	18 (1)	0 (1)
C (21)	23 (1)	19 (1)	30 (1)	0 (1)	14 (1)	-1 (1)
C (22)	27 (1)	22 (1)	31 (1)	-1 (1)	14 (1)	1 (1)
C (23)	37 (1)	20 (1)	37 (1)	-3 (1)	18 (1)	3 (1)
C (24)	32 (1)	21 (1)	36 (1)	2 (1)	14 (1)	1 (1)
C (25)	36 (1)	26 (1)	30 (1)	2 (1)	16 (1)	0 (1)
C (26)	31 (1)	20 (1)	33 (1)	-1 (1)	17 (1)	-3 (1)
C (31)	23 (1)	33 (1)	37 (1)	2 (1)	13 (1)	2 (1)
C (32)	27 (1)	34 (1)	35 (1)	3 (1)	15 (1)	1 (1)
C (33)	42 (1)	50 (1)	46 (1)	9 (1)	28 (1)	11 (1)
C (34)	44 (1)	65 (2)	59 (1)	10 (1)	35 (1)	19 (1)
C (35)	38 (1)	55 (2)	63 (2)	12 (1)	26 (1)	19 (1)
C (36)	31 (1)	47 (1)	47 (1)	12 (1)	17 (1)	10 (1)
C (41)	29 (1)	35 (1)	31 (1)	5 (1)	18 (1)	3 (1)
C (42)	33 (1)	36 (1)	34 (1)	-1 (1)	18 (1)	2 (1)
C (43)	44 (1)	35 (1)	39 (1)	-6 (1)	19 (1)	3 (1)
C (44)	43 (1)	36 (1)	36 (1)	0 (1)	18 (1)	11 (1)
C (45)	32 (1)	40 (1)	34 (1)	3 (1)	11 (1)	5 (1)
C (46)	32 (1)	31 (1)	35 (1)	6 (1)	17 (1)	2 (1)
C (221)	35 (1)	23 (1)	32 (1)	-3 (1)	16 (1)	2 (1)
C (222)	42 (1)	45 (1)	39 (1)	-7 (1)	22 (1)	4 (1)
C (223)	42 (1)	44 (1)	37 (1)	-4 (1)	10 (1)	-5 (1)
C (241)	48 (1)	23 (1)	41 (1)	6 (1)	17 (1)	2 (1)

C(242)	66(2)	36(1)	105(2)	28(1)	42(2)	17(1)
C(243)	57(2)	41(1)	75(2)	21(1)	26(1)	-7(1)
C(261)	60(1)	23(1)	34(1)	0(1)	23(1)	0(1)
C(262)	74(2)	50(2)	50(1)	-18(1)	16(1)	-17(1)
C(263)	79(2)	47(1)	59(1)	1(1)	43(1)	23(1)
C(421)	39(1)	44(1)	43(1)	-6(1)	14(1)	-2(1)
C(422)	59(2)	182(4)	67(2)	-66(2)	9(2)	-6(2)
C(423)	66(2)	181(5)	115(3)	57(3)	-6(2)	-69(3)
C(441)	61(2)	44(1)	49(1)	-13(1)	4(1)	21(1)
C(442)	53(2)	75(2)	106(2)	7(2)	17(2)	32(2)
C(443)	89(2)	51(2)	100(2)	33(2)	19(2)	18(2)
C(461)	34(1)	31(1)	47(1)	6(1)	11(1)	-1(1)
C(462)	55(2)	53(2)	55(1)	8(1)	25(1)	-16(1)
C(463)	71(2)	41(1)	60(1)	-10(1)	37(1)	-10(1)
C(511)	53(2)	57(2)	100(2)	2(2)	12(2)	21(1)
C(512)	104(2)	57(2)	57(2)	13(1)	36(2)	-6(2)
C(513)	73(2)	45(2)	54(1)	-7(1)	24(1)	-11(1)
C(521)	78(2)	39(2)	109(2)	4(2)	23(2)	11(2)
C(522)	74(2)	62(2)	48(1)	-18(1)	17(1)	-2(2)
C(523)	67(2)	72(2)	98(2)	-20(2)	46(2)	-28(2)

Tabelle A.48. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **15a**.

Fe-N(1)	2,0274(15)	C(26)-C(261)	1,523(3)
Fe-N(3)	2,1320(16)	C(31)-C(36)	1,408(3)
Fe-N(5)	1,8892(16)	C(31)-C(32)	1,411(3)
N(1)-N(2)	1,325(2)	C(32)-C(33)	1,400(3)
N(2)-N(3)	1,316(2)	C(32)-C(41)	1,508(3)
N(1)-C(11)	1,420(2)	C(33)-C(34)	1,387(3)
N(3)-C(31)	1,416(2)	C(34)-C(35)	1,383(3)
N(5)-Si(51)	1,7157(17)	C(35)-C(36)	1,387(3)
N(5)-Si(52)	1,7244(18)	C(41)-C(42)	1,408(3)
Si(51)-C(511)	1,869(3)	C(41)-C(46)	1,409(3)
Si(51)-C(512)	1,874(3)	C(42)-C(43)	1,396(3)
Si(51)-C(513)	1,873(2)	C(42)-C(421)	1,530(3)
Si(52)-C(521)	1,868(3)	C(43)-C(44)	1,393(3)
Si(52)-C(522)	1,872(3)	C(44)-C(45)	1,386(3)
Si(52)-C(523)	1,862(3)	C(44)-C(441)	1,530(3)
C(11)-C(16)	1,398(3)	C(45)-C(46)	1,403(3)
C(11)-C(12)	1,411(2)	C(46)-C(461)	1,521(3)
C(12)-C(13)	1,399(2)	C(221)-C(222)	1,535(3)
C(12)-C(21)	1,509(2)	C(221)-C(223)	1,535(3)
C(13)-C(14)	1,389(3)	C(241)-C(242)	1,523(3)
C(14)-C(15)	1,388(3)	C(241)-C(243)	1,524(3)
C(15)-C(16)	1,385(3)	C(261)-C(262)	1,538(3)
C(21)-C(26)	1,414(2)	C(261)-C(263)	1,537(3)
C(21)-C(22)	1,419(2)	C(421)-C(422)	1,502(4)
C(22)-C(23)	1,394(3)	C(421)-C(423)	1,502(4)
C(22)-C(221)	1,525(2)	C(441)-C(442)	1,513(4)
C(23)-C(24)	1,402(3)	C(441)-C(443)	1,517(4)
C(24)-C(25)	1,392(3)	C(461)-C(462)	1,536(3)
C(24)-C(241)	1,522(3)	C(461)-C(463)	1,537(3)
C(25)-C(26)	1,396(3)		
N(5)-Fe-N(1)	157.33(7)	C(25)-C(26)-C(21)	119.25(16)
N(5)-Fe-N(3)	132.29(7)	C(25)-C(26)-C(261)	118.61(16)
N(1)-Fe-N(3)	61.58(6)	C(21)-C(26)-C(261)	122.13(16)
N(2)-N(1)-C(11)	115.70(14)	C(36)-C(31)-C(32)	119.79(18)
N(2)-N(1)-Fe	97.70(10)	C(36)-C(31)-N(3)	113.72(17)
C(11)-N(1)-Fe	146.55(12)	C(32)-C(31)-N(3)	126.47(17)
N(3)-N(2)-N(1)	107.58(14)	C(33)-C(32)-C(31)	117.38(18)

N(2)-N(3)-C(31)	117.86(15)	C(33)-C(32)-C(41)	117.90(17)
N(2)-N(3)-Fe	93.13(10)	C(31)-C(32)-C(41)	124.69(17)
C(31)-N(3)-Fe	148.77(13)	C(34)-C(33)-C(32)	122.4(2)
Si(51)-N(5)-Si(52)	127.30(9)	C(35)-C(34)-C(33)	119.9(2)
Si(51)-N(5)-Fe	114.64(9)	C(34)-C(35)-C(36)	119.3(2)
Si(52)-N(5)-Fe	117.24(9)	C(35)-C(36)-C(31)	121.2(2)
N(5)-Si(51)-C(511)	112.06(12)	C(42)-C(41)-C(46)	119.83(18)
N(5)-Si(51)-C(513)	108.16(10)	C(42)-C(41)-C(32)	119.65(17)
C(511)-Si(51)-C(513)	107.50(13)	C(46)-C(41)-C(32)	120.41(18)
N(5)-Si(51)-C(512)	112.47(11)	C(43)-C(42)-C(41)	118.91(18)
C(511)-Si(51)-C(512)	109.04(15)	C(43)-C(42)-C(421)	119.11(19)
C(513)-Si(51)-C(512)	107.37(13)	C(41)-C(42)-C(421)	121.98(18)
N(5)-Si(52)-C(523)	111.52(11)	C(44)-C(43)-C(42)	122.4(2)
N(5)-Si(52)-C(521)	110.09(12)	C(45)-C(44)-C(43)	117.62(19)
C(523)-Si(52)-C(521)	107.72(15)	C(45)-C(44)-C(441)	122.6(2)
N(5)-Si(52)-C(522)	110.94(11)	C(43)-C(44)-C(441)	119.7(2)
C(523)-Si(52)-C(522)	108.94(14)	C(44)-C(45)-C(46)	122.39(19)
C(521)-Si(52)-C(522)	107.49(14)	C(45)-C(46)-C(41)	118.80(18)
C(16)-C(11)-C(12)	121.17(17)	C(45)-C(46)-C(461)	118.61(17)
C(16)-C(11)-N(1)	121.05(16)	C(41)-C(46)-C(461)	122.57(18)
C(12)-C(11)-N(1)	117.78(16)	C(22)-C(221)-C(223)	111.29(16)
C(13)-C(12)-C(11)	117.53(16)	C(22)-C(221)-C(222)	111.48(15)
C(13)-C(12)-C(21)	120.07(16)	C(223)-C(221)-C(222)	110.94(16)
C(11)-C(12)-C(21)	122.18(15)	C(24)-C(241)-C(242)	113.34(18)
C(14)-C(13)-C(12)	121.78(18)	C(24)-C(241)-C(243)	110.77(17)
C(15)-C(14)-C(13)	119.28(18)	C(242)-C(241)-C(243)	110.7(2)
C(16)-C(15)-C(14)	121.02(18)	C(26)-C(261)-C(263)	111.28(18)
C(15)-C(16)-C(11)	119.23(18)	C(26)-C(261)-C(262)	110.63(18)
C(26)-C(21)-C(22)	119.08(16)	C(263)-C(261)-C(262)	110.66(19)
C(26)-C(21)-C(12)	120.93(15)	C(423)-C(421)-C(422)	112.6(3)
C(22)-C(21)-C(12)	119.76(15)	C(423)-C(421)-C(42)	111.5(2)
C(23)-C(22)-C(21)	119.22(16)	C(422)-C(421)-C(42)	111.3(2)
C(23)-C(22)-C(221)	118.41(16)	C(442)-C(441)-C(443)	111.7(2)
C(21)-C(22)-C(221)	122.35(16)	C(442)-C(441)-C(44)	114.1(2)
C(22)-C(23)-C(24)	122.48(17)	C(443)-C(441)-C(44)	109.9(2)
C(25)-C(24)-C(23)	117.16(17)	C(46)-C(461)-C(462)	110.54(19)
C(25)-C(24)-C(241)	120.71(17)	C(46)-C(461)-C(463)	111.41(17)
C(23)-C(24)-C(241)	122.12(17)	C(462)-C(461)-C(463)	110.31(19)
C(24)-C(25)-C(26)	122.68(16)		

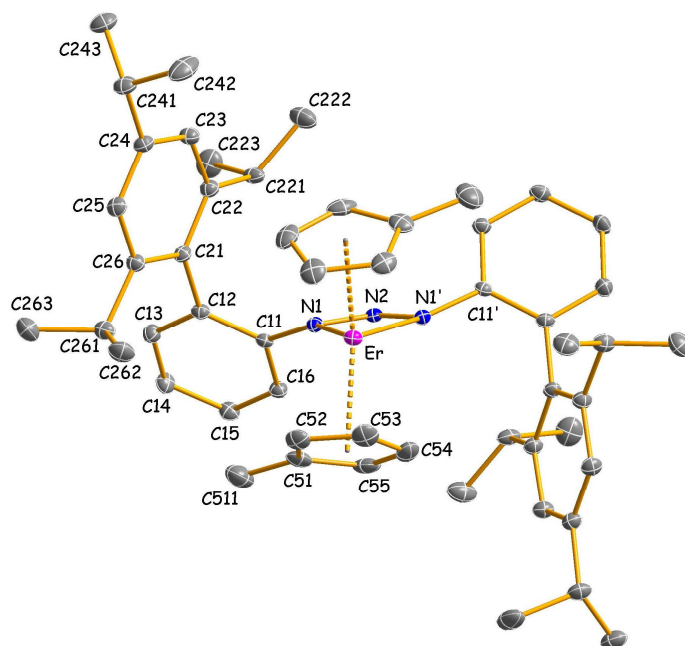
Verbindung 16a

Vollständiges

Numerierungsschema:

Symmetrieoperation ('):

$$1-x, y, 3/2-z$$



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 67 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans.

Tabelle A.49. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **16a**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Er	5000	6271 (1)	7500	19 (1)
N(1)	5206 (1)	3924 (3)	7217 (1)	19 (1)
N(2)	5000	3087 (4)	7500	19 (1)
C(11)	5283 (1)	3093 (3)	6742 (1)	18 (1)
C(12)	5785 (1)	3249 (3)	6759 (2)	20 (1)
C(13)	5811 (1)	2511 (4)	6238 (2)	25 (1)
C(14)	5360 (1)	1627 (3)	5717 (2)	27 (1)
C(15)	4868 (1)	1452 (3)	5713 (2)	25 (1)
C(16)	4835 (1)	2181 (3)	6226 (2)	22 (1)
C(21)	6310 (1)	4107 (3)	7333 (2)	20 (1)
C(22)	6660 (1)	3501 (3)	8036 (2)	23 (1)
C(23)	7160 (1)	4260 (4)	8549 (2)	25 (1)
C(24)	7337 (1)	5573 (4)	8398 (2)	25 (1)
C(25)	6996 (1)	6117 (3)	7702 (2)	25 (1)
C(26)	6483 (1)	5412 (3)	7164 (2)	23 (1)
C(51)	5653 (2)	6749 (4)	8903 (2)	35 (1)
C(52)	5468 (2)	8150 (4)	8572 (2)	34 (1)
C(53)	5724 (2)	8409 (4)	8197 (2)	40 (1)
C(54)	6061 (2)	7165 (5)	8292 (2)	42 (1)
C(55)	6013 (2)	6124 (5)	8724 (2)	40 (1)
C(221)	6524 (1)	1987 (4)	8214 (2)	28 (1)
C(222)	6737 (2)	1802 (5)	8996 (2)	43 (1)
C(223)	6777 (2)	747 (4)	8008 (3)	46 (1)
C(241)	7868 (1)	6422 (4)	8974 (2)	31 (1)
C(242)	7757 (2)	7184 (6)	9484 (2)	53 (1)
C(243)	8401 (2)	5431 (4)	9393 (2)	39 (1)
C(261)	6135 (1)	6120 (4)	6425 (2)	28 (1)
C(262)	5939 (2)	7709 (4)	6447 (2)	39 (1)
C(263)	6476 (2)	6162 (5)	6088 (2)	41 (1)

Tabelle A.50. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **16a**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Er	20 (1)	15 (1)	18 (1)	0	8 (1)	0
N(1)	17 (1)	20 (1)	19 (1)	-1 (1)	10 (1)	-2 (1)
N(2)	15 (2)	21 (2)	16 (2)	0	7 (1)	0
C(11)	18 (1)	18 (1)	14 (1)	1 (1)	7 (1)	1 (1)
C(12)	19 (1)	17 (1)	18 (1)	-1 (1)	8 (1)	-1 (1)
C(13)	24 (2)	28 (2)	25 (2)	-4 (1)	15 (1)	-2 (1)
C(14)	31 (2)	27 (2)	25 (1)	-9 (1)	18 (1)	-4 (1)
C(15)	28 (1)	22 (2)	23 (1)	-5 (1)	12 (1)	-7 (1)
C(16)	21 (1)	23 (1)	20 (1)	-2 (1)	10 (1)	-3 (1)
C(21)	17 (1)	21 (1)	21 (1)	-4 (1)	9 (1)	-4 (1)
C(22)	21 (1)	22 (2)	23 (1)	-1 (1)	11 (1)	-3 (1)
C(23)	23 (1)	25 (1)	22 (1)	0 (1)	9 (1)	-2 (1)
C(24)	20 (1)	26 (2)	26 (2)	-2 (1)	10 (1)	-1 (1)
C(25)	25 (1)	21 (1)	28 (1)	-1 (1)	14 (1)	-5 (1)
C(26)	23 (1)	23 (1)	23 (1)	0 (1)	12 (1)	-2 (1)
C(51)	33 (2)	35 (2)	22 (2)	-10 (1)	8 (1)	-11 (1)
C(52)	33 (2)	26 (2)	36 (2)	-14 (1)	16 (2)	-5 (1)
C(53)	42 (2)	28 (2)	45 (2)	-14 (2)	22 (2)	-18 (2)
C(54)	26 (2)	53 (2)	43 (2)	-20 (2)	18 (2)	-16 (2)
C(55)	25 (2)	41 (2)	29 (2)	-12 (2)	1 (1)	2 (2)
C(221)	20 (1)	29 (2)	23 (2)	4 (1)	6 (1)	-5 (1)
C(222)	46 (2)	39 (2)	30 (2)	6 (2)	14 (2)	-8 (2)
C(223)	55 (3)	24 (2)	63 (3)	1 (2)	37 (2)	-2 (2)
C(241)	22 (1)	31 (2)	29 (2)	-2 (1)	8 (1)	-6 (1)
C(242)	30 (2)	63 (3)	52 (2)	-31 (2)	14 (2)	-8 (2)
C(243)	24 (2)	39 (2)	40 (2)	-6 (2)	10 (2)	-3 (2)
C(261)	28 (2)	25 (2)	26 (1)	1 (1)	12 (1)	-6 (1)
C(262)	41 (2)	34 (2)	33 (2)	9 (2)	17 (2)	8 (2)
C(263)	50 (2)	43 (2)	33 (2)	3 (2)	26 (2)	0 (2)
C(511)	58 (3)	61 (3)	33 (2)	-8 (2)	22 (2)	-14 (2)

Tabelle A.51. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **16a**.

Er-N(1)	2,373 (2)	C(22)-C(221)	1,531 (4)
Er-C(53)	2,587 (3)	C(23)-C(24)	1,399 (5)
Er-C(54)	2,593 (4)	C(24)-C(25)	1,390 (4)
Er-C(52)	2,620 (3)	C(24)-C(241)	1,520 (4)
Er-C(55)	2,621 (3)	C(25)-C(26)	1,406 (4)
Er-C(51)	2,656 (3)	C(26)-C(261)	1,521 (4)
N(1)-N(2)	1,323 (3)	C(51)-C(52)	1,405 (5)
N(1)-C(11)	1,431 (4)	C(51)-C(55)	1,413 (6)
C(11)-C(16)	1,398 (4)	C(51)-C(511)	1,495 (6)
C(11)-C(12)	1,408 (4)	C(52)-C(53)	1,419 (6)
C(12)-C(13)	1,398 (4)	C(53)-C(54)	1,402 (6)
C(12)-C(21)	1,514 (4)	C(54)-C(55)	1,418 (6)
C(13)-C(14)	1,392 (4)	C(221)-C(222)	1,528 (5)
C(14)-C(15)	1,396 (4)	C(221)-C(223)	1,537 (5)
C(15)-C(16)	1,388 (4)	C(241)-C(243)	1,527 (5)
C(21)-C(26)	1,406 (4)	C(241)-C(242)	1,530 (5)
C(21)-C(22)	1,424 (4)	C(261)-C(263)	1,539 (5)
C(22)-C(23)	1,393 (4)	C(261)-C(262)	1,542 (5)

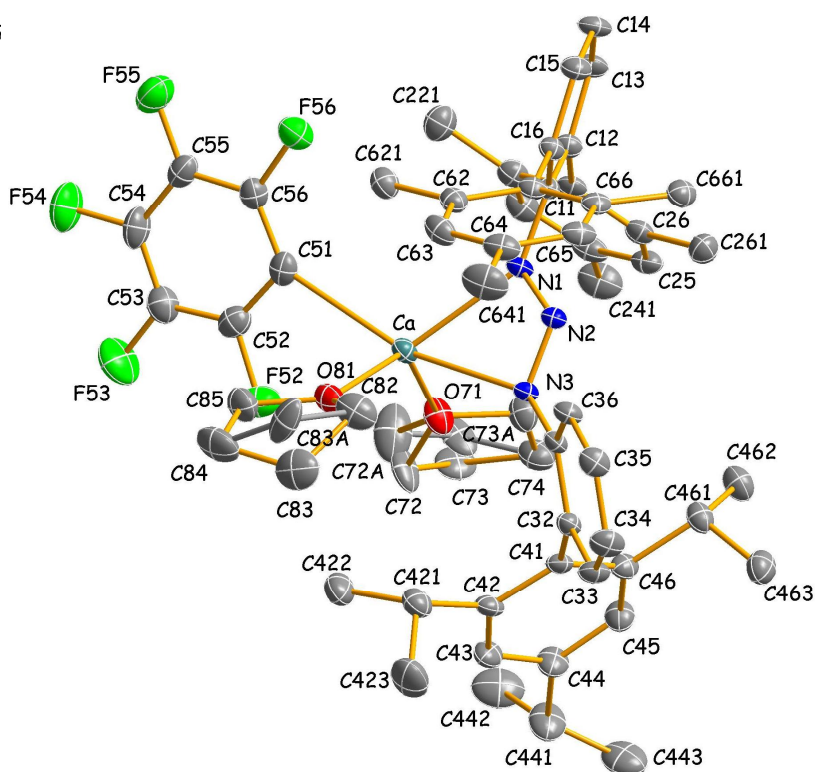
N(1)-Er-N(1) #1	54, 64 (11)	C(11)-C(12)-C(21)	123, 6 (3)
N(1)-Er-C(53)	126, 47 (11)	C(14)-C(13)-C(12)	121, 8 (3)
N(1)-Er-C(53) #1	136, 47 (11)	C(13)-C(14)-C(15)	119, 7 (3)
C(53)-Er-C(53) #1	84, 10 (19)	C(16)-C(15)-C(14)	119, 2 (3)
N(1)-Er-C(54)	95, 58 (11)	C(15)-C(16)-C(11)	121, 3 (3)
C(53)-Er-C(54)	31, 42 (13)	C(26)-C(21)-C(22)	120, 0 (3)
N(1)-Er-C(54) #1	116, 96 (12)	C(26)-C(21)-C(12)	120, 7 (3)
C(53)-Er-C(54) #1	113, 16 (14)	C(22)-C(21)-C(12)	119, 0 (3)
C(54)-Er-C(54) #1	143, 9 (2)	C(23)-C(22)-C(21)	118, 4 (3)
N(1)-Er-C(52)	138, 86 (10)	C(23)-C(22)-C(221)	120, 2 (3)
C(53)-Er-C(52)	31, 63 (12)	C(21)-C(22)-C(221)	121, 2 (3)
C(54)-Er-C(52)	51, 98 (12)	C(22)-C(23)-C(24)	122, 7 (3)
N(1)-Er-C(52) #1	113, 06 (10)	C(25)-C(24)-C(23)	117, 6 (3)
C(53)-Er-C(52) #1	83, 96 (13)	C(25)-C(24)-C(241)	120, 5 (3)
C(54)-Er-C(52) #1	102, 52 (13)	C(23)-C(24)-C(241)	121, 9 (3)
C(52)-Er-C(52) #1	99, 79 (18)	C(24)-C(25)-C(26)	122, 2 (3)
N(1)-Er-C(55)	87, 37 (10)	C(21)-C(26)-C(25)	119, 0 (3)
C(53)-Er-C(55)	51, 93 (13)	C(21)-C(26)-C(261)	123, 1 (3)
C(54)-Er-C(55)	31, 55 (14)	C(25)-C(26)-C(261)	118, 0 (3)
C(52)-Er-C(55)	51, 58 (12)	C(52)-C(51)-C(55)	108, 0 (4)
N(1)-Er-C(55) #1	87, 49 (11)	C(52)-C(51)-C(511)	126, 6 (4)
C(53)-Er-C(55) #1	133, 75 (13)	C(55)-C(51)-C(511)	125, 2 (4)
C(54)-Er-C(55) #1	152, 06 (13)	C(52)-C(51)-Er	73, 13 (19)
C(52)-Er-C(55) #1	133, 35 (13)	C(55)-C(51)-Er	73, 10 (19)
C(55)-Er-C(55) #1	174, 22 (18)	C(511)-C(51)-Er	123, 9 (2)
N(1)-Er-C(51)	111, 10 (10)	C(51)-C(52)-C(53)	108, 0 (3)
C(53)-Er-C(51)	51, 65 (13)	C(51)-C(52)-Er	75, 99 (19)
C(54)-Er-C(51)	51, 70 (12)	C(53)-C(52)-Er	72, 90 (19)
C(52)-Er-C(51)	30, 88 (12)	C(54)-C(53)-C(52)	108, 1 (4)
C(55)-Er-C(51)	31, 06 (12)	C(54)-C(53)-Er	74, 5 (2)
N(1)-Er-C(51) #1	85, 83 (10)	C(52)-C(53)-Er	75, 5 (2)
C(53)-Er-C(51) #1	112, 36 (13)	C(53)-C(54)-C(55)	107, 9 (3)
C(54)-Er-C(51) #1	121, 31 (13)	C(53)-C(54)-Er	74, 0 (2)
C(52)-Er-C(51) #1	130, 54 (13)	C(55)-C(54)-Er	75, 33 (19)
C(55)-Er-C(51) #1	150, 80 (13)	C(51)-C(55)-C(54)	107, 9 (4)
C(51)-Er-C(51) #1	161, 40 (17)	C(51)-C(55)-Er	75, 84 (19)
N(2)-N(1)-C(11)	111, 8 (2)	C(54)-C(55)-Er	73, 1 (2)
N(2)-N(1)-Er	97, 30 (18)	C(222)-C(221)-C(22)	114, 4 (3)
C(11)-N(1)-Er	146, 77 (18)	C(222)-C(221)-C(223)	109, 6 (3)
N(1)-N(2)-N(1) #1	110, 8 (3)	C(22)-C(221)-C(223)	109, 3 (3)
N(1)-N(2)-Er	55, 38 (17)	C(24)-C(241)-C(243)	112, 6 (3)
C(16)-C(11)-C(12)	119, 9 (3)	C(24)-C(241)-C(242)	110, 3 (3)
C(16)-C(11)-N(1)	119, 0 (3)	C(243)-C(241)-C(242)	110, 1 (3)
C(12)-C(11)-N(1)	121, 0 (2)	C(26)-C(261)-C(263)	111, 6 (3)
C(13)-C(12)-C(11)	118, 2 (3)	C(26)-C(261)-C(262)	111, 6 (3)
C(13)-C(12)-C(21)	118, 2 (3)	C(263)-C(261)-C(262)	109, 5 (3)

Symmetrieoperation #1: $1-x, y, 3/2-z$

Verbindung 17b · (C₇H₁₆)_{0,5}

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 79 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans. Verfeinerung mit Splitpositionen für C72/C73 (s.o.f. = 0,55) und C72a/C73a (s.o.f. = 0,45), C83 (s.o.f. = 0,40) und C83a (s.o.f. = 0,60) sowie SADI-Restraints für die Abstände C82–C83/C82–C83a, C83–C84/C83a–C84, O71–C72/O71–C72a, C72–C73/C72a–C73a und C73–C74/C73a–C74. Die Beiträge des fehlgeordneten, in Kanälen der Struktur kokristallisierten Solvensmoleküls (ein halbes Heptan bezogen auf die asymmetrische Einheit) wurden durch die BYPASS-Methode¹²⁶ unter Benutzung der im Programmpaket PLATON98 implementierten SQUEEZE-Routine eliminiert.¹²⁷

Tabelle A.52. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **17b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Ca	23098 (1)	4566 (1)	12527 (1)	33 (1)
N(1)	22754 (2)	5769 (2)	11735 (1)	27 (1)
N(2)	21704 (2)	4889 (2)	11396 (1)	26 (1)
N(3)	21171 (2)	3957 (2)	11710 (1)	27 (1)
O(71)	22194 (3)	4856 (2)	13308 (1)	52 (1)
O(81)	23148 (2)	2793 (2)	12192 (1)	46 (1)
C(11)	23354 (3)	6771 (2)	11399 (1)	27 (1)
C(12)	23765 (3)	7932 (3)	11691 (1)	32 (1)
C(13)	24436 (3)	8942 (3)	11396 (2)	39 (1)
C(14)	24713 (3)	8834 (3)	10826 (2)	41 (1)
C(15)	24299 (3)	7697 (3)	10538 (1)	37 (1)

C (16)	23639 (3)	6656 (3)	10819 (1)	28 (1)
C (21)	23409 (3)	8113 (2)	12285 (1)	32 (1)
C (22)	24314 (3)	8513 (3)	12844 (2)	39 (1)
C (23)	23978 (4)	8781 (3)	13378 (2)	49 (1)
C (24)	22789 (4)	8699 (3)	13366 (2)	45 (1)
C (25)	21898 (3)	8287 (3)	12811 (2)	40 (1)
C (26)	22176 (3)	7985 (3)	12274 (1)	36 (1)
C (31)	20138 (3)	2960 (2)	11321 (1)	27 (1)
C (32)	19073 (3)	2154 (3)	11556 (1)	30 (1)
C (33)	18118 (3)	1155 (3)	11160 (1)	38 (1)
C (34)	18168 (3)	939 (3)	10558 (2)	44 (1)
C (35)	19214 (3)	1738 (3)	10327 (1)	39 (1)
C (36)	20190 (3)	2727 (3)	10707 (1)	32 (1)
C (41)	18872 (3)	2300 (3)	12197 (1)	31 (1)
C (42)	19168 (3)	1654 (3)	12660 (1)	36 (1)
C (43)	18747 (3)	1616 (3)	13214 (2)	45 (1)
C (44)	18051 (4)	2181 (4)	13317 (2)	50 (1)
C (45)	17829 (3)	2871 (3)	12873 (2)	46 (1)
C (46)	18234 (3)	2951 (3)	12311 (1)	35 (1)
C (51)	25455 (3)	5444 (3)	13073 (2)	46 (1)
F (52)	24246 (2)	4065 (2)	13709 (1)	75 (1)
C (52)	25441 (4)	4918 (3)	13610 (2)	51 (1)
F (53)	26384 (3)	4587 (3)	14592 (1)	90 (1)
C (53)	26488 (4)	5134 (4)	14064 (2)	56 (1)
F (54)	28734 (3)	6184 (3)	14396 (1)	90 (1)
C (54)	27662 (4)	5938 (4)	13971 (2)	59 (1)
F (55)	28936 (2)	7281 (2)	13343 (1)	79 (1)
C (55)	27752 (3)	6493 (3)	13431 (2)	51 (1)
F (56)	26830 (2)	6812 (2)	12479 (1)	60 (1)
C (56)	26655 (3)	6229 (3)	13005 (2)	43 (1)
C (61)	23236 (3)	5460 (3)	10458 (1)	30 (1)
C (62)	23900 (3)	4806 (3)	10616 (1)	36 (1)
C (63)	23542 (4)	3756 (3)	10234 (2)	44 (1)
C (64)	22578 (3)	3366 (3)	9707 (2)	43 (1)
C (65)	21945 (3)	4027 (3)	9563 (1)	39 (1)
C (66)	22256 (3)	5090 (3)	9927 (1)	33 (1)
C (72)	22055 (15)	4583 (15)	13944 (3)	64 (4)
C (73)	21716 (12)	5446 (15)	14219 (5)	62 (4)
C (72A)	22630 (20)	5070 (20)	13985 (3)	100 (9)
C (73A)	22018 (13)	5791 (18)	14152 (6)	68 (6)
C (74)	20857 (4)	5546 (4)	13652 (2)	56 (1)
C (75)	21335 (4)	5356 (4)	13103 (2)	52 (1)
C (82)	22545 (5)	2080 (4)	11595 (2)	65 (1)
C (83)	22448 (9)	879 (6)	11724 (6)	78 (4)
C (83A)	23109 (8)	1263 (7)	11531 (3)	70 (2)
C (84)	23675 (5)	1189 (4)	12211 (2)	77 (1)
C (85)	24023 (4)	2399 (4)	12535 (2)	61 (1)
C (221)	25652 (4)	8674 (4)	12871 (2)	55 (1)
C (241)	22464 (5)	9043 (4)	13946 (2)	67 (1)
C (261)	21172 (3)	7539 (3)	11685 (2)	46 (1)
C (421)	19886 (4)	965 (3)	12565 (2)	47 (1)
C (422)	20978 (4)	1202 (4)	13110 (2)	59 (1)
C (423)	18989 (5)	-394 (4)	12420 (3)	80 (1)
C (441)	17552 (4)	2010 (5)	13923 (2)	70 (1)
C (442)	18605 (5)	2774 (5)	14465 (2)	87 (2)
C (443)	16324 (5)	2040 (5)	13867 (2)	78 (1)
C (461)	17948 (3)	3700 (3)	11826 (1)	41 (1)
C (462)	18070 (4)	4874 (3)	12101 (2)	54 (1)
C (463)	16617 (4)	2964 (4)	11415 (2)	53 (1)
C (621)	24957 (4)	5190 (3)	11181 (2)	47 (1)
C (641)	22197 (5)	2207 (4)	9307 (2)	69 (1)
C (661)	21502 (3)	5761 (3)	9767 (2)	41 (1)

Tabelle A.53. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **17b**.
 Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ca	39 (1)	30 (1)	27 (1)	7 (1)	5 (1)	16 (1)
N (1)	34 (1)	20 (1)	25 (1)	4 (1)	9 (1)	9 (1)
N (2)	31 (1)	22 (1)	26 (1)	4 (1)	10 (1)	11 (1)
N (3)	31 (1)	22 (1)	24 (1)	5 (1)	7 (1)	9 (1)
O (71)	75 (2)	69 (2)	30 (1)	9 (1)	13 (1)	48 (2)
O (81)	55 (2)	37 (1)	54 (2)	8 (1)	16 (1)	27 (1)
C (11)	27 (2)	24 (1)	26 (1)	5 (1)	5 (1)	10 (1)
C (12)	35 (2)	26 (2)	32 (2)	2 (1)	9 (1)	11 (1)
C (13)	46 (2)	22 (2)	42 (2)	2 (1)	14 (2)	8 (1)
C (14)	44 (2)	27 (2)	38 (2)	10 (1)	13 (2)	4 (1)
C (15)	41 (2)	33 (2)	32 (2)	8 (1)	12 (1)	13 (2)
C (16)	32 (2)	27 (2)	23 (1)	3 (1)	4 (1)	11 (1)
C (21)	38 (2)	18 (1)	34 (2)	3 (1)	10 (1)	8 (1)
C (22)	45 (2)	29 (2)	35 (2)	-3 (1)	5 (1)	13 (2)
C (23)	68 (3)	40 (2)	30 (2)	-3 (1)	1 (2)	21 (2)
C (24)	68 (3)	31 (2)	41 (2)	6 (1)	25 (2)	22 (2)
C (25)	45 (2)	30 (2)	47 (2)	9 (1)	22 (2)	15 (2)
C (26)	42 (2)	23 (2)	38 (2)	4 (1)	9 (1)	12 (1)
C (31)	33 (2)	22 (1)	24 (1)	5 (1)	3 (1)	11 (1)
C (32)	32 (2)	25 (2)	28 (2)	4 (1)	4 (1)	11 (1)
C (33)	35 (2)	28 (2)	37 (2)	4 (1)	9 (1)	4 (1)
C (34)	48 (2)	30 (2)	35 (2)	-7 (1)	1 (2)	6 (2)
C (35)	51 (2)	35 (2)	27 (2)	-3 (1)	4 (1)	17 (2)
C (36)	40 (2)	26 (2)	27 (2)	4 (1)	10 (1)	13 (1)
C (41)	27 (2)	26 (2)	30 (2)	6 (1)	6 (1)	4 (1)
C (42)	38 (2)	33 (2)	31 (2)	13 (1)	11 (1)	9 (1)
C (43)	45 (2)	56 (2)	33 (2)	19 (2)	11 (2)	21 (2)
C (44)	55 (2)	71 (3)	32 (2)	20 (2)	20 (2)	32 (2)
C (45)	49 (2)	63 (2)	36 (2)	11 (2)	18 (2)	32 (2)
C (46)	37 (2)	42 (2)	24 (2)	7 (1)	9 (1)	15 (2)
C (51)	46 (2)	46 (2)	46 (2)	-5 (2)	2 (2)	25 (2)
F (52)	69 (2)	68 (2)	81 (2)	13 (1)	33 (1)	21 (1)
C (52)	46 (2)	49 (2)	56 (2)	-1 (2)	12 (2)	20 (2)
F (53)	129 (2)	113 (2)	45 (1)	24 (1)	19 (1)	70 (2)
C (53)	68 (3)	68 (3)	39 (2)	6 (2)	11 (2)	39 (2)
F (54)	73 (2)	120 (2)	68 (2)	-7 (2)	-25 (1)	51 (2)
C (54)	54 (2)	79 (3)	44 (2)	-9 (2)	-12 (2)	39 (2)
F (55)	49 (1)	74 (2)	97 (2)	0 (1)	4 (1)	18 (1)
C (55)	37 (2)	48 (2)	63 (2)	-6 (2)	5 (2)	19 (2)
F (56)	68 (2)	52 (1)	56 (1)	11 (1)	12 (1)	26 (1)
C (56)	48 (2)	41 (2)	40 (2)	-2 (2)	1 (2)	23 (2)
C (61)	37 (2)	28 (2)	23 (1)	5 (1)	13 (1)	12 (1)
C (62)	41 (2)	38 (2)	33 (2)	9 (1)	15 (1)	20 (2)
C (63)	65 (2)	40 (2)	43 (2)	11 (2)	23 (2)	33 (2)
C (64)	58 (2)	32 (2)	35 (2)	-1 (1)	20 (2)	15 (2)
C (65)	46 (2)	35 (2)	23 (2)	1 (1)	10 (1)	7 (2)
C (66)	37 (2)	34 (2)	23 (1)	6 (1)	12 (1)	11 (1)
C (72)	106 (12)	105 (9)	24 (4)	25 (4)	20 (4)	82 (9)
C (73)	80 (6)	80 (9)	27 (5)	16 (5)	30 (5)	31 (6)
C (72A)	128 (19)	180 (30)	39 (7)	-1 (8)	15 (7)	111 (19)
C (73A)	129 (14)	91 (13)	32 (6)	30 (7)	51 (8)	78 (12)
C (74)	70 (3)	54 (2)	53 (2)	14 (2)	28 (2)	30 (2)
C (75)	63 (2)	61 (2)	46 (2)	5 (2)	12 (2)	41 (2)
C (82)	93 (3)	56 (2)	55 (2)	2 (2)	26 (2)	38 (2)
C (83)	91 (10)	65 (8)	90 (9)	-7 (7)	35 (8)	42 (8)
C (83A)	45 (4)	68 (5)	100 (7)	-32 (4)	-1 (4)	36 (4)
C (84)	104 (4)	43 (2)	102 (4)	20 (2)	43 (3)	42 (3)
C (85)	67 (3)	52 (2)	79 (3)	18 (2)	21 (2)	39 (2)

C(221)	49(2)	59(2)	49(2)	-7(2)	-1(2)	22(2)
C(241)	97(3)	57(3)	50(2)	-3(2)	29(2)	33(2)
C(261)	41(2)	45(2)	47(2)	3(2)	6(2)	18(2)
C(421)	57(2)	50(2)	41(2)	16(2)	15(2)	28(2)
C(422)	61(3)	74(3)	52(2)	26(2)	17(2)	39(2)
C(423)	88(4)	47(3)	105(4)	9(2)	9(3)	35(3)
C(441)	83(3)	110(4)	40(2)	29(2)	32(2)	56(3)
C(442)	115(4)	91(4)	45(2)	-2(2)	36(3)	33(3)
C(443)	101(4)	85(3)	64(3)	24(2)	53(3)	45(3)
C(461)	54(2)	50(2)	32(2)	11(2)	15(2)	33(2)
C(462)	71(3)	55(2)	49(2)	11(2)	15(2)	40(2)
C(463)	53(2)	70(3)	42(2)	13(2)	9(2)	34(2)
C(621)	55(2)	51(2)	41(2)	11(2)	11(2)	30(2)
C(641)	98(3)	42(2)	64(3)	-11(2)	24(2)	26(2)
C(661)	44(2)	44(2)	33(2)	7(1)	8(1)	17(2)

Tabelle A.54. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **17b**.

Ca-N(1)	2,424(2)	C(42)-C(421)	1,514(5)
Ca-N(2)	2,889(2)	C(43)-C(44)	1,368(5)
Ca-N(3)	2,459(2)	C(44)-C(45)	1,385(5)
Ca-C(51)	2,563(4)	C(44)-C(441)	1,542(5)
Ca-O(71)	2,309(2)	C(45)-C(46)	1,402(4)
Ca-O(81)	2,375(2)	C(46)-C(461)	1,528(4)
Ca-F(52)	2,940(3)	C(51)-C(56)	1,359(5)
N(1)-N(2)	1,318(3)	C(51)-C(52)	1,362(5)
N(2)-N(3)	1,322(3)	F(52)-C(52)	1,401(4)
N(1)-C(11)	1,424(3)	C(52)-C(53)	1,374(5)
N(3)-C(31)	1,419(4)	F(53)-C(53)	1,355(4)
O(71)-C(75)	1,450(4)	C(53)-C(54)	1,361(6)
O(71)-C(72)	1,470(6)	F(54)-C(54)	1,352(4)
O(71)-C(72A)	1,470(7)	C(54)-C(55)	1,383(6)
O(81)-C(82)	1,451(5)	F(55)-C(55)	1,361(4)
O(81)-C(85)	1,457(4)	C(55)-C(56)	1,370(5)
C(11)-C(16)	1,410(4)	F(56)-C(56)	1,376(4)
C(11)-C(12)	1,413(4)	C(61)-C(62)	1,396(4)
C(12)-C(13)	1,396(4)	C(61)-C(66)	1,403(4)
C(12)-C(21)	1,499(4)	C(62)-C(63)	1,404(5)
C(13)-C(14)	1,381(4)	C(62)-C(621)	1,502(5)
C(14)-C(15)	1,383(4)	C(63)-C(64)	1,384(5)
C(15)-C(16)	1,400(4)	C(64)-C(65)	1,369(5)
C(16)-C(61)	1,517(4)	C(64)-C(641)	1,528(5)
C(21)-C(22)	1,401(4)	C(65)-C(66)	1,409(4)
C(21)-C(26)	1,413(4)	C(66)-C(661)	1,501(5)
C(22)-C(23)	1,400(5)	C(72)-C(73)	1,485(9)
C(22)-C(221)	1,517(5)	C(73)-C(74)	1,518(7)
C(23)-C(24)	1,382(5)	C(72A)-C(73A)	1,486(9)
C(24)-C(25)	1,386(5)	C(73A)-C(74)	1,519(8)
C(24)-C(241)	1,520(5)	C(74)-C(75)	1,497(5)
C(25)-C(26)	1,384(5)	C(82)-C(83A)	1,487(7)
C(26)-C(261)	1,504(5)	C(82)-C(83)	1,494(8)
C(31)-C(36)	1,403(4)	C(83)-C(84)	1,543(9)
C(31)-C(32)	1,412(4)	C(83A)-C(84)	1,556(8)
C(32)-C(33)	1,396(4)	C(84)-C(85)	1,514(6)
C(32)-C(41)	1,505(4)	C(421)-C(422)	1,525(5)
C(33)-C(34)	1,375(4)	C(421)-C(423)	1,533(6)
C(34)-C(35)	1,388(5)	C(441)-C(443)	1,479(6)
C(35)-C(36)	1,382(4)	C(441)-C(442)	1,507(6)
C(41)-C(46)	1,403(4)	C(461)-C(462)	1,524(5)
C(41)-C(42)	1,407(4)	C(461)-C(463)	1,528(5)
C(42)-C(43)	1,401(4)		

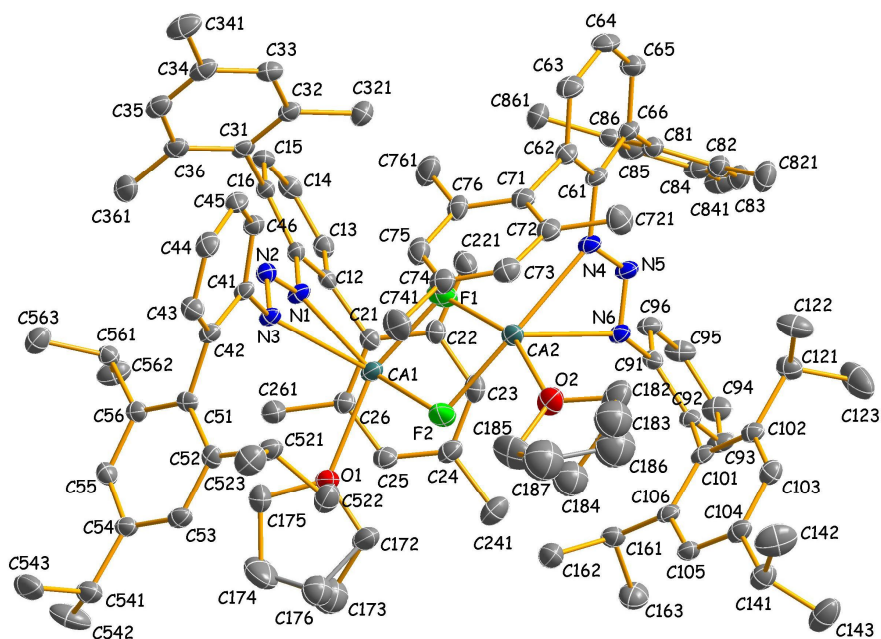
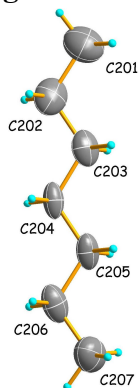
O(71)-Ca-O(81)	128,60(9)	C(46)-C(41)-C(42)	119,9(3)
O(71)-Ca-N(1)	104,68(8)	C(46)-C(41)-C(32)	119,7(3)
O(81)-Ca-N(1)	117,13(8)	C(42)-C(41)-C(32)	119,8(3)
O(71)-Ca-N(3)	94,83(9)	C(43)-C(42)-C(41)	118,8(3)
O(81)-Ca-N(3)	87,88(8)	C(43)-C(42)-C(421)	119,4(3)
N(1)-Ca-N(3)	53,19(8)	C(41)-C(42)-C(421)	121,8(3)
O(71)-Ca-C(51)	101,68(11)	C(44)-C(43)-C(42)	122,1(3)
O(81)-Ca-C(51)	89,08(10)	C(43)-C(44)-C(45)	118,5(3)
N(1)-Ca-C(51)	112,63(11)	C(43)-C(44)-C(441)	118,0(3)
N(3)-Ca-C(51)	161,01(10)	C(45)-C(44)-C(441)	123,5(4)
O(71)-Ca-N(2)	105,80(8)	C(44)-C(45)-C(46)	122,0(3)
O(81)-Ca-N(2)	99,47(8)	C(45)-C(46)-C(41)	118,5(3)
C(51)-Ca-N(2)	136,04(10)	C(45)-C(46)-C(461)	120,6(3)
O(71)-Ca-F(52)	70,13(8)	C(41)-C(46)-C(461)	120,9(3)
O(81)-Ca-F(52)	80,20(8)	C(56)-C(51)-C(52)	113,2(3)
N(1)-Ca-F(52)	157,47(8)	C(56)-C(51)-Ca	141,6(3)
N(3)-Ca-F(52)	147,00(8)	C(52)-C(51)-Ca	105,2(3)
C(51)-Ca-F(52)	50,16(10)	C(52)-F(52)-Ca	87,5(2)
N(2)-Ca-F(52)	173,79(7)	C(51)-C(52)-C(53)	126,3(4)
N(2)-N(3)-C(31)	111,4(2)	C(51)-C(52)-F(52)	117,1(3)
N(2)-N(3)-Ca	94,88(16)	C(53)-C(52)-F(52)	116,6(4)
C(31)-N(3)-Ca	144,02(18)	F(53)-C(53)-C(54)	119,9(4)
N(3)-N(2)-N(1)	111,9(2)	F(53)-C(53)-C(52)	122,4(4)
N(1)-N(2)-Ca	56,46(13)	C(54)-C(53)-C(52)	117,7(4)
N(3)-N(2)-Ca	58,00(13)	F(54)-C(54)-C(53)	120,7(4)
N(2)-N(1)-C(11)	112,5(2)	F(54)-C(54)-C(55)	120,1(4)
N(2)-N(1)-Ca	96,60(15)	C(53)-C(54)-C(55)	119,2(3)
C(11)-N(1)-Ca	145,36(19)	F(55)-C(55)-C(56)	122,5(4)
C(75)-O(71)-C(72)	105,1(6)	F(55)-C(55)-C(54)	118,3(3)
C(75)-O(71)-C(72A)	110,7(9)	C(56)-C(55)-C(54)	119,2(4)
C(72)-O(71)-C(72A)	26,2(13)	C(51)-C(56)-C(55)	124,4(3)
C(75)-O(71)-Ca	112,64(18)	C(51)-C(56)-F(56)	120,2(3)
C(72)-O(71)-Ca	141,8(6)	C(55)-C(56)-F(56)	115,4(3)
C(72A)-O(71)-Ca	132,2(8)	C(62)-C(61)-C(66)	120,9(3)
C(82)-O(81)-C(85)	109,3(3)	C(62)-C(61)-C(16)	120,9(3)
C(82)-O(81)-Ca	127,6(2)	C(66)-C(61)-C(16)	118,0(3)
C(85)-O(81)-Ca	122,2(2)	C(61)-C(62)-C(63)	118,0(3)
C(16)-C(11)-C(12)	119,3(3)	C(61)-C(62)-C(621)	121,8(3)
C(16)-C(11)-N(1)	123,0(3)	C(63)-C(62)-C(621)	120,2(3)
C(12)-C(11)-N(1)	117,5(2)	C(64)-C(63)-C(62)	122,5(3)
C(13)-C(12)-C(11)	119,3(3)	C(65)-C(64)-C(63)	118,3(3)
C(13)-C(12)-C(21)	118,6(3)	C(65)-C(64)-C(641)	120,5(3)
C(11)-C(12)-C(21)	121,9(3)	C(63)-C(64)-C(641)	121,1(4)
C(14)-C(13)-C(12)	121,5(3)	C(64)-C(65)-C(66)	122,1(3)
C(13)-C(14)-C(15)	119,2(3)	C(61)-C(66)-C(65)	118,2(3)
C(14)-C(15)-C(16)	121,4(3)	C(61)-C(66)-C(661)	121,2(3)
C(15)-C(16)-C(11)	119,2(3)	C(65)-C(66)-C(661)	120,5(3)
C(15)-C(16)-C(61)	116,7(2)	O(71)-C(72)-C(73)	108,2(9)
C(11)-C(16)-C(61)	124,1(2)	C(72)-C(73)-C(74)	99,4(10)
C(22)-C(21)-C(26)	119,0(3)	O(71)-C(72A)-C(73A)	101,6(14)
C(22)-C(21)-C(12)	121,1(3)	C(72A)-C(73A)-C(74)	110,0(13)
C(26)-C(21)-C(12)	119,6(3)	C(75)-C(74)-C(73)	106,6(7)
C(23)-C(22)-C(21)	119,3(3)	C(75)-C(74)-C(73A)	98,6(8)
C(23)-C(22)-C(221)	120,2(3)	C(73)-C(74)-C(73A)	17,7(11)
C(21)-C(22)-C(221)	120,4(3)	O(71)-C(75)-C(74)	107,4(3)
C(24)-C(23)-C(22)	121,9(3)	O(81)-C(82)-C(83A)	108,4(4)
C(23)-C(24)-C(25)	118,0(3)	O(81)-C(82)-C(83)	103,5(5)
C(23)-C(24)-C(241)	121,0(4)	C(83A)-C(82)-C(83)	35,3(5)
C(25)-C(24)-C(241)	121,0(4)	C(82)-C(83)-C(84)	103,9(5)
C(26)-C(25)-C(24)	122,1(3)	C(82)-C(83A)-C(84)	103,6(4)
C(25)-C(26)-C(21)	119,5(3)	C(85)-C(84)-C(83)	104,4(5)
C(25)-C(26)-C(261)	120,0(3)	C(85)-C(84)-C(83A)	103,2(4)
C(21)-C(26)-C(261)	120,6(3)	C(83)-C(84)-C(83A)	34,0(5)

C (36)–C (31)–C (32)	119,0 (3)	O (81)–C (85)–C (84)	106,2 (4)
C (36)–C (31)–N (3)	120,6 (3)	C (42)–C (421)–C (422)	112,9 (3)
C (32)–C (31)–N (3)	120,3 (2)	C (42)–C (421)–C (423)	112,0 (3)
C (33)–C (32)–C (31)	117,7 (3)	C (422)–C (421)–C (423)	110,0 (3)
C (33)–C (32)–C (41)	117,2 (3)	C (443)–C (441)–C (442)	116,7 (4)
C (31)–C (32)–C (41)	125,0 (3)	C (443)–C (441)–C (44)	113,9 (3)
C (34)–C (33)–C (32)	122,9 (3)	C (442)–C (441)–C (44)	111,3 (4)
C (33)–C (34)–C (35)	119,2 (3)	C (462)–C (461)–C (46)	113,6 (3)
C (36)–C (35)–C (34)	119,7 (3)	C (462)–C (461)–C (463)	109,7 (3)
C (35)–C (36)–C (31)	121,5 (3)	C (46)–C (461)–C (463)	110,8 (3)

Verbindung 18b · (C₇H₁₆)_{1,5}

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 79 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans. Verfeinerung mit Splitpositionen für C176 (s.o.f. = 0,6667) und C173 (s.o.f. = 0,3333), C183/C184 (s.o.f. = 0,50) und C186/C187 (s.o.f. = 0,50) sowie SADI-Restraints für die Abstände C201–C202/C202–C203/C203–C204/C204–C205/C205–C206/C206–C207, C182–C183/C182–C186/C185–C184/C185–C187 und C183–C184/C186–C187. Die Beiträge des fehlgeordneten, in Kanälen der Struktur kokristallisierten Solvensmoleküls (ein halbes Heptan bezogen auf die asymmetrische Einheit, ein weiteres Heptan-Molekül ist nicht fehlgeordnet) wurden durch die BYPASS-Methode¹²⁶ unter Benutzung der im Programmpaket PLATON98 implementierten SQUEEZE-Routine eliminiert.¹²⁷

Tabelle A.55. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **18b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Ca (1)	3482 (1)	1703 (1)	3161 (1)	40 (1)
Ca (2)	3361 (1)	3285 (1)	1976 (1)	41 (1)
F (1)	4428 (2)	2448 (2)	2552 (1)	62 (1)
F (2)	2366 (2)	2540 (2)	2585 (1)	73 (1)
N (1)	5087 (3)	729 (2)	3537 (1)	32 (1)
N (2)	5272 (3)	141 (2)	3262 (1)	33 (1)

N (3)	4397 (2)	158 (2)	3075 (1)	30 (1)
N (4)	4648 (3)	4169 (2)	1517 (1)	36 (1)
N (5)	4342 (3)	4810 (2)	1752 (1)	37 (1)
N (6)	3375 (3)	4836 (2)	1985 (1)	34 (1)
O (1)	1922 (2)	1309 (2)	3658 (1)	50 (1)
O (2)	1900 (3)	3696 (2)	1478 (1)	55 (1)
C (11)	5952 (3)	744 (3)	3776 (2)	30 (1)
C (12)	5677 (3)	1338 (3)	4099 (2)	30 (1)
C (13)	6429 (4)	1366 (3)	4392 (2)	38 (1)
C (14)	7459 (4)	839 (3)	4387 (2)	38 (1)
C (15)	7746 (3)	309 (3)	4042 (2)	37 (1)
C (16)	7024 (3)	244 (3)	3739 (2)	31 (1)
C (21)	4603 (3)	1981 (3)	4066 (2)	31 (1)
C (22)	4498 (4)	2791 (3)	3695 (2)	35 (1)
C (23)	3488 (4)	3382 (3)	3658 (2)	46 (1)
C (24)	2610 (4)	3192 (3)	3995 (2)	44 (1)
C (25)	2739 (4)	2394 (3)	4363 (2)	41 (1)
C (26)	3727 (3)	1778 (3)	4409 (2)	35 (1)
C (31)	7486 (3)	-251 (3)	3330 (2)	32 (1)
C (32)	7834 (3)	218 (3)	2851 (2)	36 (1)
C (33)	8295 (3)	-234 (3)	2467 (2)	42 (1)
C (34)	8399 (4)	-1157 (3)	2576 (2)	45 (1)
C (35)	8060 (4)	-1604 (3)	3051 (2)	47 (1)
C (36)	7585 (3)	-1182 (3)	3444 (2)	41 (1)
C (41)	4633 (3)	-366 (3)	2715 (2)	30 (1)
C (42)	3876 (3)	-844 (3)	2684 (2)	33 (1)
C (43)	4066 (4)	-1257 (3)	2285 (2)	40 (1)
C (44)	4949 (4)	-1213 (3)	1929 (2)	46 (1)
C (45)	5721 (4)	-794 (3)	1992 (2)	41 (1)
C (46)	5560 (3)	-394 (3)	2379 (2)	36 (1)
C (51)	2929 (3)	-983 (3)	3070 (2)	30 (1)
C (52)	1880 (3)	-650 (3)	2910 (2)	33 (1)
C (53)	1021 (3)	-948 (3)	3243 (2)	41 (1)
C (54)	1169 (3)	-1545 (3)	3722 (2)	38 (1)
C (55)	2195 (4)	-1807 (3)	3874 (2)	38 (1)
C (56)	3069 (3)	-1534 (3)	3561 (2)	33 (1)
C (61)	5656 (3)	4121 (3)	1241 (2)	36 (1)
C (62)	5871 (3)	3555 (3)	912 (2)	37 (1)
C (63)	6825 (4)	3449 (3)	598 (2)	48 (1)
C (64)	7584 (4)	3929 (3)	593 (2)	51 (1)
C (65)	7395 (4)	4458 (3)	932 (2)	46 (1)
C (66)	6469 (3)	4567 (3)	1259 (2)	37 (1)
C (71)	5095 (3)	2967 (3)	942 (2)	38 (1)
C (72)	4330 (4)	3235 (3)	590 (2)	42 (1)
C (73)	3654 (4)	2668 (3)	621 (2)	47 (1)
C (74)	3704 (4)	1875 (3)	998 (2)	48 (1)
C (75)	4444 (4)	1641 (3)	1343 (2)	49 (1)
C (76)	5175 (4)	2163 (3)	1319 (2)	41 (1)
C (81)	6430 (3)	5065 (3)	1655 (2)	35 (1)
C (82)	6010 (3)	5994 (3)	1545 (2)	41 (1)
C (83)	6048 (4)	6424 (3)	1918 (2)	48 (1)
C (84)	6481 (4)	5995 (3)	2371 (2)	49 (1)
C (85)	6898 (3)	5068 (3)	2482 (2)	43 (1)
C (86)	6877 (3)	4611 (3)	2110 (2)	39 (1)
C (91)	3111 (3)	5449 (3)	2299 (2)	30 (1)
C (92)	2095 (3)	6027 (3)	2294 (2)	33 (1)
C (93)	1873 (4)	6605 (3)	2615 (2)	45 (1)
C (94)	2633 (4)	6633 (3)	2909 (2)	48 (1)
C (95)	3638 (4)	6061 (3)	2905 (2)	44 (1)
C (96)	3880 (3)	5488 (3)	2590 (2)	39 (1)
C (101)	1256 (3)	6109 (3)	1954 (2)	33 (1)
C (102)	1315 (3)	6636 (3)	1445 (2)	35 (1)
C (103)	447 (4)	6820 (3)	1161 (2)	42 (1)

C(104)	-459 (4)	6479 (3)	1355 (2)	43 (1)
C(105)	-486 (3)	5933 (3)	1845 (2)	38 (1)
C(106)	354 (3)	5727 (3)	2152 (2)	37 (1)
C(121)	2284 (4)	7038 (3)	1212 (2)	46 (1)
C(122)	2679 (4)	6901 (4)	678 (2)	66 (2)
C(123)	2033 (6)	8020 (4)	1184 (3)	102 (3)
C(141)	-1435 (4)	6742 (3)	1049 (2)	50 (1)
C(142)	-1155 (5)	6699 (5)	490 (2)	87 (2)
C(143)	-2089 (4)	7664 (4)	1073 (3)	81 (2)
C(161)	288 (3)	5136 (3)	2693 (2)	42 (1)
C(162)	-10 (4)	4257 (3)	2712 (2)	58 (2)
C(163)	-500 (4)	5611 (4)	3059 (2)	59 (2)
C(172)	868 (4)	1893 (3)	3621 (2)	66 (2)
C(173)	175 (13)	1582 (6)	4086 (6)	94 (7)
C(176)	116 (6)	1303 (5)	3845 (3)	68 (3)
C(174)	690 (5)	634 (4)	4265 (3)	101 (2)
C(175)	1841 (4)	484 (3)	4029 (2)	61 (2)
C(182)	1703 (5)	4499 (4)	1061 (3)	78 (2)
C(183)	1086 (14)	4328 (11)	686 (5)	105 (6)
C(184)	349 (9)	3912 (10)	1141 (4)	92 (5)
C(186)	718 (13)	4427 (11)	850 (8)	125 (8)
C(187)	596 (15)	3461 (11)	1017 (4)	123 (6)
C(185)	1058 (5)	3215 (5)	1532 (3)	93 (2)
C(221)	5442 (4)	3042 (3)	3326 (2)	53 (1)
C(241)	1542 (4)	3864 (3)	3951 (2)	63 (2)
C(261)	3829 (4)	907 (3)	4816 (2)	51 (1)
C(321)	7711 (4)	1216 (3)	2716 (2)	46 (1)
C(341)	8882 (4)	-1621 (4)	2149 (2)	66 (2)
C(361)	7192 (4)	-1700 (3)	3956 (2)	58 (2)
C(521)	1671 (4)	-3 (3)	2397 (2)	46 (1)
C(522)	848 (4)	871 (3)	2438 (2)	63 (2)
C(523)	1272 (4)	-409 (4)	2035 (2)	62 (2)
C(541)	240 (4)	-1927 (3)	4035 (2)	51 (1)
C(542)	171 (5)	-1976 (5)	4597 (2)	88 (2)
C(543)	287 (4)	-2833 (4)	3954 (3)	81 (2)
C(561)	4178 (3)	-1897 (3)	3781 (2)	34 (1)
C(562)	4176 (4)	-1632 (4)	4268 (2)	57 (2)
C(563)	4515 (4)	-2898 (3)	3873 (2)	54 (1)
C(721)	4248 (4)	4103 (3)	185 (2)	60 (2)
C(741)	2961 (5)	1261 (4)	1023 (2)	73 (2)
C(761)	6054 (4)	1840 (3)	1681 (2)	64 (2)
C(821)	5525 (4)	6494 (3)	1057 (2)	62 (2)
C(841)	6511 (4)	6495 (4)	2764 (2)	66 (2)
C(861)	7344 (4)	3597 (3)	2243 (2)	52 (1)
C(201)	1775 (7)	4564 (6)	5195 (3)	151 (4)
C(202)	2636 (6)	4913 (5)	4799 (3)	121 (3)
C(203)	3723 (5)	4263 (4)	4821 (3)	92 (2)
C(204)	4602 (5)	4598 (4)	4434 (2)	85 (2)
C(205)	5687 (5)	3957 (4)	4454 (2)	82 (2)
C(206)	6552 (6)	4311 (4)	4067 (3)	103 (3)
C(207)	7627 (6)	3654 (5)	4094 (3)	129 (3)

Tabelle A.56. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **18b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Ca (1)	25 (1)	32 (1)	64 (1)	-17 (1)	-4 (1)	-3 (1)
Ca (2)	33 (1)	33 (1)	64 (1)	-17 (1)	-4 (1)	-11 (1)
F (1)	36 (2)	74 (2)	75 (2)	-6 (2)	-10 (2)	-24 (2)
F (2)	30 (2)	66 (2)	100 (3)	17 (2)	-14 (2)	-12 (2)
N (1)	24 (2)	31 (2)	47 (2)	-23 (2)	-7 (2)	-2 (2)

N (2)	31 (2)	29 (2)	41 (2)	-11 (2)	-3 (2)	-7 (2)
N (3)	20 (2)	30 (2)	44 (2)	-16 (2)	-8 (2)	-4 (2)
N (4)	28 (2)	31 (2)	53 (3)	-27 (2)	7 (2)	-4 (2)
N (5)	25 (2)	35 (2)	54 (3)	-22 (2)	3 (2)	-4 (2)
N (6)	27 (2)	29 (2)	51 (3)	-20 (2)	-1 (2)	-4 (2)
O (1)	33 (2)	38 (2)	77 (3)	-18 (2)	8 (2)	-9 (2)
O (2)	48 (2)	46 (2)	84 (3)	-26 (2)	-17 (2)	-15 (2)
C (11)	29 (2)	22 (2)	38 (3)	-7 (2)	-4 (2)	-7 (2)
C (12)	34 (3)	28 (2)	30 (3)	-6 (2)	2 (2)	-15 (2)
C (13)	43 (3)	32 (3)	43 (3)	-12 (2)	0 (2)	-12 (2)
C (14)	40 (3)	44 (3)	38 (3)	-13 (2)	-6 (2)	-19 (2)
C (15)	24 (2)	37 (3)	47 (3)	-9 (2)	-1 (2)	-8 (2)
C (16)	25 (2)	25 (2)	44 (3)	-10 (2)	-2 (2)	-9 (2)
C (21)	38 (3)	30 (3)	32 (3)	-15 (2)	-1 (2)	-11 (2)
C (22)	42 (3)	29 (3)	39 (3)	-12 (2)	-5 (2)	-10 (2)
C (23)	58 (3)	29 (3)	53 (3)	-12 (2)	-9 (3)	-10 (3)
C (24)	35 (3)	39 (3)	62 (4)	-24 (3)	-9 (3)	-1 (2)
C (25)	38 (3)	41 (3)	46 (3)	-20 (3)	2 (2)	-8 (2)
C (26)	36 (3)	31 (3)	42 (3)	-17 (2)	0 (2)	-8 (2)
C (31)	15 (2)	34 (3)	49 (3)	-15 (2)	-10 (2)	-1 (2)
C (32)	25 (2)	34 (3)	50 (3)	-17 (2)	-5 (2)	-2 (2)
C (33)	29 (3)	52 (3)	48 (3)	-21 (3)	0 (2)	-7 (2)
C (34)	29 (3)	48 (3)	66 (4)	-31 (3)	-11 (3)	-1 (2)
C (35)	31 (3)	41 (3)	76 (4)	-28 (3)	-10 (3)	-4 (2)
C (36)	24 (2)	40 (3)	65 (4)	-20 (3)	-5 (2)	-8 (2)
C (41)	24 (2)	25 (2)	43 (3)	-16 (2)	-5 (2)	0 (2)
C (42)	28 (2)	31 (3)	44 (3)	-16 (2)	-5 (2)	-2 (2)
C (43)	45 (3)	38 (3)	41 (3)	-19 (2)	3 (2)	-14 (2)
C (44)	54 (3)	36 (3)	50 (3)	-22 (2)	3 (3)	-4 (3)
C (45)	39 (3)	36 (3)	44 (3)	-14 (2)	8 (2)	-3 (2)
C (46)	28 (3)	32 (3)	48 (3)	-11 (2)	-4 (2)	-5 (2)
C (51)	29 (2)	29 (3)	43 (3)	-20 (2)	1 (2)	-14 (2)
C (52)	36 (3)	29 (3)	41 (3)	-13 (2)	-8 (2)	-11 (2)
C (53)	27 (3)	39 (3)	63 (4)	-22 (3)	-5 (2)	-9 (2)
C (54)	27 (3)	36 (3)	53 (3)	-17 (3)	3 (2)	-9 (2)
C (55)	43 (3)	34 (3)	37 (3)	-9 (2)	1 (2)	-13 (2)
C (56)	31 (3)	30 (3)	44 (3)	-17 (2)	0 (2)	-10 (2)
C (61)	29 (3)	33 (3)	43 (3)	-17 (2)	2 (2)	1 (2)
C (62)	39 (3)	34 (3)	38 (3)	-17 (2)	2 (2)	-5 (2)
C (63)	44 (3)	49 (3)	53 (3)	-30 (3)	7 (3)	-3 (3)
C (64)	33 (3)	58 (3)	57 (4)	-24 (3)	14 (3)	-4 (3)
C (65)	34 (3)	46 (3)	60 (4)	-19 (3)	4 (3)	-9 (2)
C (66)	31 (3)	29 (3)	47 (3)	-15 (2)	2 (2)	0 (2)
C (71)	36 (3)	36 (3)	46 (3)	-24 (2)	5 (2)	-5 (2)
C (72)	41 (3)	41 (3)	43 (3)	-19 (2)	1 (2)	-4 (2)
C (73)	46 (3)	52 (3)	50 (3)	-23 (3)	-5 (3)	-7 (3)
C (74)	45 (3)	42 (3)	63 (4)	-25 (3)	-2 (3)	-10 (3)
C (75)	58 (3)	33 (3)	54 (4)	-13 (3)	-3 (3)	-6 (3)
C (76)	48 (3)	28 (3)	46 (3)	-16 (2)	-3 (2)	-3 (2)
C (81)	30 (2)	34 (3)	43 (3)	-14 (2)	-1 (2)	-7 (2)
C (82)	34 (3)	33 (3)	57 (3)	-14 (3)	-6 (2)	-6 (2)
C (83)	44 (3)	33 (3)	69 (4)	-19 (3)	-1 (3)	-9 (2)
C (84)	31 (3)	49 (3)	76 (4)	-37 (3)	7 (3)	-12 (2)
C (85)	26 (2)	53 (3)	56 (3)	-20 (3)	-4 (2)	-11 (2)
C (86)	27 (2)	37 (3)	53 (3)	-15 (3)	5 (2)	-11 (2)
C (91)	29 (2)	29 (2)	36 (3)	-16 (2)	5 (2)	-11 (2)
C (92)	28 (2)	31 (3)	42 (3)	-20 (2)	7 (2)	-6 (2)
C (93)	28 (3)	50 (3)	61 (3)	-31 (3)	-3 (2)	1 (2)
C (94)	45 (3)	57 (3)	56 (3)	-37 (3)	0 (3)	-15 (3)
C (95)	35 (3)	68 (3)	41 (3)	-30 (3)	-1 (2)	-16 (3)
C (96)	27 (2)	44 (3)	48 (3)	-19 (3)	2 (2)	-8 (2)
C (101)	26 (2)	31 (3)	46 (3)	-24 (2)	-2 (2)	1 (2)
C (102)	30 (3)	33 (3)	46 (3)	-22 (2)	0 (2)	-5 (2)

C(103)	44 (3)	35 (3)	48 (3)	-16 (2)	-8 (3)	-3 (2)
C(104)	32 (3)	35 (3)	68 (4)	-25 (3)	-10 (3)	-3 (2)
C(105)	24 (2)	37 (3)	52 (3)	-12 (3)	-4 (2)	-4 (2)
C(106)	25 (2)	34 (3)	51 (3)	-21 (2)	2 (2)	0 (2)
C(121)	43 (3)	49 (3)	54 (3)	-20 (3)	-2 (3)	-18 (2)
C(122)	52 (3)	99 (5)	64 (4)	-40 (4)	15 (3)	-34 (3)
C(123)	130 (6)	74 (5)	122 (6)	-55 (4)	48 (5)	-63 (5)
C(141)	42 (3)	47 (3)	63 (4)	-19 (3)	-14 (3)	-5 (2)
C(142)	66 (4)	127 (6)	78 (5)	-42 (4)	-28 (4)	-11 (4)
C(143)	57 (4)	61 (4)	133 (6)	-38 (4)	-38 (4)	4 (3)
C(161)	28 (3)	42 (3)	57 (3)	-13 (3)	-3 (2)	-9 (2)
C(162)	46 (3)	45 (3)	80 (4)	-14 (3)	1 (3)	-10 (3)
C(163)	61 (4)	65 (4)	49 (3)	-19 (3)	5 (3)	-10 (3)
C(172)	37 (3)	48 (3)	108 (5)	-24 (3)	1 (3)	-3 (3)
C(174)	107 (6)	90 (5)	94 (5)	-22 (4)	47 (5)	-41 (5)
C(175)	64 (4)	37 (3)	74 (4)	-9 (3)	1 (3)	-12 (3)
C(182)	79 (4)	52 (4)	105 (5)	-33 (4)	-14 (4)	0 (3)
C(185)	95 (5)	108 (6)	116 (6)	-66 (5)	12 (4)	-62 (5)
C(221)	59 (3)	42 (3)	59 (4)	-12 (3)	4 (3)	-22 (3)
C(241)	50 (3)	56 (4)	77 (4)	-23 (3)	-18 (3)	8 (3)
C(261)	42 (3)	44 (3)	65 (4)	-15 (3)	6 (3)	-9 (2)
C(321)	46 (3)	36 (3)	53 (3)	-14 (2)	-4 (3)	-2 (2)
C(341)	46 (3)	71 (4)	94 (5)	-56 (4)	-5 (3)	3 (3)
C(361)	50 (3)	37 (3)	90 (4)	-20 (3)	-2 (3)	-13 (3)
C(521)	29 (3)	48 (3)	64 (4)	-20 (3)	-5 (2)	-6 (2)
C(522)	55 (3)	46 (3)	87 (4)	-15 (3)	-21 (3)	-6 (3)
C(523)	62 (4)	67 (4)	66 (4)	-29 (3)	-19 (3)	-10 (3)
C(541)	37 (3)	48 (3)	71 (4)	-19 (3)	4 (3)	-14 (2)
C(542)	71 (4)	132 (6)	73 (5)	-42 (4)	33 (4)	-53 (4)
C(543)	56 (4)	59 (4)	131 (6)	-32 (4)	22 (4)	-32 (3)
C(561)	32 (3)	33 (3)	38 (3)	-11 (2)	0 (2)	-11 (2)
C(562)	42 (3)	76 (4)	63 (4)	-38 (3)	-9 (3)	-4 (3)
C(563)	46 (3)	46 (3)	69 (4)	-19 (3)	-16 (3)	1 (3)
C(721)	64 (4)	60 (4)	55 (4)	-2 (3)	-17 (3)	-18 (3)
C(741)	75 (4)	55 (4)	104 (5)	-29 (3)	-5 (4)	-33 (3)
C(761)	60 (4)	38 (3)	95 (5)	-18 (3)	-22 (3)	-3 (3)
C(821)	71 (4)	35 (3)	78 (4)	-14 (3)	-12 (3)	-3 (3)
C(841)	47 (3)	73 (4)	97 (5)	-57 (4)	1 (3)	-14 (3)
C(861)	49 (3)	34 (3)	66 (4)	-11 (3)	-3 (3)	-2 (2)
C(201)	141 (8)	172 (9)	171 (9)	-58 (8)	-13 (7)	-76 (8)
C(202)	134 (7)	98 (6)	162 (9)	-48 (6)	-49 (7)	-43 (6)
C(203)	140 (7)	73 (5)	90 (5)	-27 (4)	-29 (5)	-49 (5)
C(204)	148 (7)	48 (4)	69 (5)	-7 (3)	-36 (5)	-35 (5)
C(205)	143 (7)	51 (4)	63 (4)	-19 (3)	-18 (4)	-30 (4)
C(206)	167 (8)	73 (5)	85 (5)	-25 (4)	-3 (5)	-55 (6)
C(207)	145 (8)	93 (6)	156 (8)	-44 (6)	2 (7)	-34 (6)

Tabelle A.57. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **18b**.

Ca(1)-F(1)	2,157 (3)	C(61)-C(66)	1,435 (6)
Ca(1)-F(2)	2,211 (3)	C(62)-C(63)	1,389 (6)
Ca(1)-O(1)	2,369 (3)	C(62)-C(71)	1,527 (6)
Ca(1)-N(1)	2,431 (3)	C(63)-C(64)	1,395 (6)
Ca(1)-N(3)	2,528 (3)	C(64)-C(65)	1,388 (6)
Ca(1)-N(2)	2,931 (4)	C(65)-C(66)	1,382 (6)
Ca(1)-C(22)	3,199 (4)	C(66)-C(81)	1,511 (6)
Ca(1)-Ca(2)	3,4877 (16)	C(71)-C(76)	1,392 (6)
Ca(2)-F(1)	2,173 (3)	C(71)-C(72)	1,394 (6)
Ca(2)-F(2)	2,194 (3)	C(72)-C(73)	1,396 (6)
Ca(2)-O(2)	2,354 (3)	C(72)-C(721)	1,501 (6)
Ca(2)-N(4)	2,427 (3)	C(73)-C(74)	1,382 (7)
Ca(2)-N(6)	2,511 (3)	C(74)-C(75)	1,362 (6)

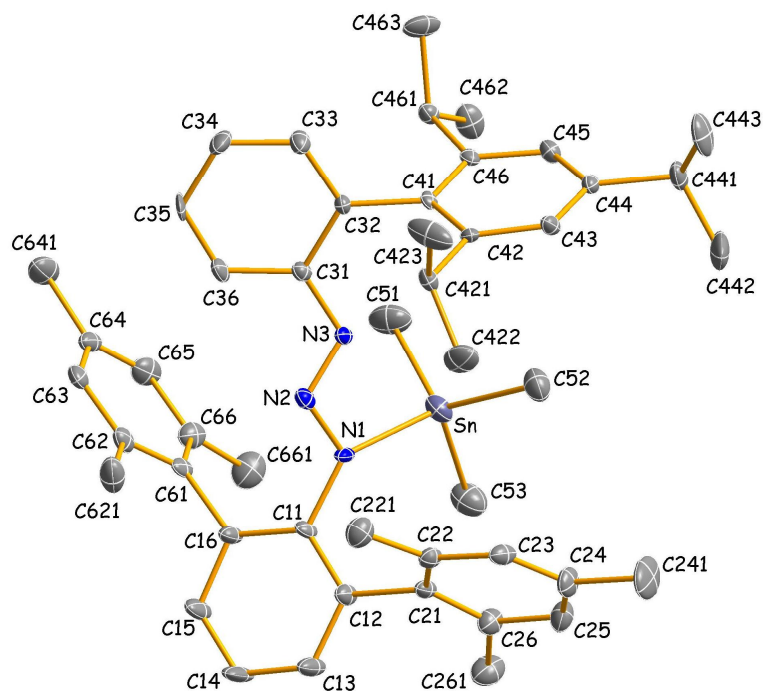
Ca (2) -N (5)	2, 917 (4)	C (74) -C (741)	1, 531 (6)
Ca (2) -C (76)	3, 221 (4)	C (75) -C (76)	1, 401 (6)
N (1) -N (2)	1, 327 (4)	C (76) -C (761)	1, 521 (6)
N (1) -C (11)	1, 396 (5)	C (81) -C (86)	1, 380 (6)
N (2) -N (3)	1, 309 (4)	C (81) -C (82)	1, 412 (6)
N (3) -C (41)	1, 425 (5)	C (82) -C (83)	1, 403 (6)
N (4) -N (5)	1, 316 (4)	C (82) -C (821)	1, 487 (6)
N (4) -C (61)	1, 395 (5)	C (83) -C (84)	1, 360 (7)
N (5) -N (6)	1, 308 (4)	C (84) -C (85)	1, 409 (6)
N (6) -C (91)	1, 433 (5)	C (84) -C (841)	1, 530 (6)
O (1) -C (175)	1, 433 (5)	C (85) -C (86)	1, 425 (6)
O (1) -C (172)	1, 446 (5)	C (86) -C (861)	1, 544 (6)
O (2) -C (182)	1, 449 (6)	C (91) -C (96)	1, 396 (6)
O (2) -C (185)	1, 460 (6)	C (91) -C (92)	1, 404 (6)
C (11) -C (16)	1, 420 (5)	C (92) -C (93)	1, 406 (6)
C (11) -C (12)	1, 429 (6)	C (92) -C (101)	1, 497 (6)
C (12) -C (13)	1, 376 (6)	C (93) -C (94)	1, 386 (6)
C (12) -C (21)	1, 504 (6)	C (94) -C (95)	1, 390 (6)
C (13) -C (14)	1, 386 (6)	C (95) -C (96)	1, 387 (6)
C (14) -C (15)	1, 399 (6)	C (101) -C (102)	1, 406 (6)
C (15) -C (16)	1, 386 (6)	C (101) -C (106)	1, 419 (6)
C (16) -C (31)	1, 519 (6)	C (102) -C (103)	1, 391 (6)
C (21) -C (22)	1, 391 (6)	C (102) -C (121)	1, 524 (6)
C (21) -C (26)	1, 395 (6)	C (103) -C (104)	1, 388 (6)
C (22) -C (23)	1, 405 (6)	C (104) -C (105)	1, 371 (6)
C (22) -C (221)	1, 515 (6)	C (104) -C (141)	1, 528 (6)
C (23) -C (24)	1, 383 (6)	C (105) -C (106)	1, 396 (6)
C (24) -C (25)	1, 372 (6)	C (106) -C (161)	1, 511 (6)
C (24) -C (241)	1, 520 (6)	C (121) -C (123)	1, 511 (7)
C (25) -C (26)	1, 402 (6)	C (121) -C (122)	1, 526 (6)
C (26) -C (261)	1, 505 (6)	C (141) -C (143)	1, 524 (7)
C (31) -C (32)	1, 376 (6)	C (141) -C (142)	1, 533 (7)
C (31) -C (36)	1, 415 (6)	C (161) -C (163)	1, 530 (6)
C (32) -C (33)	1, 417 (6)	C (161) -C (162)	1, 546 (6)
C (32) -C (321)	1, 512 (6)	C (172) -C (173)	1, 472 (7)
C (33) -C (34)	1, 403 (6)	C (172) -C (176)	1, 475 (6)
C (34) -C (35)	1, 355 (7)	C (173) -C (174)	1, 470 (7)
C (34) -C (341)	1, 532 (6)	C (176) -C (174)	1, 476 (6)
C (35) -C (36)	1, 413 (6)	C (174) -C (175)	1, 516 (7)
C (36) -C (361)	1, 490 (6)	C (182) -C (183)	1, 521 (7)
C (41) -C (46)	1, 389 (6)	C (182) -C (186)	1, 527 (7)
C (41) -C (42)	1, 419 (5)	C (183) -C (184)	1, 539 (13)
C (42) -C (43)	1, 396 (6)	C (184) -C (185)	1, 528 (7)
C (42) -C (51)	1, 502 (6)	C (186) -C (187)	1, 530 (13)
C (43) -C (44)	1, 380 (6)	C (187) -C (185)	1, 524 (7)
C (44) -C (45)	1, 399 (6)	C (521) -C (523)	1, 545 (6)
C (45) -C (46)	1, 355 (6)	C (521) -C (522)	1, 555 (6)
C (51) -C (56)	1, 387 (6)	C (541) -C (542)	1, 505 (7)
C (51) -C (52)	1, 417 (6)	C (541) -C (543)	1, 522 (7)
C (52) -C (53)	1, 410 (6)	C (561) -C (562)	1, 513 (6)
C (52) -C (521)	1, 502 (6)	C (561) -C (563)	1, 514 (6)
C (53) -C (54)	1, 390 (6)	C (201) -C (202)	1, 520 (4)
C (54) -C (55)	1, 381 (6)	C (202) -C (203)	1, 522 (4)
C (54) -C (541)	1, 519 (6)	C (203) -C (204)	1, 517 (4)
C (55) -C (56)	1, 390 (6)	C (204) -C (205)	1, 515 (4)
C (56) -C (561)	1, 553 (6)	C (205) -C (206)	1, 516 (4)
C (61) -C (62)	1, 410 (6)	C (206) -C (207)	1, 516 (4)
F (1) -Ca (1) -F (2)	73, 97 (10)	C (43) -C (42) -C (51)	118, 0 (4)
F (1) -Ca (1) -O (1)	157, 94 (12)	C (41) -C (42) -C (51)	124, 5 (4)
F (2) -Ca (1) -O (1)	84, 66 (11)	C (44) -C (43) -C (42)	122, 4 (4)
F (1) -Ca (1) -N (1)	91, 38 (11)	C (43) -C (44) -C (45)	118, 8 (4)
F (2) -Ca (1) -N (1)	160, 91 (12)	C (46) -C (45) -C (44)	119, 8 (4)

O (1) -Ca (1) -N (1)	110, 66 (12)	C (45) -C (46) -C (41)	122, 1 (4)
F (1) -Ca (1) -N (3)	98, 34 (12)	C (56) -C (51) -C (52)	119, 1 (4)
F (2) -Ca (1) -N (3)	117, 14 (12)	C (56) -C (51) -C (42)	120, 7 (4)
O (1) -Ca (1) -N (3)	96, 21 (11)	C (52) -C (51) -C (42)	119, 5 (4)
N (1) -Ca (1) -N (3)	51, 86 (11)	C (53) -C (52) -C (51)	118, 6 (4)
F (1) -Ca (1) -N (2)	89, 60 (11)	C (53) -C (52) -C (521)	119, 9 (4)
F (2) -Ca (1) -N (2)	138, 17 (12)	C (51) -C (52) -C (521)	121, 5 (4)
O (1) -Ca (1) -N (2)	110, 43 (11)	C (54) -C (53) -C (52)	122, 2 (4)
N (1) -Ca (1) -N (2)	26, 62 (10)	C (55) -C (54) -C (53)	117, 0 (4)
N (3) -Ca (1) -N (2)	26, 46 (9)	C (55) -C (54) -C (541)	123, 1 (4)
F (1) -Ca (1) -C (22)	74, 52 (11)	C (53) -C (54) -C (541)	119, 8 (4)
F (2) -Ca (1) -C (22)	114, 64 (12)	C (54) -C (55) -C (56)	122, 9 (4)
O (1) -Ca (1) -C (22)	110, 75 (12)	C (51) -C (56) -C (55)	119, 8 (4)
N (1) -Ca (1) -C (22)	71, 57 (11)	C (51) -C (56) -C (561)	123, 1 (4)
N (3) -Ca (1) -C (22)	123, 02 (11)	C (55) -C (56) -C (561)	117, 1 (4)
N (2) -Ca (1) -C (22)	96, 64 (11)	N (4) -C (61) -C (62)	114, 0 (4)
F (1) -Ca (1) -Ca (2)	36, 49 (7)	N (4) -C (61) -C (66)	127, 9 (4)
F (2) -Ca (1) -Ca (2)	37, 48 (7)	C (62) -C (61) -C (66)	118, 1 (4)
O (1) -Ca (1) -Ca (2)	121, 94 (9)	C (63) -C (62) -C (61)	121, 6 (4)
N (1) -Ca (1) -Ca (2)	126, 89 (9)	C (63) -C (62) -C (71)	118, 8 (4)
N (3) -Ca (1) -Ca (2)	112, 05 (9)	C (61) -C (62) -C (71)	119, 3 (4)
N (2) -Ca (1) -Ca (2)	117, 23 (8)	C (62) -C (63) -C (64)	120, 0 (4)
C (22) -Ca (1) -Ca (2)	95, 04 (8)	C (65) -C (64) -C (63)	118, 5 (4)
F (1) -Ca (2) -F (2)	73, 99 (10)	C (66) -C (65) -C (64)	123, 4 (4)
F (1) -Ca (2) -O (2)	157, 17 (11)	C (65) -C (66) -C (61)	118, 2 (4)
F (2) -Ca (2) -O (2)	86, 47 (12)	C (65) -C (66) -C (81)	117, 7 (4)
F (1) -Ca (2) -N (4)	93, 99 (11)	C (61) -C (66) -C (81)	123, 8 (4)
F (2) -Ca (2) -N (4)	163, 17 (13)	C (76) -C (71) -C (72)	120, 9 (4)
O (2) -Ca (2) -N (4)	107, 40 (13)	C (76) -C (71) -C (62)	119, 1 (4)
F (1) -Ca (2) -N (6)	103, 44 (12)	C (72) -C (71) -C (62)	119, 9 (4)
F (2) -Ca (2) -N (6)	118, 26 (13)	C (71) -C (72) -C (73)	118, 2 (4)
O (2) -Ca (2) -N (6)	96, 10 (12)	C (71) -C (72) -C (721)	120, 6 (4)
N (4) -Ca (2) -N (6)	52, 19 (11)	C (73) -C (72) -C (721)	121, 1 (5)
F (1) -Ca (2) -N (5)	94, 71 (10)	C (74) -C (73) -C (72)	121, 8 (5)
F (2) -Ca (2) -N (5)	140, 48 (12)	C (75) -C (74) -C (73)	118, 6 (5)
O (2) -Ca (2) -N (5)	107, 96 (11)	C (75) -C (74) -C (741)	120, 4 (5)
N (4) -Ca (2) -N (5)	26, 54 (10)	C (73) -C (74) -C (741)	121, 0 (5)
N (6) -Ca (2) -N (5)	26, 55 (9)	C (74) -C (75) -C (76)	122, 2 (5)
F (1) -Ca (2) -C (76)	77, 89 (12)	C (71) -C (76) -C (75)	118, 1 (5)
F (2) -Ca (2) -C (76)	117, 19 (12)	C (71) -C (76) -C (761)	121, 1 (4)
O (2) -Ca (2) -C (76)	101, 55 (12)	C (75) -C (76) -C (761)	120, 7 (4)
N (4) -Ca (2) -C (76)	70, 21 (11)	C (71) -C (76) -Ca (2)	84, 9 (3)
N (6) -Ca (2) -C (76)	122, 40 (12)	C (75) -C (76) -Ca (2)	87, 5 (3)
N (5) -Ca (2) -C (76)	96, 24 (11)	C (761) -C (76) -Ca (2)	99, 3 (3)
F (1) -Ca (2) -Ca (1)	36, 17 (7)	C (86) -C (81) -C (82)	120, 4 (4)
F (2) -Ca (2) -Ca (1)	37, 82 (7)	C (86) -C (81) -C (66)	119, 0 (4)
O (2) -Ca (2) -Ca (1)	123, 40 (9)	C (82) -C (81) -C (66)	120, 4 (4)
N (4) -Ca (2) -Ca (1)	129, 19 (9)	C (83) -C (82) -C (81)	117, 6 (5)
N (6) -Ca (2) -Ca (1)	115, 96 (9)	C (83) -C (82) -C (821)	121, 3 (4)
N (5) -Ca (2) -Ca (1)	121, 68 (8)	C (81) -C (82) -C (821)	121, 1 (4)
C (76) -Ca (2) -Ca (1)	98, 51 (9)	C (84) -C (83) -C (82)	123, 4 (5)
Ca (1) -F (1) -Ca (2)	107, 33 (11)	C (83) -C (84) -C (85)	119, 1 (5)
Ca (2) -F (2) -Ca (1)	104, 70 (11)	C (83) -C (84) -C (841)	121, 5 (5)
N (2) -N (1) -C (11)	116, 1 (3)	C (85) -C (84) -C (841)	119, 4 (5)
N (2) -N (1) -Ca (1)	98, 2 (2)	C (84) -C (85) -C (86)	118, 9 (5)
C (11) -N (1) -Ca (1)	141, 1 (3)	C (81) -C (86) -C (85)	120, 5 (4)
N (3) -N (2) -N (1)	110, 8 (3)	C (81) -C (86) -C (861)	121, 9 (4)
N (3) -N (2) -Ca (1)	59, 35 (19)	C (85) -C (86) -C (861)	117, 6 (4)
N (1) -N (2) -Ca (1)	55, 21 (19)	C (96) -C (91) -C (92)	120, 8 (4)
N (2) -N (3) -C (41)	110, 6 (3)	C (96) -C (91) -N (6)	119, 7 (4)
N (2) -N (3) -Ca (1)	94, 2 (2)	C (92) -C (91) -N (6)	119, 5 (4)
C (41) -N (3) -Ca (1)	141, 5 (3)	C (91) -C (92) -C (93)	117, 1 (4)
N (5) -N (4) -C (61)	115, 3 (3)	C (91) -C (92) -C (101)	125, 1 (4)

N(5)-N(4)-Ca(2)	98,0(2)	C(93)-C(92)-C(101)	117,7(4)
C(61)-N(4)-Ca(2)	143,1(3)	C(94)-C(93)-C(92)	121,9(4)
N(6)-N(5)-N(4)	111,9(3)	C(93)-C(94)-C(95)	120,2(4)
N(6)-N(5)-Ca(2)	59,14(19)	C(96)-C(95)-C(94)	119,1(4)
N(4)-N(5)-Ca(2)	55,5(2)	C(95)-C(96)-C(91)	120,8(4)
N(5)-N(6)-C(91)	111,3(3)	C(102)-C(101)-C(106)	119,4(4)
N(5)-N(6)-Ca(2)	94,3(2)	C(102)-C(101)-C(92)	119,5(4)
C(91)-N(6)-Ca(2)	143,7(3)	C(106)-C(101)-C(92)	120,9(4)
C(175)-O(1)-C(172)	109,0(4)	C(103)-C(102)-C(101)	118,7(4)
C(175)-O(1)-Ca(1)	127,6(3)	C(103)-C(102)-C(121)	120,0(4)
C(172)-O(1)-Ca(1)	123,4(3)	C(101)-C(102)-C(121)	121,2(4)
C(182)-O(2)-C(185)	109,2(5)	C(104)-C(103)-C(102)	122,5(5)
C(182)-O(2)-Ca(2)	123,6(3)	C(105)-C(104)-C(103)	118,2(4)
C(185)-O(2)-Ca(2)	127,2(4)	C(105)-C(104)-C(141)	120,2(4)
N(1)-C(11)-C(16)	128,2(4)	C(103)-C(104)-C(141)	121,6(5)
N(1)-C(11)-C(12)	113,2(4)	C(104)-C(105)-C(106)	122,2(4)
C(16)-C(11)-C(12)	118,6(4)	C(105)-C(106)-C(101)	118,9(4)
C(13)-C(12)-C(11)	119,5(4)	C(105)-C(106)-C(161)	120,8(4)
C(13)-C(12)-C(21)	121,9(4)	C(101)-C(106)-C(161)	120,3(4)
C(11)-C(12)-C(21)	118,3(4)	C(123)-C(121)-C(102)	111,1(4)
C(12)-C(13)-C(14)	122,6(4)	C(123)-C(121)-C(122)	109,7(5)
C(13)-C(14)-C(15)	117,4(4)	C(102)-C(121)-C(122)	111,8(4)
C(16)-C(15)-C(14)	122,7(4)	C(143)-C(141)-C(104)	110,6(4)
C(15)-C(16)-C(11)	118,9(4)	C(143)-C(141)-C(142)	110,2(5)
C(15)-C(16)-C(31)	116,5(4)	C(104)-C(141)-C(142)	113,8(4)
C(11)-C(16)-C(31)	123,9(4)	C(106)-C(161)-C(163)	112,1(4)
C(22)-C(21)-C(26)	120,2(4)	C(106)-C(161)-C(162)	111,6(4)
C(22)-C(21)-C(12)	119,1(4)	C(163)-C(161)-C(162)	110,1(4)
C(26)-C(21)-C(12)	120,7(4)	O(1)-C(172)-C(173)	108,7(6)
C(21)-C(22)-C(23)	118,9(4)	O(1)-C(172)-C(176)	105,0(5)
C(21)-C(22)-C(221)	121,4(4)	C(173)-C(172)-C(176)	36,4(8)
C(23)-C(22)-C(221)	119,7(4)	C(174)-C(173)-C(172)	102,9(6)
C(21)-C(22)-Ca(1)	79,7(2)	C(172)-C(176)-C(174)	102,5(6)
C(23)-C(22)-Ca(1)	84,4(3)	C(173)-C(174)-C(176)	36,4(8)
C(221)-C(22)-Ca(1)	105,2(3)	C(173)-C(174)-C(175)	108,9(6)
C(24)-C(23)-C(22)	121,7(4)	C(176)-C(174)-C(175)	102,6(5)
C(25)-C(24)-C(23)	118,2(4)	O(1)-C(175)-C(174)	105,0(4)
C(25)-C(24)-C(241)	121,9(5)	O(2)-C(182)-C(183)	107,5(7)
C(23)-C(24)-C(241)	119,8(5)	O(2)-C(182)-C(186)	102,9(8)
C(24)-C(25)-C(26)	122,1(4)	C(183)-C(182)-C(186)	23,6(11)
C(21)-C(26)-C(25)	118,8(4)	C(182)-C(183)-C(184)	89,4(9)
C(21)-C(26)-C(261)	120,9(4)	C(185)-C(184)-C(183)	108,0(10)
C(25)-C(26)-C(261)	120,2(4)	C(182)-C(186)-C(187)	110,1(10)
C(32)-C(31)-C(36)	120,7(4)	C(185)-C(187)-C(186)	96,3(10)
C(32)-C(31)-C(16)	118,8(4)	O(2)-C(185)-C(187)	108,8(8)
C(36)-C(31)-C(16)	120,4(4)	O(2)-C(185)-C(184)	97,7(7)
C(31)-C(32)-C(33)	119,8(4)	C(187)-C(185)-C(184)	32,6(8)
C(31)-C(32)-C(321)	121,7(4)	C(52)-C(521)-C(523)	112,4(4)
C(33)-C(32)-C(321)	118,5(4)	C(52)-C(521)-C(522)	112,8(4)
C(34)-C(33)-C(32)	120,0(5)	C(523)-C(521)-C(522)	108,3(4)
C(35)-C(34)-C(33)	119,0(4)	C(542)-C(541)-C(54)	113,3(4)
C(35)-C(34)-C(341)	122,4(5)	C(542)-C(541)-C(543)	111,3(5)
C(33)-C(34)-C(341)	118,6(5)	C(54)-C(541)-C(543)	110,3(4)
C(34)-C(35)-C(36)	123,0(5)	C(562)-C(561)-C(563)	110,6(4)
C(35)-C(36)-C(31)	117,4(5)	C(562)-C(561)-C(56)	111,6(4)
C(35)-C(36)-C(361)	120,9(4)	C(563)-C(561)-C(56)	110,8(3)
C(31)-C(36)-C(361)	121,7(4)	C(201)-C(202)-C(203)	113,7(7)
C(46)-C(41)-C(42)	119,1(4)	C(204)-C(203)-C(202)	114,9(6)
C(46)-C(41)-N(3)	121,9(4)	C(205)-C(204)-C(203)	115,2(5)
C(42)-C(41)-N(3)	118,9(4)	C(204)-C(205)-C(206)	114,1(6)
C(43)-C(42)-C(41)	117,4(4)	C(207)-C(206)-C(205)	112,9(6)

Verbindung 19b

Vollständiges
Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 79 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans.

Tabelle A.58. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **19b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Sn	2414 (1)	12052 (1)	3094 (1)	38 (1)
N (1)	4328 (5)	12649 (3)	3234 (2)	22 (1)
N (2)	4264 (5)	13574 (4)	2837 (2)	24 (1)
N (3)	3264 (5)	13709 (3)	2404 (2)	20 (1)
C (11)	5401 (6)	12417 (4)	3754 (2)	26 (1)
C (12)	6529 (7)	11305 (4)	3871 (2)	30 (1)
C (13)	7507 (8)	11063 (5)	4379 (3)	48 (2)
C (14)	7365 (8)	11914 (5)	4769 (3)	57 (2)
C (15)	6279 (7)	13017 (5)	4643 (3)	48 (2)
C (16)	5246 (7)	13307 (4)	4138 (2)	32 (1)
C (21)	6797 (6)	10353 (4)	3431 (2)	26 (1)
C (22)	7521 (6)	10467 (4)	2847 (2)	27 (1)
C (23)	7816 (7)	9584 (5)	2449 (2)	33 (1)
C (24)	7447 (8)	8609 (5)	2614 (3)	40 (2)
C (25)	6801 (7)	8479 (5)	3205 (3)	42 (2)
C (26)	6501 (7)	9341 (5)	3625 (2)	35 (1)
C (31)	2973 (6)	14755 (4)	2011 (2)	21 (1)
C (32)	2321 (6)	14850 (4)	1412 (2)	20 (1)
C (33)	2028 (7)	15893 (5)	1038 (2)	31 (1)
C (34)	2295 (8)	16832 (5)	1239 (3)	42 (2)
C (35)	2879 (7)	16742 (5)	1832 (2)	38 (2)
C (36)	3221 (7)	15730 (5)	2208 (2)	31 (1)
C (41)	2024 (6)	13862 (4)	1160 (2)	17 (1)
C (42)	3315 (6)	12958 (4)	914 (2)	21 (1)

C(43)	2994 (6)	12090 (4)	631 (2)	24 (1)
C(44)	1485 (6)	12079 (4)	595 (2)	22 (1)
C(45)	242 (6)	12957 (4)	842 (2)	25 (1)
C(46)	473 (6)	13862 (4)	1112 (2)	20 (1)
C(51)	328 (8)	13566 (6)	3097 (3)	66 (2)
C(52)	2878 (8)	11001 (6)	2337 (3)	51 (2)
C(53)	2302 (9)	10992 (6)	3935 (3)	65 (2)
C(61)	4101 (7)	14548 (5)	4032 (2)	29 (1)
C(62)	4667 (7)	15419 (5)	3771 (2)	32 (1)
C(63)	3589 (7)	16572 (5)	3680 (2)	35 (1)
C(64)	2020 (8)	16869 (5)	3829 (3)	38 (2)
C(65)	1494 (7)	16008 (5)	4109 (3)	44 (2)
C(66)	2520 (7)	14843 (5)	4228 (2)	37 (2)
C(221)	8054 (7)	11474 (5)	2658 (3)	45 (2)
C(241)	7762 (10)	7653 (6)	2172 (3)	77 (3)
C(261)	6016 (8)	9037 (5)	4292 (3)	54 (2)
C(421)	5012 (6)	12939 (4)	917 (2)	25 (1)
C(422)	6178 (7)	11795 (6)	1195 (3)	57 (2)
C(423)	5564 (8)	13219 (7)	261 (3)	69 (2)
C(441)	1195 (7)	11102 (5)	289 (3)	38 (2)
C(442)	1926 (12)	9937 (6)	643 (4)	100 (3)
C(443)	1725 (9)	11086 (6)	-398 (3)	63 (2)
C(461)	-1004 (6)	14858 (4)	1339 (2)	25 (1)
C(462)	-2222 (7)	14426 (6)	1693 (3)	49 (2)
C(463)	-1799 (8)	15709 (5)	772 (3)	51 (2)
C(621)	6382 (7)	15109 (6)	3562 (3)	54 (2)
C(641)	855 (8)	18114 (5)	3685 (3)	60 (2)
C(661)	1937 (9)	13940 (6)	4571 (3)	58 (2)

Tabelle A.59. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **19b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Sn	37 (1)	51 (1)	30 (1)	-7 (1)	-2 (1)	-19 (1)
N(1)	30 (3)	17 (2)	15 (2)	1 (2)	-9 (2)	-2 (2)
N(2)	23 (3)	27 (3)	21 (2)	-8 (2)	-2 (2)	-7 (2)
N(3)	23 (2)	17 (2)	18 (2)	-5 (2)	-4 (2)	-3 (2)
C(11)	30 (3)	28 (3)	15 (3)	-6 (2)	-8 (2)	-3 (3)
C(12)	36 (3)	25 (3)	21 (3)	-10 (2)	-5 (2)	0 (3)
C(13)	62 (5)	30 (3)	31 (3)	-11 (3)	-24 (3)	12 (3)
C(14)	70 (5)	40 (4)	38 (4)	-10 (3)	-38 (4)	15 (4)
C(15)	58 (4)	38 (4)	34 (3)	-17 (3)	-26 (3)	5 (3)
C(16)	36 (4)	27 (3)	23 (3)	-7 (2)	-12 (3)	3 (3)
C(21)	29 (3)	21 (3)	21 (3)	-7 (2)	-7 (2)	3 (3)
C(22)	27 (3)	22 (3)	25 (3)	-4 (2)	-1 (2)	-1 (3)
C(23)	38 (4)	29 (3)	20 (3)	-7 (2)	-3 (3)	4 (3)
C(24)	58 (4)	29 (3)	32 (3)	-17 (3)	4 (3)	-12 (3)
C(25)	55 (4)	31 (3)	44 (4)	-8 (3)	5 (3)	-20 (3)
C(26)	44 (4)	32 (3)	24 (3)	-7 (3)	6 (3)	-9 (3)
C(31)	21 (3)	23 (3)	18 (3)	-6 (2)	-1 (2)	-5 (2)
C(32)	24 (3)	18 (3)	20 (3)	-4 (2)	-3 (2)	-9 (2)
C(33)	47 (4)	29 (3)	22 (3)	-2 (2)	-5 (3)	-18 (3)
C(34)	72 (5)	18 (3)	33 (3)	4 (2)	-12 (3)	-14 (3)
C(35)	62 (4)	27 (3)	38 (3)	-13 (3)	-13 (3)	-27 (3)
C(36)	38 (4)	30 (3)	28 (3)	-14 (3)	-9 (3)	-10 (3)
C(41)	25 (3)	21 (3)	9 (2)	-3 (2)	-1 (2)	-11 (2)
C(42)	23 (3)	15 (3)	22 (3)	4 (2)	-10 (2)	-5 (2)
C(43)	21 (3)	22 (3)	25 (3)	-9 (2)	-5 (2)	-1 (2)
C(44)	30 (3)	19 (3)	19 (3)	-3 (2)	-4 (2)	-9 (3)
C(45)	25 (3)	32 (3)	23 (3)	-5 (2)	-1 (2)	-14 (3)

C(46)	25(3)	23(3)	14(2)	1(2)	-5(2)	-9(2)
C(51)	39(4)	78(5)	70(5)	11(4)	-5(4)	-13(4)
C(52)	63(5)	57(5)	44(4)	-8(3)	-2(4)	-35(4)
C(53)	69(5)	83(6)	50(4)	-1(4)	-7(4)	-34(5)
C(61)	35(4)	26(3)	18(3)	-13(2)	-10(2)	1(3)
C(62)	32(3)	33(3)	29(3)	-17(3)	-3(3)	-7(3)
C(63)	49(4)	34(4)	27(3)	-7(3)	-12(3)	-18(3)
C(64)	47(4)	25(3)	31(3)	-12(3)	-17(3)	3(3)
C(65)	35(4)	45(4)	41(4)	-19(3)	3(3)	3(3)
C(66)	41(4)	37(4)	26(3)	-11(3)	4(3)	-4(3)
C(221)	47(4)	40(4)	45(4)	-10(3)	8(3)	-12(3)
C(241)	128(8)	56(5)	52(4)	-40(4)	7(5)	-30(5)
C(261)	69(5)	48(4)	35(4)	-3(3)	7(3)	-10(4)
C(421)	25(3)	30(3)	25(3)	-10(2)	-1(2)	-12(3)
C(422)	31(4)	54(4)	83(5)	7(4)	-13(4)	-13(3)
C(423)	45(4)	126(7)	47(4)	24(4)	-9(3)	-53(5)
C(441)	40(4)	33(3)	46(4)	-21(3)	-4(3)	-14(3)
C(442)	174(10)	49(5)	104(7)	2(5)	-62(7)	-67(6)
C(443)	73(5)	66(5)	62(5)	-49(4)	11(4)	-32(4)
C(461)	22(3)	27(3)	25(3)	-7(2)	-2(2)	-7(3)
C(462)	34(4)	59(4)	57(4)	-26(3)	11(3)	-15(3)
C(463)	44(4)	41(4)	43(4)	-2(3)	-7(3)	17(3)
C(621)	44(4)	47(4)	78(5)	-25(4)	-1(4)	-18(4)
C(641)	50(5)	43(4)	70(5)	-21(4)	-19(4)	9(4)
C(661)	65(5)	58(5)	49(4)	-11(4)	20(4)	-19(4)

Tabelle A.60. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **19b**.

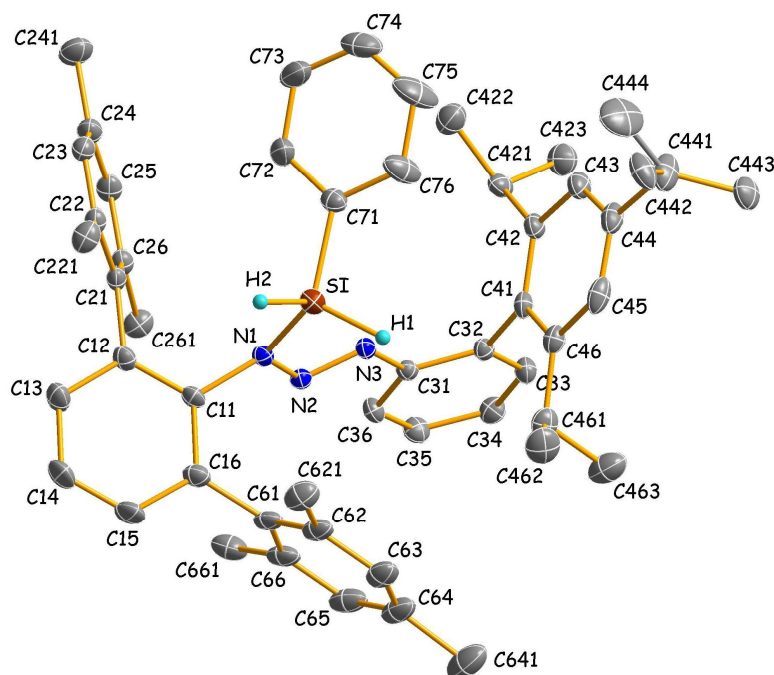
Sn-C(51)	2,118(7)	C(32)-C(41)	1,496(6)
Sn-C(52)	2,124(6)	C(33)-C(34)	1,379(7)
Sn-C(53)	2,145(6)	C(34)-C(35)	1,389(7)
Sn-N(1)	2,145(4)	C(35)-C(36)	1,361(7)
N(1)-N(2)	1,340(5)	C(41)-C(46)	1,404(6)
N(2)-N(3)	1,289(5)	C(41)-C(42)	1,414(7)
N(1)-C(11)	1,457(6)	C(42)-C(43)	1,406(6)
N(3)-C(31)	1,418(6)	C(42)-C(421)	1,519(7)
C(11)-C(12)	1,389(7)	C(43)-C(44)	1,369(7)
C(11)-C(16)	1,407(6)	C(44)-C(45)	1,376(7)
C(12)-C(13)	1,383(7)	C(44)-C(441)	1,537(6)
C(12)-C(21)	1,530(6)	C(45)-C(46)	1,393(6)
C(13)-C(14)	1,380(7)	C(46)-C(461)	1,547(7)
C(14)-C(15)	1,369(7)	C(61)-C(66)	1,389(8)
C(15)-C(16)	1,402(7)	C(61)-C(62)	1,402(8)
C(16)-C(61)	1,507(7)	C(62)-C(63)	1,404(7)
C(21)-C(26)	1,387(7)	C(62)-C(621)	1,505(8)
C(21)-C(22)	1,406(7)	C(63)-C(64)	1,353(8)
C(22)-C(23)	1,400(7)	C(64)-C(65)	1,383(8)
C(22)-C(221)	1,497(7)	C(64)-C(641)	1,527(8)
C(23)-C(24)	1,366(8)	C(65)-C(66)	1,406(8)
C(24)-C(25)	1,392(8)	C(66)-C(661)	1,506(8)
C(24)-C(241)	1,532(7)	C(421)-C(422)	1,509(7)
C(25)-C(26)	1,412(7)	C(421)-C(423)	1,523(8)
C(26)-C(261)	1,532(8)	C(441)-C(442)	1,492(9)
C(31)-C(36)	1,408(6)	C(441)-C(443)	1,535(8)
C(31)-C(32)	1,425(6)	C(461)-C(462)	1,522(8)
C(32)-C(33)	1,393(7)	C(461)-C(463)	1,548(7)
C(51)-Sn-C(52)	119,4(3)	C(31)-C(32)-C(41)	122,8(4)
C(51)-Sn-C(53)	106,1(3)	C(34)-C(33)-C(32)	122,1(5)
C(52)-Sn-C(53)	108,5(3)	C(33)-C(34)-C(35)	119,4(5)
C(51)-Sn-N(1)	104,9(2)	C(36)-C(35)-C(34)	120,5(5)

C (52) -Sn-N (1)	112, 3 (2)	C (35) -C (36) -C (31)	121, 2 (5)
C (53) -Sn-N (1)	104, 6 (2)	C (46) -C (41) -C (42)	118, 9 (4)
N (2) -N (1) -C (11)	115, 2 (4)	C (46) -C (41) -C (32)	121, 4 (4)
N (2) -N (1) -Sn	111, 7 (3)	C (42) -C (41) -C (32)	119, 5 (4)
C (11) -N (1) -Sn	131, 2 (3)	C (43) -C (42) -C (41)	118, 6 (4)
N (3) -N (2) -N (1)	109, 9 (4)	C (43) -C (42) -C (421)	119, 5 (5)
N (2) -N (3) -C (31)	113, 4 (4)	C (41) -C (42) -C (421)	121, 7 (4)
C (12) -C (11) -C (16)	121, 3 (4)	C (44) -C (43) -C (42)	122, 4 (5)
C (12) -C (11) -N (1)	118, 9 (4)	C (43) -C (44) -C (45)	118, 3 (4)
C (16) -C (11) -N (1)	119, 7 (4)	C (43) -C (44) -C (441)	120, 6 (5)
C (13) -C (12) -C (11)	119, 4 (4)	C (45) -C (44) -C (441)	121, 1 (5)
C (13) -C (12) -C (21)	118, 6 (5)	C (44) -C (45) -C (46)	122, 2 (5)
C (11) -C (12) -C (21)	122, 0 (4)	C (45) -C (46) -C (41)	119, 6 (5)
C (14) -C (13) -C (12)	120, 6 (5)	C (45) -C (46) -C (461)	118, 7 (4)
C (15) -C (14) -C (13)	119, 8 (5)	C (41) -C (46) -C (461)	121, 7 (4)
C (14) -C (15) -C (16)	122, 0 (5)	C (66) -C (61) -C (62)	120, 0 (5)
C (15) -C (16) -C (11)	116, 9 (5)	C (66) -C (61) -C (16)	120, 4 (5)
C (15) -C (16) -C (61)	118, 2 (4)	C (62) -C (61) -C (16)	119, 5 (5)
C (11) -C (16) -C (61)	124, 9 (4)	C (61) -C (62) -C (63)	118, 8 (5)
C (26) -C (21) -C (22)	120, 2 (4)	C (61) -C (62) -C (621)	120, 4 (5)
C (26) -C (21) -C (12)	121, 1 (5)	C (63) -C (62) -C (621)	120, 7 (5)
C (22) -C (21) -C (12)	118, 3 (5)	C (64) -C (63) -C (62)	122, 3 (6)
C (23) -C (22) -C (21)	118, 8 (5)	C (63) -C (64) -C (65)	118, 2 (5)
C (23) -C (22) -C (221)	119, 7 (5)	C (63) -C (64) -C (641)	121, 1 (6)
C (21) -C (22) -C (221)	121, 5 (5)	C (65) -C (64) -C (641)	120, 7 (6)
C (24) -C (23) -C (22)	122, 1 (5)	C (64) -C (65) -C (66)	122, 4 (6)
C (23) -C (24) -C (25)	118, 7 (5)	C (61) -C (66) -C (65)	118, 2 (6)
C (23) -C (24) -C (241)	121, 7 (5)	C (61) -C (66) -C (661)	120, 6 (5)
C (25) -C (24) -C (241)	119, 7 (6)	C (65) -C (66) -C (661)	121, 2 (6)
C (24) -C (25) -C (26)	121, 2 (5)	C (422) -C (421) -C (42)	113, 1 (4)
C (21) -C (26) -C (25)	118, 9 (5)	C (422) -C (421) -C (423)	109, 6 (5)
C (21) -C (26) -C (261)	124, 0 (5)	C (42) -C (421) -C (423)	110, 6 (4)
C (25) -C (26) -C (261)	116, 9 (5)	C (442) -C (441) -C (443)	111, 9 (6)
C (36) -C (31) -N (3)	121, 9 (4)	C (442) -C (441) -C (44)	112, 3 (5)
C (36) -C (31) -C (32)	118, 9 (5)	C (443) -C (441) -C (44)	111, 5 (5)
N (3) -C (31) -C (32)	119, 1 (4)	C (462) -C (461) -C (46)	113, 4 (4)
C (33) -C (32) -C (31)	117, 9 (4)	C (462) -C (461) -C (463)	109, 7 (5)
C (33) -C (32) -C (41)	119, 2 (4)	C (46) -C (461) -C (463)	109, 2 (4)

Verbindung 20b

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 79 sowie:

Verfeinerung mit Splitpositionen für C442 (s.o.f. = 0,70) und C444 (s.o.f. = 0,30) sowie
DFIX-Constraints für die Abstände C441–C442 und C441–C444.

Tabelle A.61. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **20b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Si	1633 (1)	691 (1)	2652 (1)	33 (1)
N (1)	1924 (1)	-902 (2)	3040 (1)	26 (1)
N (2)	2563 (1)	-1303 (2)	3111 (1)	25 (1)
N (3)	2828 (1)	-530 (2)	2808 (1)	25 (1)
C (11)	1620 (1)	-1591 (2)	3445 (1)	29 (1)
C (12)	1048 (1)	-2387 (2)	3200 (1)	32 (1)
C (13)	723 (1)	-2951 (3)	3589 (1)	43 (1)
C (14)	982 (1)	-2748 (3)	4214 (1)	53 (1)
C (15)	1571 (1)	-2015 (3)	4454 (1)	49 (1)
C (16)	1897 (1)	-1414 (3)	4079 (1)	37 (1)
C (21)	790 (1)	-2770 (2)	2539 (1)	29 (1)
C (22)	167 (1)	-2291 (2)	2168 (1)	32 (1)
C (23)	-75 (1)	-2747 (2)	1569 (1)	36 (1)
C (24)	276 (1)	-3694 (3)	1329 (1)	39 (1)
C (25)	882 (1)	-4169 (3)	1705 (1)	37 (1)
C (26)	1150 (1)	-3743 (2)	2306 (1)	33 (1)
C (31)	3497 (1)	-936 (2)	2864 (1)	25 (1)
C (32)	3870 (1)	-15 (2)	2626 (1)	27 (1)
C (33)	4527 (1)	-387 (2)	2679 (1)	33 (1)
C (34)	4803 (1)	-1632 (3)	2945 (1)	37 (1)
C (35)	4425 (1)	-2535 (3)	3170 (1)	37 (1)
C (36)	3776 (1)	-2193 (2)	3129 (1)	32 (1)
C (41)	3602 (1)	1334 (2)	2315 (1)	29 (1)
C (42)	3391 (1)	1380 (2)	1672 (1)	34 (1)
C (43)	3220 (1)	2655 (3)	1376 (1)	41 (1)
C (44)	3234 (1)	3883 (3)	1685 (1)	45 (1)

C(45)	3423 (1)	3817 (2)	2319 (1)	45 (1)
C(46)	3601 (1)	2561 (2)	2644 (1)	35 (1)
C(61)	2549 (1)	-677 (3)	4363 (1)	38 (1)
C(62)	2564 (1)	758 (3)	4474 (1)	42 (1)
C(63)	3176 (1)	1390 (3)	4759 (1)	50 (1)
C(64)	3763 (1)	642 (4)	4942 (1)	55 (1)
C(65)	3733 (1)	-780 (4)	4832 (1)	55 (1)
C(66)	3136 (1)	-1461 (3)	4545 (1)	46 (1)
C(71)	1434 (1)	756 (3)	1811 (1)	36 (1)
C(72)	1093 (1)	-289 (4)	1427 (1)	61 (1)
C(73)	863 (2)	-124 (5)	798 (1)	74 (1)
C(74)	978 (2)	1105 (4)	546 (1)	72 (1)
C(75)	1335 (2)	2146 (4)	913 (2)	81 (1)
C(76)	1564 (2)	1968 (3)	1536 (1)	62 (1)
C(221)	-241 (1)	-1290 (3)	2409 (1)	43 (1)
C(241)	4 (2)	-4193 (3)	680 (1)	58 (1)
C(261)	1796 (1)	-4378 (3)	2704 (1)	43 (1)
C(421)	3365 (1)	65 (3)	1293 (1)	37 (1)
C(422)	2674 (1)	-167 (3)	838 (1)	56 (1)
C(423)	3887 (1)	113 (3)	963 (1)	52 (1)
C(441)	3095 (1)	5259 (3)	1340 (2)	62 (1)
C(442)	2541 (2)	6106 (4)	1453 (2)	54 (1)
C(444)	2352 (3)	5429 (12)	1005 (6)	90 (4)
C(443)	3709 (1)	6092 (3)	1424 (1)	51 (1)
C(461)	3836 (1)	2552 (3)	3335 (1)	42 (1)
C(462)	3493 (2)	3648 (3)	3615 (2)	61 (1)
C(463)	4593 (1)	2744 (4)	3578 (2)	69 (1)
C(621)	1936 (1)	1634 (3)	4312 (1)	54 (1)
C(641)	4422 (2)	1334 (4)	5278 (2)	81 (1)
C(661)	3126 (1)	-3021 (3)	4437 (1)	54 (1)

Tabelle A.62. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **20b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$.

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Si	37 (1)	30 (1)	34 (1)	1 (1)	14 (1)	4 (1)
N(1)	25 (1)	32 (1)	24 (1)	1 (1)	10 (1)	0 (1)
N(2)	27 (1)	26 (1)	23 (1)	-2 (1)	8 (1)	-1 (1)
N(3)	28 (1)	23 (1)	26 (1)	0 (1)	10 (1)	-3 (1)
C(11)	33 (1)	34 (1)	24 (1)	1 (1)	15 (1)	2 (1)
C(12)	35 (1)	35 (1)	30 (1)	-1 (1)	17 (1)	-1 (1)
C(13)	48 (1)	49 (2)	41 (1)	-2 (1)	25 (1)	-10 (1)
C(14)	60 (2)	70 (2)	39 (2)	6 (1)	31 (1)	-11 (2)
C(15)	54 (2)	72 (2)	24 (1)	-1 (1)	18 (1)	-7 (2)
C(16)	39 (1)	48 (2)	26 (1)	-1 (1)	13 (1)	1 (1)
C(21)	32 (1)	27 (1)	31 (1)	-4 (1)	15 (1)	-8 (1)
C(22)	33 (1)	30 (1)	37 (1)	-3 (1)	15 (1)	-6 (1)
C(23)	33 (1)	35 (1)	37 (1)	1 (1)	8 (1)	-5 (1)
C(24)	45 (1)	42 (1)	33 (1)	-5 (1)	16 (1)	-9 (1)
C(25)	43 (1)	35 (1)	39 (1)	-10 (1)	21 (1)	-4 (1)
C(26)	36 (1)	30 (1)	36 (1)	-1 (1)	16 (1)	-3 (1)
C(31)	28 (1)	25 (1)	23 (1)	-1 (1)	8 (1)	0 (1)
C(32)	30 (1)	22 (1)	29 (1)	-1 (1)	10 (1)	-2 (1)
C(33)	30 (1)	31 (1)	40 (1)	3 (1)	13 (1)	-2 (1)
C(34)	28 (1)	40 (1)	43 (1)	0 (1)	11 (1)	5 (1)
C(35)	38 (1)	31 (1)	40 (1)	7 (1)	10 (1)	7 (1)
C(36)	36 (1)	27 (1)	34 (1)	5 (1)	14 (1)	-1 (1)
C(41)	26 (1)	22 (1)	41 (1)	3 (1)	12 (1)	-2 (1)
C(42)	33 (1)	29 (1)	38 (1)	7 (1)	9 (1)	-4 (1)
C(43)	41 (1)	33 (1)	46 (2)	11 (1)	9 (1)	-4 (1)

C(44)	33(1)	31(1)	63(2)	13(1)	5(1)	-4(1)
C(45)	34(1)	21(1)	79(2)	-7(1)	16(1)	-3(1)
C(46)	29(1)	27(1)	49(2)	-3(1)	13(1)	-1(1)
C(61)	36(1)	60(2)	19(1)	-4(1)	9(1)	0(1)
C(62)	36(1)	68(2)	25(1)	-8(1)	11(1)	-1(1)
C(63)	49(2)	70(2)	34(1)	-18(1)	16(1)	-9(1)
C(64)	39(1)	92(2)	35(1)	-19(2)	11(1)	-8(2)
C(65)	40(1)	91(2)	32(1)	-8(2)	9(1)	12(2)
C(66)	44(1)	72(2)	22(1)	-2(1)	10(1)	6(1)
C(71)	32(1)	41(1)	33(1)	5(1)	10(1)	5(1)
C(72)	62(2)	80(2)	42(2)	0(2)	18(1)	-35(2)
C(73)	62(2)	117(3)	39(2)	-13(2)	9(1)	-38(2)
C(74)	71(2)	100(3)	36(2)	12(2)	6(2)	14(2)
C(75)	144(4)	51(2)	50(2)	22(2)	32(2)	27(2)
C(76)	109(3)	33(2)	43(2)	7(1)	24(2)	9(2)
C(221)	36(1)	38(1)	56(2)	-9(1)	16(1)	2(1)
C(241)	62(2)	70(2)	40(2)	-18(2)	12(1)	-11(2)
C(261)	41(1)	40(1)	46(2)	-8(1)	13(1)	5(1)
C(421)	49(1)	31(1)	31(1)	6(1)	10(1)	-2(1)
C(422)	49(2)	63(2)	55(2)	-11(2)	16(1)	-9(1)
C(423)	46(2)	55(2)	57(2)	0(1)	20(1)	1(1)
C(441)	49(2)	35(2)	93(3)	21(2)	10(2)	0(1)
C(442)	53(2)	44(2)	77(3)	26(2)	36(2)	14(2)
C(444)	124(12)	44(7)	88(10)	29(7)	13(8)	24(7)
C(443)	59(2)	31(1)	62(2)	11(1)	21(1)	-3(1)
C(461)	47(2)	30(1)	52(2)	-9(1)	18(1)	-2(1)
C(462)	75(2)	48(2)	66(2)	-20(2)	32(2)	-1(2)
C(463)	51(2)	91(3)	57(2)	-19(2)	7(2)	-2(2)
C(621)	48(2)	63(2)	50(2)	-16(2)	15(1)	4(1)
C(641)	46(2)	117(3)	74(2)	-36(2)	10(2)	-12(2)
C(661)	61(2)	67(2)	35(2)	9(1)	15(1)	16(2)

Tabelle A.63. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **20b**.

Si-N(1)	1,7828(19)	C(41)-C(46)	1,403(3)
Si-C(71)	1,862(2)	C(41)-C(42)	1,416(3)
Si-H(1)	1,45(3)	C(42)-C(43)	1,394(3)
Si-H(2)	1,41(2)	C(42)-C(421)	1,529(3)
N(1)-N(2)	1,364(2)	C(43)-C(44)	1,375(4)
N(1)-C(11)	1,453(3)	C(44)-C(45)	1,397(4)
N(2)-N(3)	1,266(2)	C(44)-C(441)	1,525(4)
N(3)-C(31)	1,436(3)	C(45)-C(46)	1,409(3)
C(11)-C(12)	1,392(3)	C(46)-C(461)	1,519(4)
C(11)-C(16)	1,410(3)	C(61)-C(66)	1,399(4)
C(12)-C(13)	1,403(3)	C(61)-C(62)	1,400(4)
C(12)-C(21)	1,501(3)	C(62)-C(63)	1,395(4)
C(13)-C(14)	1,391(4)	C(62)-C(621)	1,516(4)
C(14)-C(15)	1,387(4)	C(63)-C(64)	1,381(4)
C(15)-C(16)	1,391(3)	C(64)-C(65)	1,387(4)
C(16)-C(61)	1,506(3)	C(64)-C(641)	1,520(4)
C(21)-C(22)	1,406(3)	C(65)-C(66)	1,393(4)
C(21)-C(26)	1,415(3)	C(66)-C(661)	1,517(4)
C(22)-C(23)	1,390(3)	C(71)-C(72)	1,384(4)
C(22)-C(221)	1,510(3)	C(71)-C(76)	1,394(4)
C(23)-C(24)	1,393(3)	C(72)-C(73)	1,393(4)
C(24)-C(25)	1,383(3)	C(73)-C(74)	1,371(5)
C(24)-C(241)	1,510(3)	C(74)-C(75)	1,376(5)
C(25)-C(26)	1,390(3)	C(75)-C(76)	1,380(4)
C(26)-C(261)	1,517(3)	C(421)-C(423)	1,526(3)
C(31)-C(36)	1,397(3)	C(421)-C(422)	1,529(3)
C(31)-C(32)	1,405(3)	C(441)-C(443)	1,484(4)

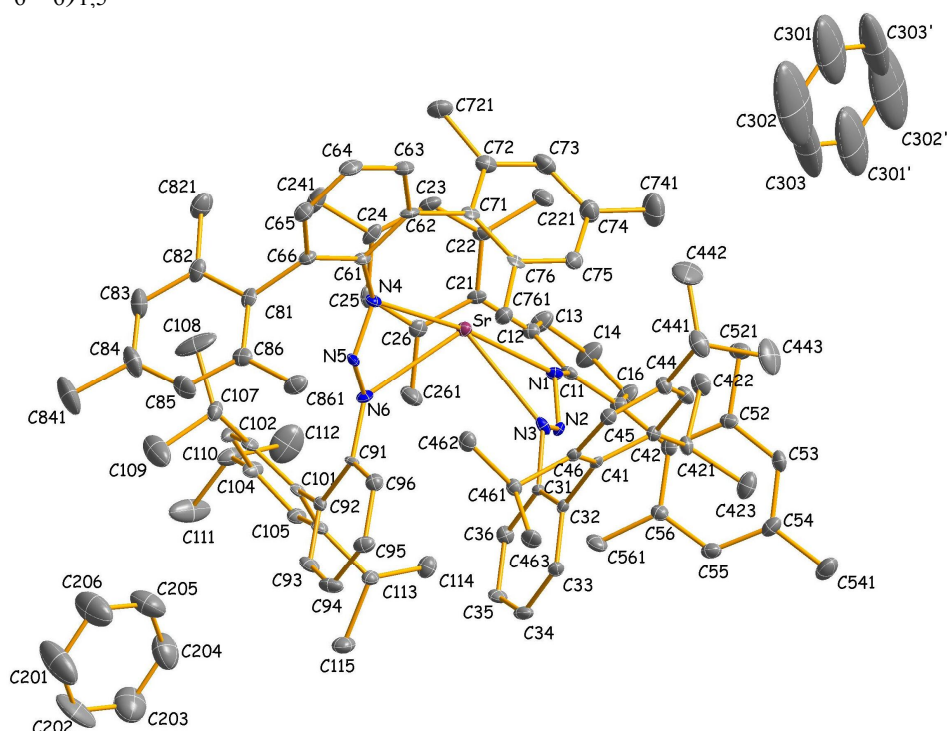
C (32) -C (33)	1,402 (3)	C (441) -C (442)	1,514 (3)
C (32) -C (41)	1,504 (3)	C (441) -C (444)	1,528 (3)
C (33) -C (34)	1,388 (3)	C (461) -C (462)	1,533 (4)
C (34) -C (35)	1,387 (3)	C (461) -C (463)	1,533 (4)
C (35) -C (36)	1,385 (3)		
N (1) -Si -C (71)	119,01 (10)	C (43) -C (42) -C (41)	119,5 (2)
N (1) -Si -H (1)	112,0 (11)	C (43) -C (42) -C (421)	119,1 (2)
C (71) -Si -H (1)	107,8 (11)	C (41) -C (42) -C (421)	121,4 (2)
N (1) -Si -H (2)	100,8 (10)	C (44) -C (43) -C (42)	122,5 (2)
C (71) -Si -H (2)	106,6 (10)	C (43) -C (44) -C (45)	117,5 (2)
H (1) -Si -H (2)	110,2 (14)	C (43) -C (44) -C (441)	120,0 (3)
N (2) -N (1) -C (11)	114,51 (17)	C (45) -C (44) -C (441)	122,4 (3)
N (2) -N (1) -Si	118,48 (13)	C (44) -C (45) -C (46)	122,7 (2)
C (11) -N (1) -Si	124,24 (14)	C (41) -C (46) -C (45)	118,3 (2)
N (3) -N (2) -N (1)	111,04 (17)	C (41) -C (46) -C (461)	120,8 (2)
N (2) -N (3) -C (31)	112,69 (17)	C (45) -C (46) -C (461)	120,8 (2)
C (12) -C (11) -C (16)	121,0 (2)	C (66) -C (61) -C (62)	120,5 (2)
C (12) -C (11) -N (1)	119,43 (18)	C (66) -C (61) -C (16)	118,9 (3)
C (16) -C (11) -N (1)	119,5 (2)	C (62) -C (61) -C (16)	120,6 (2)
C (11) -C (12) -C (13)	119,3 (2)	C (63) -C (62) -C (61)	118,7 (2)
C (11) -C (12) -C (21)	122,87 (18)	C (63) -C (62) -C (621)	119,1 (3)
C (13) -C (12) -C (21)	117,7 (2)	C (61) -C (62) -C (621)	122,2 (2)
C (14) -C (13) -C (12)	120,1 (2)	C (64) -C (63) -C (62)	122,1 (3)
C (15) -C (14) -C (13)	120,0 (2)	C (63) -C (64) -C (65)	118,0 (3)
C (14) -C (15) -C (16)	121,3 (2)	C (63) -C (64) -C (641)	121,5 (3)
C (15) -C (16) -C (11)	118,3 (2)	C (65) -C (64) -C (641)	120,5 (3)
C (15) -C (16) -C (61)	119,1 (2)	C (64) -C (65) -C (66)	122,2 (3)
C (11) -C (16) -C (61)	122,5 (2)	C (65) -C (66) -C (61)	118,5 (3)
C (22) -C (21) -C (26)	119,7 (2)	C (65) -C (66) -C (661)	120,4 (3)
C (22) -C (21) -C (12)	121,10 (19)	C (61) -C (66) -C (661)	121,1 (3)
C (26) -C (21) -C (12)	118,9 (2)	C (72) -C (71) -C (76)	116,8 (2)
C (23) -C (22) -C (21)	119,3 (2)	C (72) -C (71) -Si	123,3 (2)
C (23) -C (22) -C (221)	119,7 (2)	C (76) -C (71) -Si	119,5 (2)
C (21) -C (22) -C (221)	121,0 (2)	C (71) -C (72) -C (73)	122,0 (3)
C (22) -C (23) -C (24)	121,8 (2)	C (74) -C (73) -C (72)	119,5 (3)
C (25) -C (24) -C (23)	118,0 (2)	C (74) -C (73) -H (73A)	120,2
C (25) -C (24) -C (241)	120,7 (2)	C (72) -C (73) -H (73A)	120,2
C (23) -C (24) -C (241)	121,3 (2)	C (73) -C (74) -C (75)	119,8 (3)
C (24) -C (25) -C (26)	122,6 (2)	C (73) -C (74) -H (74A)	120,1
C (25) -C (26) -C (21)	118,6 (2)	C (75) -C (74) -H (74A)	120,1
C (25) -C (26) -C (261)	119,8 (2)	C (74) -C (75) -C (76)	120,1 (3)
C (21) -C (26) -C (261)	121,6 (2)	C (75) -C (76) -C (71)	121,7 (3)
C (36) -C (31) -C (32)	120,29 (19)	C (423) -C (421) -C (422)	110,2 (2)
C (36) -C (31) -N (3)	122,83 (18)	C (423) -C (421) -C (42)	111,2 (2)
C (32) -C (31) -N (3)	116,86 (18)	C (422) -C (421) -C (42)	111,7 (2)
C (33) -C (32) -C (31)	117,8 (2)	C (443) -C (441) -C (442)	112,3 (3)
C (33) -C (32) -C (41)	118,35 (19)	C (443) -C (441) -C (44)	112,4 (2)
C (31) -C (32) -C (41)	123,80 (18)	C (442) -C (441) -C (44)	114,0 (3)
C (34) -C (33) -C (32)	121,7 (2)	C (443) -C (441) -C (444)	136,6 (5)
C (35) -C (34) -C (33)	119,6 (2)	C (442) -C (441) -C (444)	45,8 (6)
C (36) -C (35) -C (34)	120,1 (2)	C (44) -C (441) -C (444)	111,0 (5)
C (35) -C (36) -C (31)	120,5 (2)	C (46) -C (461) -C (462)	113,6 (2)
C (46) -C (41) -C (42)	119,4 (2)	C (46) -C (461) -C (463)	110,3 (2)
C (46) -C (41) -C (32)	121,8 (2)	C (462) -C (461) -C (463)	109,8 (2)
C (42) -C (41) -C (32)	118,6 (2)		

Verbindung 21b · (C₆H₆)_{1,5}

Vollständiges

Numerierungsschema:

Symmetrieoperation ('): $-x, 2-y, 1-z$



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 80 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans.

Tabelle A.64. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **21b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Sr	2841 (1)	8077 (1)	8037 (1)	18 (1)
N (1)	3505 (2)	9038 (1)	7782 (1)	18 (1)
N (2)	3464 (2)	9284 (1)	8263 (1)	16 (1)
N (3)	2769 (2)	9083 (1)	8520 (1)	18 (1)
N (4)	2184 (2)	7175 (1)	8429 (1)	18 (1)
N (5)	2512 (2)	7262 (1)	8944 (1)	16 (1)
N (6)	3291 (2)	7567 (1)	8982 (1)	18 (1)
C (11)	4253 (3)	9222 (2)	7484 (1)	19 (1)
C (12)	4653 (3)	8789 (2)	7190 (2)	22 (1)
C (13)	5343 (3)	8899 (2)	6855 (2)	36 (1)
C (14)	5678 (4)	9441 (2)	6808 (2)	43 (1)
C (15)	5291 (3)	9870 (2)	7091 (2)	34 (1)
C (16)	4580 (3)	9776 (2)	7433 (2)	21 (1)
C (21)	4344 (3)	8191 (2)	7252 (1)	18 (1)
C (22)	3702 (3)	7939 (2)	6866 (2)	24 (1)
C (23)	3442 (3)	7383 (2)	6941 (2)	29 (1)
C (24)	3820 (3)	7058 (2)	7376 (2)	28 (1)
C (25)	4483 (3)	7312 (2)	7745 (2)	25 (1)
C (26)	4755 (3)	7868 (2)	7691 (2)	24 (1)
C (31)	2848 (3)	9294 (1)	9076 (1)	15 (1)
C (32)	2073 (3)	9489 (1)	9328 (1)	16 (1)
C (33)	2240 (3)	9687 (2)	9865 (2)	22 (1)
C (34)	3102 (3)	9667 (2)	10154 (2)	29 (1)
C (35)	3865 (3)	9460 (2)	9908 (2)	25 (1)

C(36)	3728(3)	9273(2)	9371(2)	25(1)
C(41)	1093(3)	9510(2)	9071(1)	16(1)
C(42)	857(3)	9843(2)	8608(2)	20(1)
C(43)	-71(3)	9873(2)	8395(2)	25(1)
C(44)	-793(3)	9598(2)	8626(2)	25(1)
C(45)	-549(3)	9288(2)	9099(2)	21(1)
C(46)	377(3)	9232(2)	9328(1)	18(1)
C(51)	4203(3)	10313(2)	7664(2)	21(1)
C(52)	3618(3)	10650(2)	7318(2)	23(1)
C(53)	3398(3)	11191(2)	7485(2)	29(1)
C(54)	3749(3)	11409(2)	7989(2)	30(1)
C(55)	4322(3)	11061(2)	8326(2)	29(1)
C(56)	4560(3)	10518(2)	8176(2)	22(1)
C(61)	1347(3)	6852(2)	8367(1)	18(1)
C(62)	717(3)	7009(2)	7924(1)	20(1)
C(63)	-116(3)	6715(2)	7804(2)	26(1)
C(64)	-327(3)	6263(2)	8122(2)	33(1)
C(65)	284(3)	6107(2)	8561(2)	30(1)
C(66)	1127(3)	6383(2)	8690(2)	20(1)
C(71)	871(3)	7519(2)	7585(2)	20(1)
C(72)	1017(3)	7466(2)	7031(2)	29(1)
C(73)	1098(3)	7950(2)	6724(2)	39(1)
C(74)	1035(4)	8491(2)	6935(2)	41(1)
C(75)	870(3)	8536(2)	7486(2)	30(1)
C(76)	780(2)	8061(2)	7807(1)	20(1)
C(81)	1761(3)	6115(2)	9136(2)	23(1)
C(82)	2234(3)	5632(2)	9015(2)	32(1)
C(83)	2738(4)	5329(2)	9436(2)	45(1)
C(84)	2748(4)	5499(2)	9971(2)	53(2)
C(85)	2261(4)	5975(2)	10085(2)	43(1)
C(86)	1751(3)	6285(2)	9686(2)	28(1)
C(91)	3507(3)	7728(2)	9545(1)	16(1)
C(92)	4424(3)	7711(2)	9801(2)	19(1)
C(93)	4543(3)	7868(2)	10350(2)	28(1)
C(94)	3836(3)	8063(2)	10639(2)	33(1)
C(95)	2952(3)	8097(2)	10375(2)	28(1)
C(96)	2785(3)	7929(2)	9832(2)	24(1)
C(101)	5289(3)	7554(2)	9535(2)	20(1)
C(102)	5408(3)	7001(2)	9335(2)	24(1)
C(103)	6231(3)	6874(2)	9104(2)	27(1)
C(104)	6957(3)	7257(2)	9084(2)	28(1)
C(105)	6841(3)	7780(2)	9309(2)	25(1)
C(106)	6036(3)	7939(2)	9533(2)	22(1)
C(107)	4716(3)	6530(2)	9423(2)	28(1)
C(108)	4608(4)	6109(2)	8961(2)	79(2)
C(109)	5030(4)	6238(2)	9962(2)	79(2)
C(110)	7833(3)	7104(2)	8822(2)	39(1)
C(111)	8660(4)	7049(3)	9249(3)	87(2)
C(112)	8031(4)	7528(3)	8377(3)	83(2)
C(113)	5984(3)	8542(2)	9745(2)	22(1)
C(114)	6182(3)	8976(2)	9312(2)	34(1)
C(115)	6677(3)	8640(2)	10258(2)	37(1)
C(221)	3322(3)	8261(2)	6368(2)	41(1)
C(241)	3558(4)	6450(2)	7432(2)	47(1)
C(261)	5442(3)	8134(2)	8113(2)	43(1)
C(421)	1555(3)	10215(2)	8349(2)	22(1)
C(422)	1557(3)	10101(2)	7739(2)	34(1)
C(423)	1365(4)	10841(2)	8454(2)	43(1)
C(441)	-1797(3)	9636(2)	8382(2)	42(1)
C(442)	-1953(4)	9259(3)	7877(2)	86(2)
C(443)	-2105(4)	10227(2)	8243(2)	64(2)
C(461)	547(3)	8883(2)	9853(2)	22(1)
C(462)	139(3)	8296(2)	9801(2)	29(1)

C(463)	151 (3)	9185 (2)	10334 (2)	32 (1)
C(521)	3211 (3)	10434 (2)	6767 (2)	35 (1)
C(541)	3534 (4)	12000 (2)	8154 (2)	50 (1)
C(561)	5220 (3)	10180 (2)	8553 (2)	34 (1)
C(721)	1066 (3)	6891 (2)	6766 (2)	41 (1)
C(741)	1089 (4)	9010 (2)	6590 (2)	69 (2)
C(761)	572 (3)	8150 (2)	8397 (2)	29 (1)
C(821)	2231 (4)	5420 (2)	8431 (2)	48 (1)
C(841)	3275 (5)	5156 (3)	10427 (2)	89 (2)
C(861)	1161 (3)	6773 (2)	9844 (2)	37 (1)
C(201)	7858 (6)	6496 (4)	11459 (3)	123 (4)
C(202)	8528 (5)	6877 (4)	11595 (3)	103 (3)
C(203)	8664 (5)	7305 (3)	11237 (4)	97 (3)
C(204)	8099 (5)	7340 (3)	10767 (3)	82 (2)
C(205)	7427 (5)	6961 (3)	10636 (2)	78 (2)
C(206)	7306 (6)	6530 (3)	10981 (3)	102 (3)
C(301)	-759 (12)	9670 (7)	4882 (10)	264 (10)
C(302)	-360 (20)	9614 (14)	5410 (13)	340 (20)
C(303)	395 (18)	9952 (11)	5481 (7)	238 (15)

Tabelle A.65. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **21b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$.

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Sr	19 (1)	18 (1)	18 (1)	0 (1)	2 (1)	-2 (1)
N(1)	19 (2)	22 (2)	13 (2)	-4 (1)	3 (1)	-1 (2)
N(2)	20 (2)	9 (2)	18 (2)	0 (1)	1 (1)	-1 (1)
N(3)	14 (2)	28 (2)	13 (2)	8 (1)	4 (1)	4 (2)
N(4)	14 (2)	23 (2)	16 (2)	-2 (1)	-4 (1)	-1 (2)
N(5)	18 (2)	16 (2)	13 (2)	4 (1)	-6 (1)	-2 (2)
N(6)	16 (2)	16 (2)	22 (2)	-6 (1)	0 (2)	-6 (2)
C(11)	22 (3)	25 (2)	11 (2)	2 (2)	1 (2)	-3 (2)
C(12)	22 (3)	22 (2)	20 (2)	0 (2)	4 (2)	-4 (2)
C(13)	42 (3)	29 (2)	41 (3)	-8 (2)	20 (2)	-6 (2)
C(14)	50 (4)	33 (3)	51 (3)	-7 (2)	35 (3)	-13 (3)
C(15)	40 (3)	22 (2)	43 (3)	-3 (2)	13 (2)	-12 (2)
C(16)	23 (3)	19 (2)	21 (2)	1 (2)	4 (2)	-6 (2)
C(21)	17 (2)	25 (2)	14 (2)	-6 (2)	10 (2)	-2 (2)
C(22)	33 (3)	25 (2)	15 (2)	-4 (2)	5 (2)	-6 (2)
C(23)	37 (3)	27 (2)	25 (2)	-12 (2)	7 (2)	-8 (2)
C(24)	34 (3)	17 (2)	35 (2)	-6 (2)	19 (2)	-3 (2)
C(25)	23 (3)	23 (2)	28 (2)	7 (2)	11 (2)	12 (2)
C(26)	21 (3)	28 (2)	24 (2)	-5 (2)	8 (2)	6 (2)
C(31)	17 (2)	13 (2)	13 (2)	-2 (2)	-3 (2)	-2 (2)
C(32)	21 (2)	11 (2)	17 (2)	0 (2)	3 (2)	1 (2)
C(33)	29 (3)	20 (2)	18 (2)	-3 (2)	3 (2)	3 (2)
C(34)	44 (3)	25 (2)	18 (2)	-4 (2)	-3 (2)	-9 (2)
C(35)	21 (3)	30 (2)	22 (2)	-3 (2)	-7 (2)	-5 (2)
C(36)	23 (3)	27 (2)	25 (2)	2 (2)	4 (2)	1 (2)
C(41)	21 (2)	12 (2)	16 (2)	-7 (2)	2 (2)	4 (2)
C(42)	20 (3)	18 (2)	20 (2)	0 (2)	1 (2)	1 (2)
C(43)	28 (3)	31 (2)	17 (2)	6 (2)	1 (2)	1 (2)
C(44)	24 (3)	26 (2)	26 (2)	4 (2)	0 (2)	1 (2)
C(45)	22 (3)	20 (2)	21 (2)	0 (2)	6 (2)	-1 (2)
C(46)	23 (2)	15 (2)	15 (2)	-5 (2)	3 (2)	2 (2)
C(51)	24 (3)	20 (2)	20 (2)	5 (2)	6 (2)	-5 (2)
C(52)	27 (3)	23 (2)	19 (2)	1 (2)	2 (2)	-10 (2)
C(53)	35 (3)	24 (2)	28 (2)	12 (2)	3 (2)	2 (2)
C(54)	38 (3)	20 (2)	33 (2)	-5 (2)	13 (2)	-4 (2)
C(55)	37 (3)	28 (2)	21 (2)	-5 (2)	2 (2)	-6 (2)

C(56)	21(3)	25(2)	21(2)	1(2)	1(2)	-5(2)
C(61)	10(2)	21(2)	21(2)	-7(2)	-2(2)	-2(2)
C(62)	14(2)	24(2)	21(2)	-13(2)	0(2)	-3(2)
C(63)	21(3)	30(2)	26(2)	-10(2)	-2(2)	-2(2)
C(64)	21(3)	33(3)	43(3)	-14(2)	-3(2)	-10(2)
C(65)	30(3)	23(2)	37(3)	-3(2)	7(2)	-6(2)
C(66)	18(2)	19(2)	24(2)	-5(2)	3(2)	-4(2)
C(71)	7(2)	30(2)	22(2)	-4(2)	-7(2)	-2(2)
C(72)	23(3)	40(3)	25(2)	-5(2)	2(2)	2(2)
C(73)	45(3)	52(3)	21(2)	4(2)	2(2)	3(3)
C(74)	52(4)	37(3)	33(3)	4(2)	5(2)	7(3)
C(75)	25(3)	28(2)	34(3)	-3(2)	-6(2)	4(2)
C(76)	6(2)	32(2)	19(2)	-1(2)	-7(2)	0(2)
C(81)	21(3)	15(2)	34(2)	4(2)	7(2)	-6(2)
C(82)	36(3)	20(2)	43(3)	6(2)	12(2)	-2(2)
C(83)	48(4)	35(3)	55(3)	20(3)	11(3)	10(3)
C(84)	53(4)	55(4)	49(3)	33(3)	3(3)	4(3)
C(85)	52(4)	50(3)	26(2)	16(2)	6(2)	-8(3)
C(86)	29(3)	27(2)	27(2)	3(2)	6(2)	-12(2)
C(91)	20(2)	17(2)	10(2)	2(2)	-7(2)	-7(2)
C(92)	21(2)	14(2)	20(2)	3(2)	-2(2)	-3(2)
C(93)	21(3)	37(2)	24(2)	5(2)	-9(2)	-10(2)
C(94)	39(3)	43(3)	17(2)	-4(2)	2(2)	-14(3)
C(95)	32(3)	30(2)	24(2)	-5(2)	8(2)	-8(2)
C(96)	22(3)	24(2)	27(2)	1(2)	3(2)	-4(2)
C(101)	13(2)	26(2)	19(2)	1(2)	-9(2)	0(2)
C(102)	19(2)	27(2)	23(2)	-3(2)	-10(2)	-1(2)
C(103)	14(2)	23(2)	41(2)	-11(2)	-7(2)	4(2)
C(104)	13(2)	34(3)	36(2)	-10(2)	-5(2)	2(2)
C(105)	17(2)	29(2)	28(2)	-4(2)	-4(2)	-4(2)
C(106)	19(2)	26(2)	19(2)	0(2)	-7(2)	-4(2)
C(107)	23(3)	18(2)	43(3)	2(2)	-2(2)	0(2)
C(108)	85(5)	66(4)	92(5)	-48(4)	33(4)	-53(4)
C(109)	73(5)	73(4)	84(5)	39(4)	-27(4)	-37(4)
C(110)	23(3)	43(3)	52(3)	-24(2)	2(2)	1(2)
C(111)	25(3)	125(6)	109(5)	-73(5)	-13(3)	26(4)
C(112)	66(5)	81(5)	112(5)	-7(4)	59(4)	4(4)
C(113)	18(2)	23(2)	24(2)	-4(2)	-3(2)	-3(2)
C(114)	34(3)	27(2)	42(3)	3(2)	10(2)	-3(2)
C(115)	35(3)	38(3)	37(3)	-12(2)	-5(2)	-3(2)
C(221)	47(3)	41(3)	30(3)	7(2)	-14(2)	-13(2)
C(241)	63(4)	21(2)	60(3)	1(2)	19(3)	-1(3)
C(261)	45(3)	46(3)	35(3)	6(2)	-16(2)	-5(3)
C(421)	19(2)	21(2)	25(2)	8(2)	2(2)	1(2)
C(422)	34(3)	39(3)	30(2)	11(2)	10(2)	-2(2)
C(423)	47(4)	26(3)	58(3)	7(2)	19(3)	-1(2)
C(441)	26(3)	53(3)	46(3)	19(3)	1(2)	1(3)
C(442)	68(5)	80(5)	96(5)	-13(4)	-56(4)	-8(4)
C(443)	27(3)	74(4)	91(5)	28(3)	2(3)	21(3)
C(461)	22(3)	23(2)	21(2)	4(2)	2(2)	-1(2)
C(462)	35(3)	27(2)	26(2)	6(2)	7(2)	0(2)
C(463)	47(3)	36(3)	16(2)	1(2)	7(2)	2(2)
C(521)	49(3)	35(3)	21(2)	-1(2)	-1(2)	-10(2)
C(541)	79(4)	29(3)	42(3)	-8(2)	14(3)	5(3)
C(561)	28(3)	39(3)	30(2)	2(2)	-11(2)	-7(2)
C(721)	49(3)	45(3)	30(2)	-13(2)	7(2)	-4(3)
C(741)	92(5)	57(4)	60(4)	25(3)	23(4)	14(4)
C(761)	36(3)	23(2)	27(2)	-3(2)	2(2)	1(2)
C(821)	60(4)	35(3)	52(3)	-5(2)	19(3)	9(3)
C(841)	95(6)	95(5)	73(4)	54(4)	-9(4)	18(5)
C(861)	44(3)	35(3)	34(2)	-7(2)	13(2)	-7(2)
C(201)	88(7)	176(9)	100(6)	86(6)	-19(5)	-39(6)
C(202)	51(5)	183(9)	69(5)	21(6)	-35(4)	8(6)

C (203)	64 (6)	92 (6)	129 (7)	11 (5)	-21 (5)	-7 (5)
C (204)	60 (5)	82 (5)	102 (6)	29 (4)	-7 (4)	6 (4)
C (205)	66 (5)	116 (6)	48 (3)	8 (4)	-9 (3)	-18 (5)
C (206)	104 (7)	129 (7)	71 (5)	41 (5)	-8 (5)	-48 (5)
C (301)	360 (20)	251 (18)	192 (16)	65 (15)	70 (20)	250 (16)
C (302)	400 (40)	370 (40)	260 (30)	130 (20)	150 (30)	330 (40)
C (303)	410 (40)	240 (20)	75 (8)	65 (10)	88 (13)	250 (20)

Tabelle A.66. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **21b**.

Sr-N (4)	2,571 (3)	C (61) -C (66)	1,422 (5)
Sr-N (1)	2,578 (3)	C (62) -C (63)	1,400 (5)
Sr-N (6)	2,650 (3)	C (62) -C (71)	1,503 (5)
Sr-N (3)	2,677 (3)	C (63) -C (64)	1,380 (6)
Sr-N (5)	3,028 (3)	C (64) -C (65)	1,381 (6)
Sr-N (2)	3,043 (3)	C (65) -C (66)	1,395 (6)
Sr-C (76)	2,980 (4)	C (66) -C (81)	1,505 (5)
Sr-C (26)	3,011 (4)	C (71) -C (72)	1,404 (5)
Sr-C (21)	3,051 (4)	C (71) -C (76)	1,411 (5)
Sr-C (25)	3,126 (4)	C (72) -C (73)	1,389 (6)
Sr-C (75)	3,229 (4)	C (72) -C (721)	1,519 (6)
Sr-C (71)	3,241 (4)	C (73) -C (74)	1,394 (6)
N (1) -N (2)	1,327 (4)	C (74) -C (75)	1,401 (6)
N (1) -C (11)	1,431 (5)	C (74) -C (741)	1,505 (6)
N (2) -N (3)	1,324 (4)	C (75) -C (76)	1,391 (5)
N (3) -C (31)	1,453 (4)	C (76) -C (761)	1,527 (5)
N (4) -N (5)	1,328 (4)	C (81) -C (82)	1,383 (5)
N (4) -C (61)	1,428 (5)	C (81) -C (86)	1,413 (5)
N (5) -N (6)	1,335 (4)	C (82) -C (83)	1,409 (6)
N (6) -C (91)	1,446 (4)	C (82) -C (821)	1,523 (6)
C (11) -C (16)	1,410 (5)	C (83) -C (84)	1,376 (7)
C (11) -C (12)	1,413 (5)	C (84) -C (85)	1,376 (7)
C (12) -C (13)	1,379 (5)	C (84) -C (841)	1,533 (6)
C (12) -C (21)	1,502 (5)	C (85) -C (86)	1,384 (6)
C (13) -C (14)	1,384 (6)	C (86) -C (861)	1,512 (6)
C (14) -C (15)	1,383 (6)	C (91) -C (96)	1,398 (5)
C (15) -C (16)	1,407 (5)	C (91) -C (92)	1,414 (5)
C (16) -C (51)	1,520 (5)	C (92) -C (93)	1,397 (5)
C (21) -C (22)	1,399 (5)	C (92) -C (101)	1,511 (5)
C (21) -C (26)	1,410 (5)	C (93) -C (94)	1,377 (6)
C (22) -C (23)	1,392 (5)	C (94) -C (95)	1,380 (6)
C (22) -C (221)	1,507 (5)	C (95) -C (96)	1,395 (5)
C (23) -C (24)	1,391 (6)	C (101) -C (106)	1,416 (5)
C (24) -C (25)	1,396 (6)	C (101) -C (102)	1,420 (5)
C (24) -C (241)	1,505 (5)	C (102) -C (103)	1,399 (5)
C (25) -C (26)	1,388 (5)	C (102) -C (107)	1,530 (5)
C (26) -C (261)	1,508 (6)	C (103) -C (104)	1,393 (6)
C (31) -C (36)	1,406 (5)	C (104) -C (105)	1,376 (5)
C (31) -C (32)	1,409 (5)	C (104) -C (110)	1,518 (6)
C (32) -C (33)	1,405 (5)	C (105) -C (106)	1,385 (5)
C (32) -C (41)	1,497 (5)	C (106) -C (113)	1,531 (5)
C (33) -C (34)	1,377 (6)	C (107) -C (108)	1,513 (6)
C (34) -C (35)	1,395 (6)	C (107) -C (109)	1,529 (6)
C (35) -C (36)	1,393 (5)	C (110) -C (111)	1,523 (7)
C (41) -C (42)	1,404 (5)	C (110) -C (112)	1,535 (7)
C (41) -C (46)	1,423 (5)	C (113) -C (114)	1,531 (5)
C (42) -C (43)	1,396 (6)	C (113) -C (115)	1,554 (5)
C (42) -C (421)	1,526 (5)	C (421) -C (422)	1,525 (5)
C (43) -C (44)	1,395 (6)	C (421) -C (423)	1,540 (5)
C (44) -C (45)	1,397 (5)	C (441) -C (443)	1,502 (6)
C (44) -C (441)	1,520 (6)	C (441) -C (442)	1,533 (7)

C(45)-C(46)	1,408(5)	C(461)-C(462)	1,517(5)
C(46)-C(461)	1,537(5)	C(461)-C(463)	1,540(5)
C(51)-C(52)	1,396(5)	C(201)-C(202)	1,345(10)
C(51)-C(56)	1,404(5)	C(201)-C(206)	1,363(9)
C(52)-C(53)	1,396(5)	C(202)-C(203)	1,373(9)
C(52)-C(521)	1,517(5)	C(203)-C(204)	1,355(9)
C(53)-C(54)	1,396(5)	C(204)-C(205)	1,344(8)
C(54)-C(55)	1,389(6)	C(205)-C(206)	1,352(8)
C(54)-C(541)	1,505(5)	C(301)-C(302)	1,38(3)
C(55)-C(56)	1,394(5)	C(301)-C(303)#1	1,40(3)
C(56)-C(561)	1,500(5)	C(302)-C(303)	1,36(5)
C(61)-C(62)	1,405(5)	C(303)-C(301)#1	1,40(3)
N(4)-Sr-N(1)	171,85(9)	C(85)-C(86)-C(81)	118,3(4)
N(4)-Sr-N(6)	50,03(9)	C(85)-C(86)-C(861)	120,1(4)
N(1)-Sr-N(6)	123,52(9)	C(81)-C(86)-C(861)	121,5(4)
N(4)-Sr-N(3)	123,20(9)	C(96)-C(91)-C(92)	119,8(3)
N(1)-Sr-N(3)	49,24(9)	C(96)-C(91)-N(6)	118,2(3)
N(6)-Sr-N(3)	92,00(9)	C(92)-C(91)-N(6)	122,0(3)
N(1)-Sr-N(5)	146,51(9)	C(93)-C(92)-C(91)	116,7(4)
N(3)-Sr-N(5)	103,20(8)	C(93)-C(92)-C(101)	117,0(4)
N(4)-Sr-N(2)	146,24(9)	C(91)-C(92)-C(101)	126,3(3)
N(6)-Sr-N(2)	103,06(9)	C(94)-C(93)-C(92)	124,0(4)
N(5)-Sr-N(2)	122,15(8)	C(93)-C(94)-C(95)	118,4(4)
N(3)-Sr-C(75)	79,38(10)	C(94)-C(95)-C(96)	120,2(4)
N(2)-N(1)-C(11)	115,0(3)	C(95)-C(96)-C(91)	120,8(4)
N(2)-N(1)-Sr	97,1(2)	C(106)-C(101)-C(102)	118,6(4)
C(11)-N(1)-Sr	135,3(2)	C(106)-C(101)-C(92)	120,3(3)
N(3)-N(2)-N(1)	111,5(3)	C(102)-C(101)-C(92)	120,7(4)
N(3)-N(2)-Sr	61,52(18)	C(103)-C(102)-C(101)	118,4(4)
N(1)-N(2)-Sr	57,22(17)	C(103)-C(102)-C(107)	119,4(4)
N(2)-N(3)-C(31)	109,2(3)	C(101)-C(102)-C(107)	121,8(4)
N(2)-N(3)-Sr	92,7(2)	C(104)-C(103)-C(102)	123,0(4)
C(31)-N(3)-Sr	136,4(2)	C(105)-C(104)-C(103)	117,1(4)
N(5)-N(4)-C(61)	114,1(3)	C(105)-C(104)-C(110)	121,7(4)
N(5)-N(4)-Sr	96,7(2)	C(103)-C(104)-C(110)	121,3(4)
C(61)-N(4)-Sr	138,4(2)	C(104)-C(105)-C(106)	123,0(4)
N(4)-N(5)-N(6)	112,0(3)	C(105)-C(106)-C(101)	119,6(4)
N(4)-N(5)-Sr	57,48(17)	C(105)-C(106)-C(113)	117,5(4)
N(6)-N(5)-Sr	60,95(17)	C(101)-C(106)-C(113)	122,8(4)
N(5)-N(6)-C(91)	108,4(3)	C(108)-C(107)-C(109)	110,7(4)
N(5)-N(6)-Sr	92,9(2)	C(108)-C(107)-C(102)	113,6(4)
C(91)-N(6)-Sr	137,3(2)	C(109)-C(107)-C(102)	108,1(4)
C(16)-C(11)-C(12)	118,6(4)	C(104)-C(110)-C(111)	111,0(4)
C(16)-C(11)-N(1)	127,4(4)	C(104)-C(110)-C(112)	111,4(4)
C(12)-C(11)-N(1)	113,9(3)	C(111)-C(110)-C(112)	111,3(5)
C(13)-C(12)-C(11)	121,4(4)	C(114)-C(113)-C(106)	112,0(3)
C(13)-C(12)-C(21)	118,7(4)	C(114)-C(113)-C(115)	108,4(3)
C(11)-C(12)-C(21)	119,9(3)	C(106)-C(113)-C(115)	111,7(3)
C(12)-C(13)-C(14)	120,4(4)	C(422)-C(421)-C(42)	111,7(3)
C(15)-C(14)-C(13)	118,9(4)	C(422)-C(421)-C(423)	110,7(3)
C(14)-C(15)-C(16)	122,5(4)	C(42)-C(421)-C(423)	110,8(3)
C(15)-C(16)-C(11)	118,2(4)	C(443)-C(441)-C(44)	113,4(4)
C(15)-C(16)-C(51)	113,5(3)	C(443)-C(441)-C(442)	110,1(4)
C(11)-C(16)-C(51)	128,1(4)	C(44)-C(441)-C(442)	110,4(4)
C(22)-C(21)-C(26)	119,5(4)	C(462)-C(461)-C(46)	113,4(3)
C(22)-C(21)-C(12)	121,3(3)	C(462)-C(461)-C(463)	108,8(3)
C(26)-C(21)-C(12)	119,0(4)	C(46)-C(461)-C(463)	110,7(3)
C(23)-C(22)-C(21)	119,2(4)	C(202)-C(201)-C(206)	121,6(7)
C(23)-C(22)-C(221)	120,4(4)	C(201)-C(202)-C(203)	118,9(7)
C(21)-C(22)-C(221)	120,4(4)	C(204)-C(203)-C(202)	118,9(7)
C(24)-C(23)-C(22)	122,5(4)	C(205)-C(204)-C(203)	121,9(7)
C(23)-C(24)-C(25)	117,3(4)	C(204)-C(205)-C(206)	119,4(6)

C (23) -C (24) -C (241)	121, 3 (4)	C (205) -C (206) -C (201)	119, 2 (7)
C (25) -C (24) -C (241)	121, 4 (4)	C (302) -C (301) -C (303) #1	121 (2)
C (26) -C (25) -C (24)	122, 2 (4)	C (303) -C (302) -C (301)	109 (3)
C (25) -C (26) -C (21)	119, 2 (4)	C (302) -C (303) -C (301) #1	130 (2)
C (25) -C (26) -C (261)	120, 5 (4)	C (33) -C (32) -C (41)	117, 4 (3)
C (21) -C (26) -C (261)	120, 2 (4)	C (31) -C (32) -C (41)	125, 7 (3)
C (36) -C (31) -C (32)	120, 2 (3)	C (34) -C (33) -C (32)	122, 9 (4)
C (36) -C (31) -N (3)	117, 5 (3)	C (33) -C (34) -C (35)	120, 1 (4)
C (32) -C (31) -N (3)	122, 2 (3)	C (36) -C (35) -C (34)	118, 6 (4)
C (33) -C (32) -C (31)	116, 8 (4)	C (35) -C (36) -C (31)	121, 3 (4)
C (63) -C (62) -C (71)	117, 1 (4)	C (42) -C (41) -C (46)	119, 4 (4)
C (61) -C (62) -C (71)	121, 8 (3)	C (42) -C (41) -C (32)	120, 7 (4)
C (64) -C (63) -C (62)	119, 9 (4)	C (46) -C (41) -C (32)	119, 6 (3)
C (63) -C (64) -C (65)	119, 7 (4)	C (43) -C (42) -C (41)	119, 0 (4)
C (64) -C (65) -C (66)	122, 2 (4)	C (43) -C (42) -C (421)	117, 6 (4)
C (65) -C (66) -C (61)	118, 5 (4)	C (41) -C (42) -C (421)	123, 2 (4)
C (65) -C (66) -C (81)	115, 2 (4)	C (44) -C (43) -C (42)	123, 5 (4)
C (61) -C (66) -C (81)	126, 0 (4)	C (43) -C (44) -C (45)	116, 5 (4)
C (72) -C (71) -C (76)	119, 1 (4)	C (43) -C (44) -C (441)	122, 2 (4)
C (72) -C (71) -C (62)	120, 7 (4)	C (45) -C (44) -C (441)	121, 2 (4)
C (76) -C (71) -C (62)	119, 9 (3)	C (44) -C (45) -C (46)	122, 7 (4)
C (73) -C (72) -C (71)	118, 8 (4)	C (45) -C (46) -C (41)	118, 8 (3)
C (73) -C (72) -C (721)	120, 0 (4)	C (45) -C (46) -C (461)	117, 3 (4)
C (71) -C (72) -C (721)	121, 1 (4)	C (41) -C (46) -C (461)	123, 9 (4)
C (72) -C (73) -C (74)	123, 3 (4)	C (52) -C (51) -C (56)	120, 0 (4)
C (73) -C (74) -C (75)	117, 1 (4)	C (52) -C (51) -C (16)	118, 1 (3)
C (73) -C (74) -C (741)	122, 5 (4)	C (56) -C (51) -C (16)	120, 9 (4)
C (75) -C (74) -C (741)	120, 4 (4)	C (51) -C (52) -C (53)	119, 3 (4)
C (76) -C (75) -C (74)	121, 4 (4)	C (51) -C (52) -C (521)	121, 0 (4)
C (75) -C (76) -C (71)	120, 3 (3)	C (53) -C (52) -C (521)	119, 7 (4)
C (75) -C (76) -C (761)	117, 9 (4)	C (54) -C (53) -C (52)	122, 1 (4)
C (71) -C (76) -C (761)	121, 9 (4)	C (55) -C (54) -C (53)	117, 2 (4)
C (82) -C (81) -C (86)	119, 6 (4)	C (55) -C (54) -C (541)	121, 4 (4)
C (82) -C (81) -C (66)	118, 2 (4)	C (53) -C (54) -C (541)	121, 4 (4)
C (86) -C (81) -C (66)	121, 1 (4)	C (54) -C (55) -C (56)	122, 8 (4)
C (81) -C (82) -C (83)	119, 8 (4)	C (55) -C (56) -C (51)	118, 6 (4)
C (81) -C (82) -C (821)	121, 4 (4)	C (55) -C (56) -C (561)	119, 4 (4)
C (83) -C (82) -C (821)	118, 8 (4)	C (51) -C (56) -C (561)	121, 9 (4)
C (84) -C (83) -C (82)	120, 8 (5)	C (62) -C (61) -C (66)	118, 7 (4)
C (83) -C (84) -C (85)	118, 6 (5)	C (62) -C (61) -N (4)	114, 9 (3)
C (83) -C (84) -C (841)	120, 3 (5)	C (66) -C (61) -N (4)	126, 4 (3)
C (85) -C (84) -C (841)	121, 1 (5)	C (63) -C (62) -C (61)	121, 0 (4)
C (84) -C (85) -C (86)	122, 8 (5)		

Symmetricoperation #1: -x, 2-y, 1-z

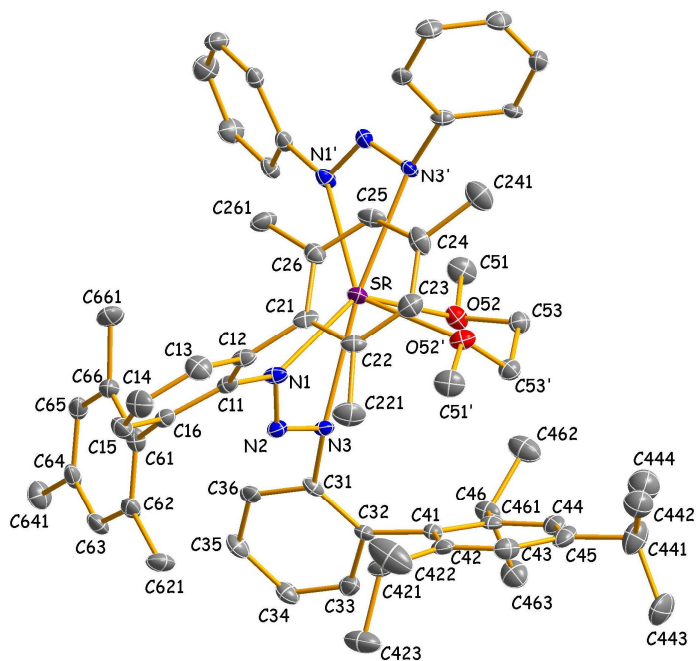
Verbindung 22b

Vollständiges

Numerierungsschema:

Symmetrioperation ('): $3/2-x, 1-y, z$

Darstellung ohne Mes- und Trip-Reste
im symmetrieäquivalenten Teil



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 80 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans. Verfeinerung mit Splitpositionen für C442 (s.o.f. = 0,54) und C444 (s.o.f. = 0,46) sowie DFIX-Constraints für die Abstände C441–C442 und C441–C444.

Tabelle A.67. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **22b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Sr	7500	2500	3512 (1)	31 (1)
N(1)	6057 (3)	2005 (2)	3066 (2)	29 (1)
N(2)	6156 (3)	1435 (2)	3224 (2)	27 (1)
N(3)	6735 (3)	1360 (2)	3586 (2)	24 (1)
C(11)	5361 (4)	2043 (3)	2712 (2)	28 (1)
C(12)	4818 (3)	2579 (3)	2723 (2)	30 (1)
C(13)	4107 (4)	2619 (3)	2390 (2)	43 (2)
C(14)	3905 (4)	2151 (3)	2060 (2)	48 (2)
C(15)	4439 (4)	1632 (3)	2033 (2)	40 (2)
C(16)	5179 (4)	1573 (3)	2351 (2)	28 (1)
C(21)	4982 (4)	3116 (2)	3063 (2)	31 (2)
C(22)	4349 (4)	3269 (2)	3428 (2)	30 (2)
C(23)	4466 (4)	3802 (3)	3728 (2)	37 (2)
C(24)	5195 (4)	4186 (3)	3665 (2)	39 (2)
C(25)	5807 (4)	4014 (3)	3309 (2)	36 (2)
C(26)	5724 (4)	3503 (3)	2997 (2)	32 (2)
C(31)	6848 (4)	689 (2)	3675 (2)	26 (1)
C(32)	6745 (4)	430 (2)	4152 (2)	24 (1)
C(33)	6884 (4)	-209 (3)	4194 (2)	37 (2)
C(34)	7112 (4)	-578 (3)	3794 (2)	36 (2)
C(35)	7205 (4)	-306 (3)	3325 (2)	37 (2)
C(36)	7073 (4)	314 (3)	3267 (2)	30 (2)
C(41)	6472 (4)	771 (2)	4614 (2)	26 (1)

C(42)	5591 (4)	1007 (3)	4668 (2)	32 (2)
C(43)	5347 (4)	1292 (3)	5105 (2)	37 (2)
C(44)	5912 (5)	1375 (3)	5514 (2)	41 (2)
C(45)	6746 (4)	1123 (3)	5461 (2)	36 (2)
C(46)	7030 (4)	829 (2)	5035 (2)	28 (2)
C(51)	9286 (4)	2368 (3)	4286 (2)	48 (2)
O(52)	8352 (3)	2259 (2)	4317 (1)	37 (1)
C(53)	7987 (3)	2559 (3)	4750 (2)	33 (1)
C(61)	5775 (4)	1022 (3)	2241 (2)	29 (2)
C(62)	5521 (4)	413 (3)	2373 (2)	33 (2)
C(63)	6058 (4)	-74 (3)	2215 (2)	36 (2)
C(64)	6842 (4)	15 (3)	1958 (2)	37 (2)
C(65)	7071 (4)	622 (3)	1830 (2)	36 (2)
C(66)	6549 (4)	1135 (3)	1964 (2)	33 (2)
C(221)	3547 (4)	2871 (3)	3533 (3)	51 (2)
C(241)	5294 (4)	4791 (3)	3968 (3)	53 (2)
C(261)	6400 (4)	3382 (3)	2591 (2)	42 (2)
C(421)	4910 (4)	875 (3)	4249 (2)	33 (2)
C(422)	4126 (5)	1336 (3)	4238 (3)	88 (3)
C(423)	4534 (5)	223 (3)	4296 (3)	67 (2)
C(441)	5632 (5)	1711 (3)	5995 (3)	60 (2)
C(442)	5088 (11)	2287 (5)	5894 (7)	60 (6)
C(444)	5372 (13)	2378 (5)	5899 (8)	70 (8)
C(443)	5135 (6)	1278 (4)	6340 (3)	80 (3)
C(461)	7964 (4)	547 (3)	5034 (2)	36 (2)
C(462)	8683 (4)	1015 (3)	5166 (3)	56 (2)
C(463)	8008 (4)	-12 (3)	5388 (2)	50 (2)
C(621)	4703 (4)	290 (3)	2675 (2)	43 (2)
C(641)	7424 (5)	-524 (3)	1811 (2)	45 (2)
C(661)	6818 (4)	1763 (3)	1794 (2)	45 (2)

Tabelle A.68. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **22b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$.

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Sr	33 (1)	29 (1)	30 (1)	0	0	-11 (1)
N(1)	20 (3)	29 (3)	37 (3)	11 (2)	-4 (2)	-4 (2)
N(2)	30 (3)	26 (3)	26 (3)	5 (2)	1 (2)	-3 (2)
N(3)	23 (3)	23 (2)	26 (3)	6 (2)	1 (2)	-6 (2)
C(11)	22 (3)	33 (3)	27 (3)	10 (3)	-3 (3)	-5 (3)
C(12)	25 (3)	32 (4)	34 (3)	15 (3)	-6 (3)	-3 (3)
C(13)	44 (4)	33 (5)	52 (4)	5 (3)	-9 (3)	9 (3)
C(14)	38 (4)	55 (5)	52 (4)	9 (4)	-20 (4)	0 (4)
C(15)	46 (4)	32 (4)	42 (4)	-2 (3)	-12 (3)	-9 (3)
C(16)	25 (3)	31 (3)	27 (3)	6 (3)	2 (3)	-3 (3)
C(21)	35 (4)	21 (3)	37 (4)	18 (3)	-5 (3)	8 (3)
C(22)	23 (3)	22 (3)	44 (4)	8 (3)	0 (3)	3 (3)
C(23)	31 (4)	39 (4)	41 (4)	6 (3)	1 (3)	7 (3)
C(24)	36 (4)	39 (4)	43 (4)	-9 (3)	-14 (3)	8 (3)
C(25)	17 (3)	31 (4)	58 (4)	8 (3)	-8 (3)	-4 (3)
C(26)	36 (4)	24 (3)	35 (4)	1 (3)	-8 (3)	2 (3)
C(31)	22 (3)	19 (3)	37 (4)	-8 (3)	0 (3)	0 (3)
C(32)	23 (3)	17 (3)	32 (3)	2 (3)	-4 (3)	-4 (3)
C(33)	42 (4)	39 (4)	28 (3)	6 (3)	-6 (3)	-11 (3)
C(34)	41 (4)	22 (3)	46 (4)	-4 (3)	-7 (3)	1 (3)
C(35)	41 (4)	23 (3)	48 (4)	-12 (3)	-4 (3)	4 (3)
C(36)	26 (3)	35 (4)	30 (3)	3 (3)	-6 (3)	-13 (3)
C(41)	30 (4)	19 (3)	28 (3)	1 (3)	2 (3)	-4 (3)
C(42)	37 (4)	27 (4)	33 (4)	13 (3)	-4 (3)	-11 (3)
C(43)	35 (4)	30 (4)	47 (4)	1 (3)	10 (3)	4 (3)

C(44)	58(5)	31(4)	34(4)	11(3)	10(4)	4(4)
C(45)	45(4)	30(4)	31(4)	10(3)	-7(3)	-4(3)
C(46)	32(4)	16(3)	35(4)	9(3)	0(3)	-5(3)
C(51)	32(4)	46(5)	65(4)	-5(4)	3(3)	9(3)
O(52)	32(3)	36(2)	42(3)	-9(2)	-2(2)	0(2)
C(53)	34(3)	31(3)	34(3)	-3(3)	2(3)	2(4)
C(61)	20(3)	38(4)	30(3)	-6(3)	-3(3)	5(3)
C(62)	29(4)	38(4)	33(4)	-7(3)	0(3)	-11(3)
C(63)	36(4)	30(4)	42(4)	-10(3)	-4(3)	-10(3)
C(64)	34(4)	46(4)	30(4)	-18(3)	3(3)	-9(3)
C(65)	30(4)	50(4)	27(4)	-7(3)	4(3)	-12(3)
C(66)	37(4)	32(4)	30(4)	-2(3)	5(3)	-11(3)
C(221)	31(4)	47(4)	74(5)	4(4)	9(4)	-2(3)
C(241)	42(4)	51(4)	66(5)	-11(4)	-14(4)	0(3)
C(261)	43(4)	40(4)	44(4)	7(3)	17(3)	-7(3)
C(421)	23(3)	34(4)	44(4)	8(3)	5(3)	-2(3)
C(422)	58(6)	50(5)	155(8)	-5(5)	-51(6)	13(4)
C(423)	59(5)	46(5)	96(6)	19(4)	-16(5)	-19(4)
C(441)	60(5)	77(5)	42(4)	1(4)	12(4)	18(4)
C(443)	111(7)	87(6)	43(5)	-10(4)	40(5)	-14(6)
C(461)	30(4)	30(4)	47(4)	8(3)	-18(3)	-1(3)
C(462)	50(5)	37(4)	79(6)	4(4)	-21(4)	0(4)
C(463)	56(5)	42(4)	53(4)	6(3)	-14(4)	8(4)
C(621)	36(4)	34(4)	59(5)	2(3)	12(3)	-11(3)
C(641)	43(4)	43(4)	49(4)	-10(3)	0(4)	12(4)
C(661)	36(4)	51(4)	49(4)	3(3)	15(3)	-14(3)

Tabelle A.69. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **22b**.

Sr-N(1)	2,713(4)	C(34)-C(35)	1,386(8)
Sr-N(3)	2,730(4)	C(35)-C(36)	1,361(7)
Sr-N(2)	3,169(5)	C(41)-C(46)	1,412(7)
Sr-O(52)	2,559(4)	C(41)-C(42)	1,438(8)
N(1)-N(2)	1,310(5)	C(42)-C(43)	1,369(8)
N(1)-C(11)	1,419(6)	C(42)-C(421)	1,548(8)
N(2)-N(3)	1,315(6)	C(43)-C(44)	1,397(8)
N(3)-C(31)	1,478(6)	C(44)-C(45)	1,386(8)
C(11)-C(12)	1,421(8)	C(44)-C(441)	1,534(8)
C(11)-C(16)	1,425(7)	C(45)-C(46)	1,371(8)
C(12)-C(13)	1,401(7)	C(46)-C(461)	1,544(7)
C(12)-C(21)	1,492(8)	C(51)-O(52)	1,441(6)
C(13)-C(14)	1,374(8)	O(52)-C(53)	1,432(6)
C(14)-C(15)	1,384(8)	C(53)-C(53)#1	1,502(10)
C(15)-C(16)	1,412(7)	C(61)-C(66)	1,409(7)
C(16)-C(61)	1,522(7)	C(61)-C(62)	1,416(8)
C(21)-C(22)	1,408(7)	C(62)-C(63)	1,395(7)
C(21)-C(26)	1,415(8)	C(62)-C(621)	1,505(7)
C(22)-C(23)	1,412(8)	C(63)-C(64)	1,386(8)
C(22)-C(221)	1,518(7)	C(64)-C(65)	1,398(8)
C(23)-C(24)	1,393(8)	C(64)-C(641)	1,514(8)
C(24)-C(25)	1,379(8)	C(65)-C(66)	1,407(8)
C(24)-C(241)	1,542(8)	C(66)-C(661)	1,488(7)
C(25)-C(26)	1,388(7)	C(421)-C(423)	1,526(8)
C(26)-C(261)	1,513(7)	C(421)-C(422)	1,552(8)
C(31)-C(36)	1,396(7)	C(441)-C(443)	1,512(9)
C(31)-C(32)	1,398(7)	C(441)-C(444)	1,514(5)
C(32)-C(33)	1,400(7)	C(441)-C(442)	1,516(5)
C(32)-C(41)	1,492(7)	C(461)-C(462)	1,529(8)
C(33)-C(34)	1,375(8)	C(461)-C(463)	1,533(7)
O(52)#1-Sr-O(52)	66,06(17)	C(31)-C(32)-C(33)	116,6(5)

O(52)-Sr-N(1)	134,12(13)	C(31)-C(32)-C(41)	125,7(5)
O(52)-Sr-N(1)#1	92,21(13)	C(33)-C(32)-C(41)	117,6(5)
N(1)-Sr-N(1)#1	128,03(19)	C(34)-C(33)-C(32)	123,2(6)
O(52)-Sr-N(3)#1	84,68(12)	C(33)-C(34)-C(35)	118,6(5)
N(1)-Sr-N(3)#1	136,96(13)	C(36)-C(35)-C(34)	120,2(5)
N(1)#1-Sr-N(3)#1	48,11(13)	C(35)-C(36)-C(31)	121,2(6)
O(52)-Sr-N(3)	88,38(12)	C(46)-C(41)-C(42)	116,6(5)
N(1)-Sr-N(3)	48,11(13)	C(46)-C(41)-C(32)	122,1(5)
N(3)#1-Sr-N(3)	171,73(18)	C(42)-C(41)-C(32)	121,1(5)
O(52)-Sr-N(2)	112,43(12)	C(43)-C(42)-C(41)	119,7(6)
O(52)#1-Sr-N(2)#1	112,43(12)	C(43)-C(42)-C(421)	121,0(6)
O(52)-Sr-N(2)#1	91,42(12)	C(41)-C(42)-C(421)	119,0(5)
N(1)-Sr-N(2)#1	134,42(12)	C(42)-C(43)-C(44)	123,7(6)
N(3)-Sr-N(2)#1	161,12(12)	C(45)-C(44)-C(43)	115,6(6)
N(2)-Sr-N(2)#1	151,95(16)	C(45)-C(44)-C(441)	121,6(6)
N(2)-N(1)-C(11)	110,7(4)	C(43)-C(44)-C(441)	122,8(6)
N(2)-N(1)-Sr	97,8(3)	C(46)-C(45)-C(44)	123,6(6)
C(11)-N(1)-Sr	150,6(3)	C(45)-C(46)-C(41)	120,6(6)
N(1)-N(2)-N(3)	115,4(4)	C(45)-C(46)-C(461)	118,3(6)
N(1)-N(2)-Sr	58,0(3)	C(41)-C(46)-C(461)	121,1(6)
N(3)-N(2)-Sr	58,8(2)	C(53)-O(52)-C(51)	110,7(4)
N(2)-N(3)-C(31)	108,4(4)	C(53)-O(52)-Sr	112,7(3)
N(2)-N(3)-Sr	96,9(3)	C(51)-O(52)-Sr	114,7(3)
C(31)-N(3)-Sr	147,8(3)	O(52)-C(53)-C(53)#1	107,7(4)
N(1)-C(11)-C(12)	117,7(5)	O(52)-C(53)-Sr	44,3(2)
N(1)-C(11)-C(16)	123,6(5)	C(53)#1-C(53)-Sr	77,16(8)
C(12)-C(11)-C(16)	118,8(5)	C(66)-C(61)-C(62)	121,1(5)
C(13)-C(12)-C(11)	119,0(6)	C(66)-C(61)-C(16)	117,6(5)
C(13)-C(12)-C(21)	117,7(5)	C(62)-C(61)-C(16)	121,0(5)
C(11)-C(12)-C(21)	123,3(5)	C(63)-C(62)-C(61)	117,8(5)
C(14)-C(13)-C(12)	122,1(6)	C(63)-C(62)-C(621)	120,8(5)
C(13)-C(14)-C(15)	119,7(6)	C(61)-C(62)-C(621)	121,5(5)
C(14)-C(15)-C(16)	120,7(6)	C(64)-C(63)-C(62)	123,1(6)
C(15)-C(16)-C(11)	119,6(5)	C(63)-C(64)-C(65)	117,6(6)
C(15)-C(16)-C(61)	115,4(5)	C(63)-C(64)-C(641)	121,6(6)
C(11)-C(16)-C(61)	124,8(5)	C(65)-C(64)-C(641)	120,8(6)
C(22)-C(21)-C(26)	119,5(5)	C(64)-C(65)-C(66)	122,4(6)
C(22)-C(21)-C(12)	119,3(5)	C(65)-C(66)-C(61)	117,9(5)
C(26)-C(21)-C(12)	121,0(5)	C(65)-C(66)-C(661)	119,0(5)
C(21)-C(22)-C(23)	119,8(5)	C(61)-C(66)-C(661)	123,1(5)
C(21)-C(22)-C(221)	122,9(5)	C(423)-C(421)-C(42)	111,2(5)
C(23)-C(22)-C(221)	117,3(5)	C(423)-C(421)-C(422)	107,8(5)
C(24)-C(23)-C(22)	121,1(6)	C(42)-C(421)-C(422)	114,1(5)
C(25)-C(24)-C(23)	117,3(6)	C(443)-C(441)-C(444)	124,1(11)
C(25)-C(24)-C(241)	121,5(6)	C(443)-C(441)-C(442)	110,0(9)
C(23)-C(24)-C(241)	121,2(6)	C(444)-C(441)-C(442)	18,0(11)
C(24)-C(25)-C(26)	124,4(6)	C(444)-C(441)-C(44)	110,7(6)
C(25)-C(26)-C(21)	117,9(6)	C(444)-C(441)-C(44)	112,4(10)
C(25)-C(26)-C(261)	120,2(5)	C(442)-C(441)-C(44)	112,9(9)
C(21)-C(26)-C(261)	122,0(5)	C(462)-C(461)-C(463)	110,4(5)
C(36)-C(31)-C(32)	120,2(5)	C(462)-C(461)-C(46)	113,3(5)
C(36)-C(31)-N(3)	118,2(5)	C(463)-C(461)-C(46)	110,5(5)
C(32)-C(31)-N(3)	121,6(5)		

Symmetrieoperation #1: 3/2-x, 1-y, z

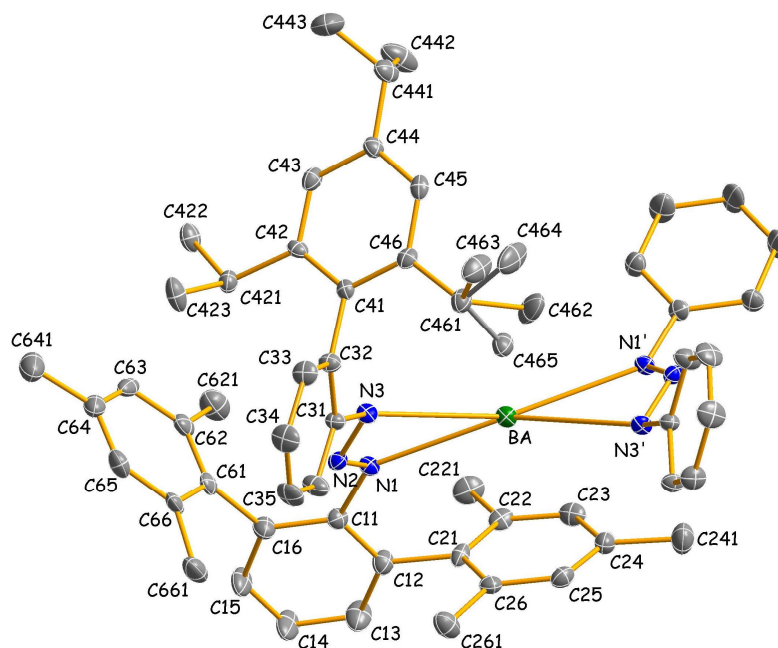
Verbindung 23b

Vollständiges

Numerierungsschema:

Symmetrieoperation ('): $-x, y, 5/2-z$

Darstellung ohne Mes- und Trip-Reste im symmetrieäquivalenten Teil



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 80 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans. Verfeinerung mit Splitpositionen für C462, C463, C464 und C465 (jeweils s.o.f. = 0,50) sowie SADI-Restraints für die Abstände C461–C462/C461–C463/C461–C464/C461–C465.

Tabelle A.70. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **23b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Ba	0	-1580 (1)	12500	27 (1)
N (1)	-1117 (2)	-1269 (2)	12199 (2)	24 (1)
N (2)	-1280 (2)	-1996 (3)	12330 (2)	25 (1)
N (3)	-872 (2)	-2448 (2)	12803 (2)	25 (1)
C (11)	-1565 (2)	-820 (3)	11668 (3)	28 (1)
C (12)	-1465 (2)	-416 (3)	11108 (3)	34 (1)
C (13)	-1866 (2)	59 (4)	10565 (3)	53 (2)
C (14)	-2370 (2)	126 (4)	10587 (4)	63 (2)
C (15)	-2475 (2)	-272 (4)	11144 (3)	49 (2)
C (16)	-2086 (2)	-746 (3)	11694 (3)	35 (1)
C (21)	-926 (2)	-524 (3)	11051 (3)	27 (1)
C (22)	-524 (2)	68 (3)	11347 (3)	30 (1)
C (23)	-33 (2)	-44 (3)	11279 (3)	36 (2)
C (24)	77 (2)	-732 (3)	10935 (3)	35 (1)
C (25)	-331 (2)	-1313 (3)	10658 (3)	32 (1)
C (26)	-834 (2)	-1220 (3)	10701 (3)	30 (1)
C (31)	-1087 (2)	-3255 (3)	12802 (3)	25 (1)
C (32)	-861 (2)	-3747 (3)	13452 (3)	27 (1)
C (33)	-1042 (2)	-4558 (3)	13406 (3)	35 (2)
C (34)	-1440 (2)	-4875 (3)	12745 (3)	42 (2)
C (35)	-1665 (2)	-4378 (3)	12114 (3)	44 (2)
C (36)	-1484 (2)	-3588 (3)	12143 (3)	39 (2)
C (41)	-447 (2)	-3478 (3)	14216 (3)	22 (1)

C(42)	-601 (2)	-3027 (3)	14723 (3)	25 (1)
C(43)	-213 (2)	-2864 (3)	15445 (3)	32 (1)
C(44)	334 (2)	-3123 (3)	15695 (3)	30 (1)
C(45)	473 (2)	-3553 (3)	15185 (3)	27 (1)
C(46)	96 (2)	-3740 (3)	14451 (3)	27 (1)
C(61)	-2248 (2)	-1106 (3)	12285 (3)	30 (1)
C(62)	-2168 (2)	-679 (3)	12952 (3)	35 (1)
C(63)	-2362 (2)	-982 (4)	13467 (3)	40 (2)
C(64)	-2639 (2)	-1723 (4)	13344 (3)	41 (2)
C(65)	-2716 (2)	-2145 (4)	12690 (4)	42 (2)
C(66)	-2533 (2)	-1851 (3)	12151 (3)	33 (2)
C(221)	-631 (2)	836 (3)	11704 (3)	48 (2)
C(241)	604 (2)	-823 (4)	10846 (3)	54 (2)
C(261)	-1274 (2)	-1852 (3)	10365 (3)	46 (2)
C(421)	-1201 (2)	-2762 (3)	14488 (3)	30 (1)
C(422)	-1280 (2)	-2120 (3)	15010 (3)	39 (2)
C(423)	-1574 (2)	-3486 (4)	14465 (3)	53 (2)
C(441)	739 (2)	-2916 (3)	16490 (3)	40 (2)
C(442)	854 (2)	-2002 (4)	16585 (4)	66 (2)
C(443)	566 (3)	-3217 (4)	17106 (3)	78 (3)
C(461)	281 (2)	-4211 (3)	13911 (3)	34 (1)
C(462)	691 (5)	-3746 (9)	13691 (8)	62 (5)
C(463)	540 (6)	-5029 (8)	14252 (13)	56 (6)
C(464)	806 (5)	-4706 (11)	14293 (13)	70 (7)
C(465)	343 (4)	-3614 (7)	13338 (6)	39 (4)
C(621)	-1906 (2)	166 (4)	13090 (4)	59 (2)
C(641)	-2873 (2)	-2023 (4)	13884 (3)	65 (2)
C(661)	-2670 (2)	-2307 (4)	11412 (3)	51 (2)

Tabelle A.71. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **23b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$.

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Ba	28 (1)	21 (1)	30 (1)	0	11 (1)	0
N(1)	23 (3)	20 (2)	26 (3)	4 (2)	7 (2)	2 (2)
N(2)	28 (3)	28 (3)	22 (3)	1 (2)	12 (2)	-2 (2)
N(3)	27 (3)	19 (2)	27 (3)	8 (2)	9 (2)	1 (2)
C(11)	29 (3)	24 (3)	29 (3)	2 (3)	12 (3)	7 (3)
C(12)	34 (3)	32 (3)	39 (4)	6 (3)	19 (3)	9 (3)
C(13)	51 (4)	56 (4)	59 (5)	32 (4)	29 (4)	27 (4)
C(14)	38 (4)	96 (6)	59 (5)	38 (4)	25 (4)	40 (4)
C(15)	33 (4)	65 (5)	56 (5)	25 (4)	23 (3)	27 (3)
C(16)	31 (3)	39 (4)	34 (4)	10 (3)	12 (3)	8 (3)
C(21)	33 (3)	22 (3)	32 (3)	12 (3)	21 (3)	12 (3)
C(22)	42 (4)	16 (3)	31 (4)	9 (3)	15 (3)	9 (3)
C(23)	44 (4)	25 (3)	36 (4)	6 (3)	11 (3)	-7 (3)
C(24)	31 (3)	43 (4)	32 (4)	2 (3)	15 (3)	4 (3)
C(25)	40 (4)	30 (4)	28 (3)	1 (3)	17 (3)	5 (3)
C(26)	31 (3)	34 (3)	22 (3)	4 (3)	7 (3)	2 (3)
C(31)	25 (3)	27 (4)	21 (3)	1 (2)	7 (2)	0 (2)
C(32)	29 (3)	24 (3)	24 (3)	2 (2)	8 (3)	-2 (2)
C(33)	43 (4)	21 (3)	40 (4)	4 (3)	17 (3)	-5 (3)
C(34)	49 (4)	23 (3)	52 (4)	4 (3)	17 (4)	-16 (3)
C(35)	33 (4)	46 (4)	43 (4)	-10 (3)	5 (3)	-20 (3)
C(36)	35 (3)	36 (4)	34 (3)	8 (3)	3 (3)	-8 (3)
C(41)	23 (3)	17 (3)	27 (3)	6 (3)	11 (2)	0 (3)
C(42)	22 (3)	24 (3)	23 (3)	7 (2)	3 (3)	1 (2)
C(43)	37 (4)	31 (3)	34 (3)	6 (3)	22 (3)	11 (3)
C(44)	24 (3)	32 (3)	31 (3)	5 (3)	9 (3)	6 (2)
C(45)	28 (3)	19 (3)	39 (3)	11 (3)	19 (3)	6 (3)

C (46)	33 (3)	23 (3)	26 (3)	8 (2)	14 (3)	4 (2)
C (61)	15 (3)	36 (4)	37 (4)	2 (3)	9 (3)	9 (3)
C (62)	19 (3)	42 (4)	37 (4)	0 (3)	6 (3)	8 (3)
C (63)	31 (4)	67 (5)	21 (3)	7 (3)	9 (3)	23 (3)
C (64)	31 (3)	60 (5)	32 (3)	14 (3)	13 (3)	9 (3)
C (65)	23 (3)	45 (4)	56 (4)	-3 (3)	13 (3)	-5 (3)
C (66)	14 (3)	45 (4)	35 (4)	-4 (3)	4 (3)	-1 (3)
C (221)	68 (5)	23 (3)	54 (4)	-1 (3)	25 (4)	8 (3)
C (241)	44 (4)	64 (5)	63 (5)	-1 (4)	31 (4)	-2 (4)
C (261)	35 (4)	44 (4)	52 (4)	-12 (3)	10 (3)	5 (3)
C (421)	28 (3)	33 (3)	33 (3)	6 (3)	16 (3)	5 (3)
C (422)	29 (3)	33 (4)	55 (4)	1 (3)	19 (3)	8 (3)
C (423)	29 (3)	50 (4)	83 (5)	-5 (4)	27 (3)	2 (4)
C (441)	30 (4)	46 (4)	39 (4)	-3 (3)	7 (3)	14 (3)
C (442)	48 (4)	56 (5)	68 (5)	-28 (4)	-4 (4)	14 (4)
C (443)	71 (5)	124 (8)	32 (4)	-3 (5)	15 (4)	3 (5)
C (461)	33 (3)	36 (4)	38 (4)	8 (3)	19 (3)	8 (3)
C (462)	71 (11)	78 (12)	55 (11)	-10 (9)	44 (9)	-31 (11)
C (463)	70 (13)	56 (12)	48 (10)	12 (10)	31 (12)	38 (11)
C (464)	78 (14)	91 (15)	58 (12)	18 (13)	43 (13)	53 (13)
C (465)	32 (7)	48 (10)	38 (8)	12 (7)	17 (7)	10 (7)
C (621)	51 (4)	53 (5)	69 (5)	-14 (4)	19 (4)	0 (4)
C (641)	46 (4)	98 (6)	56 (5)	25 (4)	25 (4)	11 (4)
C (661)	28 (4)	66 (5)	50 (4)	-17 (4)	7 (3)	-3 (3)

Tabelle A.72. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **23b**.

Ba-N (1)	2,860 (4)	C (32) -C (41)	1,507 (6)
Ba-N (3)	2,992 (4)	C (33) -C (34)	1,389 (7)
Ba-C (25)	3,312 (5)	C (34) -C (35)	1,383 (7)
Ba-C (26)	3,325 (5)	C (35) -C (36)	1,381 (7)
Ba-C (21)	3,369 (5)	C (41) -C (46)	1,408 (6)
Ba-C (24)	3,396 (5)	C (41) -C (42)	1,413 (6)
N (1) -N (2)	1,333 (5)	C (42) -C (43)	1,384 (7)
N (1) -C (11)	1,430 (6)	C (42) -C (421)	1,549 (6)
N (2) -N (3)	1,331 (5)	C (43) -C (44)	1,413 (6)
N (3) -C (31)	1,448 (6)	C (44) -C (45)	1,375 (6)
C (11) -C (12)	1,379 (7)	C (44) -C (441)	1,513 (7)
C (11) -C (16)	1,424 (7)	C (45) -C (46)	1,398 (6)
C (12) -C (13)	1,396 (7)	C (46) -C (461)	1,529 (7)
C (12) -C (21)	1,506 (7)	C (61) -C (62)	1,400 (7)
C (13) -C (14)	1,376 (7)	C (61) -C (66)	1,413 (7)
C (14) -C (15)	1,378 (7)	C (62) -C (63)	1,383 (7)
C (15) -C (16)	1,387 (7)	C (62) -C (621)	1,533 (7)
C (16) -C (61)	1,492 (7)	C (63) -C (64)	1,397 (8)
C (21) -C (22)	1,392 (7)	C (64) -C (65)	1,375 (7)
C (21) -C (26)	1,398 (7)	C (64) -C (641)	1,497 (7)
C (22) -C (23)	1,389 (7)	C (65) -C (66)	1,398 (7)
C (22) -C (221)	1,520 (7)	C (66) -C (661)	1,513 (7)
C (23) -C (24)	1,402 (7)	C (421) -C (422)	1,528 (6)
C (24) -C (25)	1,388 (7)	C (421) -C (423)	1,545 (7)
C (24) -C (241)	1,498 (7)	C (441) -C (443)	1,520 (7)
C (25) -C (26)	1,396 (7)	C (441) -C (442)	1,531 (7)
C (26) -C (261)	1,510 (6)	C (461) -C (462)	1,533 (6)
C (31) -C (36)	1,396 (6)	C (461) -C (465)	1,533 (6)
C (31) -C (32)	1,404 (6)	C (461) -C (464)	1,533 (6)
C (32) -C (33)	1,409 (6)	C (461) -C (463)	1,534 (6)
N (1) #1 -Ba-N (1)	159,37 (16)	C (35) -C (34) -C (33)	118,8 (5)
N (1) -Ba-N (3) #1	152,16 (11)	C (36) -C (35) -C (34)	119,9 (5)
N (1) -Ba-N (3)	44,49 (11)	C (35) -C (36) -C (31)	122,2 (5)

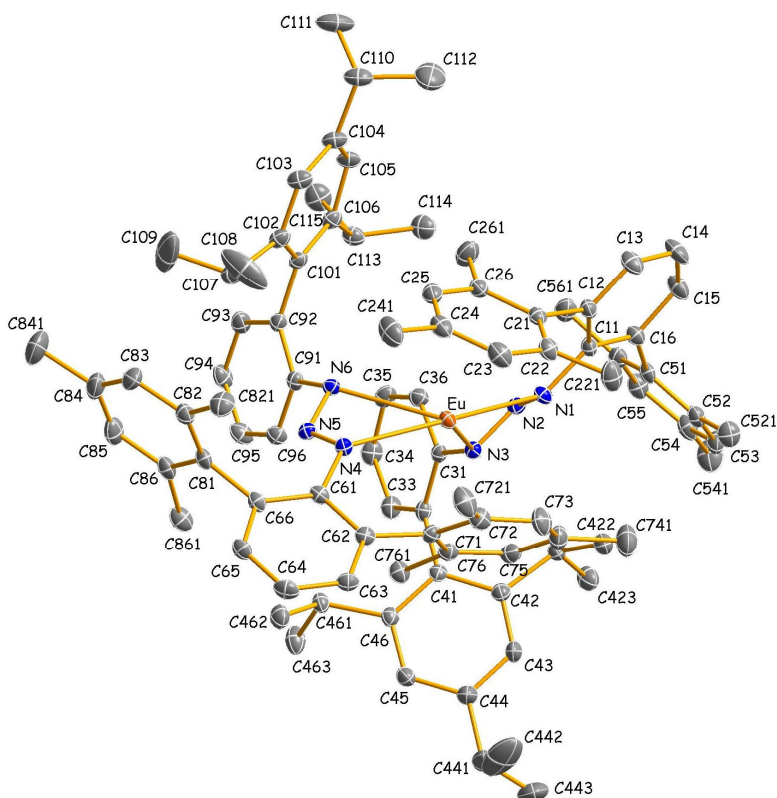
N (3) #1-Ba-N (3)	123,00 (16)	C (46) -C (41) -C (42)	119,5 (4)
N (2) -N (1) -C (11)	110,6 (4)	C (46) -C (41) -C (32)	119,0 (5)
N (2) -N (1) -Ba	101,5 (3)	C (42) -C (41) -C (32)	121,3 (4)
C (11) -N (1) -Ba	138,4 (3)	C (43) -C (42) -C (41)	118,8 (5)
N (3) -N (2) -N (1)	112,8 (4)	C (43) -C (42) -C (421)	120,6 (5)
N (2) -N (3) -C (31)	107,0 (4)	C (41) -C (42) -C (421)	120,5 (4)
N (2) -N (3) -Ba	95,4 (3)	C (42) -C (43) -C (44)	122,7 (5)
C (31) -N (3) -Ba	141,3 (3)	C (45) -C (44) -C (43)	117,1 (5)
C (12) -C (11) -C (16)	119,3 (5)	C (45) -C (44) -C (441)	122,9 (5)
C (12) -C (11) -N (1)	115,7 (5)	C (43) -C (44) -C (441)	120,0 (5)
C (16) -C (11) -N (1)	125,0 (5)	C (44) -C (45) -C (46)	122,6 (5)
C (11) -C (12) -C (13)	121,3 (5)	C (45) -C (46) -C (41)	119,3 (5)
C (11) -C (12) -C (21)	119,6 (5)	C (45) -C (46) -C (461)	119,7 (5)
C (13) -C (12) -C (21)	119,0 (5)	C (41) -C (46) -C (461)	121,0 (5)
C (14) -C (13) -C (12)	119,4 (6)	C (62) -C (61) -C (66)	118,2 (5)
C (13) -C (14) -C (15)	119,9 (6)	C (62) -C (61) -C (16)	120,9 (5)
C (14) -C (15) -C (16)	122,1 (6)	C (66) -C (61) -C (16)	120,6 (5)
C (15) -C (16) -C (11)	118,0 (5)	C (63) -C (62) -C (61)	120,7 (6)
C (15) -C (16) -C (61)	116,2 (5)	C (63) -C (62) -C (621)	118,9 (6)
C (11) -C (16) -C (61)	125,8 (5)	C (61) -C (62) -C (621)	120,2 (5)
C (22) -C (21) -C (26)	120,8 (5)	C (62) -C (63) -C (64)	121,5 (6)
C (22) -C (21) -C (12)	119,7 (5)	C (65) -C (64) -C (63)	117,9 (6)
C (26) -C (21) -C (12)	119,5 (5)	C (65) -C (64) -C (641)	121,1 (6)
C (23) -C (22) -C (21)	118,5 (5)	C (63) -C (64) -C (641)	120,9 (6)
C (23) -C (22) -C (221)	120,8 (5)	C (64) -C (65) -C (66)	122,2 (6)
C (21) -C (22) -C (221)	120,7 (5)	C (65) -C (66) -C (61)	119,5 (5)
C (22) -C (23) -C (24)	122,7 (5)	C (65) -C (66) -C (661)	119,9 (5)
C (25) -C (24) -C (23)	116,9 (5)	C (61) -C (66) -C (661)	120,6 (5)
C (25) -C (24) -C (241)	121,4 (5)	C (422) -C (421) -C (423)	106,9 (4)
C (23) -C (24) -C (241)	121,6 (5)	C (422) -C (421) -C (42)	114,1 (4)
C (24) -C (25) -C (26)	122,3 (5)	C (423) -C (421) -C (42)	112,1 (4)
C (25) -C (26) -C (21)	118,8 (5)	C (44) -C (441) -C (443)	113,0 (5)
C (25) -C (26) -C (261)	120,5 (5)	C (44) -C (441) -C (442)	111,7 (5)
C (21) -C (26) -C (261)	120,7 (5)	C (443) -C (441) -C (442)	109,7 (5)
C (36) -C (31) -C (32)	118,5 (5)	C (46) -C (461) -C (462)	113,6 (7)
C (36) -C (31) -N (3)	121,3 (5)	C (46) -C (461) -C (465)	108,7 (6)
C (32) -C (31) -N (3)	119,9 (4)	C (46) -C (461) -C (464)	115,7 (10)
C (31) -C (32) -C (33)	118,4 (5)	C (465) -C (461) -C (464)	109,8 (9)
C (31) -C (32) -C (41)	125,5 (5)	C (46) -C (461) -C (463)	111,8 (9)
C (33) -C (32) -C (41)	116,1 (5)	C (462) -C (461) -C (463)	107,7 (9)
C (34) -C (33) -C (32)	122,1 (5)		

Symmetrieoperation #1: $-x, y, 5/2-z$

Verbindung 24b

Vollständiges

Numerierungsschema:



Einzelheiten zur Datensammlung und Strukturverfeinerung: vgl. Seite 80 sowie:

Absorptionskorrektur nach Ψ -Scans.

Tabelle A.73. Ortskoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **24b**. U_{eq} wird als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors berechnet.

Atom	X	Y	Z	U_{eq}
Eu	2845 (1)	8090 (1)	7995 (1)	25 (1)
N (1)	3497 (2)	9036 (1)	7737 (1)	26 (1)
N (2)	3479 (2)	9266 (1)	8224 (1)	24 (1)
N (3)	2784 (2)	9075 (1)	8484 (1)	23 (1)
N (4)	2207 (2)	7200 (1)	8390 (1)	24 (1)
N (5)	2543 (2)	7286 (1)	8906 (1)	24 (1)
N (6)	3320 (2)	7583 (1)	8950 (1)	24 (1)
C (11)	4241 (2)	9207 (1)	7433 (1)	25 (1)
C (12)	4635 (2)	8781 (1)	7138 (1)	28 (1)
C (13)	5330 (2)	8884 (1)	6799 (1)	41 (1)
C (14)	5668 (3)	9414 (2)	6747 (2)	49 (1)
C (15)	5296 (2)	9838 (1)	7038 (1)	41 (1)
C (16)	4583 (2)	9754 (1)	7380 (1)	29 (1)
C (21)	4340 (2)	8196 (1)	7215 (1)	27 (1)
C (22)	3695 (2)	7937 (1)	6821 (1)	34 (1)
C (23)	3445 (3)	7391 (2)	6907 (1)	42 (1)
C (24)	3837 (3)	7082 (1)	7360 (2)	40 (1)
C (25)	4485 (2)	7343 (1)	7738 (1)	38 (1)
C (26)	4741 (2)	7893 (1)	7678 (1)	32 (1)
C (31)	2888 (2)	9277 (1)	9042 (1)	24 (1)
C (32)	2121 (2)	9480 (1)	9303 (1)	26 (1)
C (33)	2315 (2)	9680 (1)	9844 (1)	32 (1)

C(34)	3188(2)	9658(1)	10134(1)	37(1)
C(35)	3928(2)	9439(1)	9883(1)	36(1)
C(36)	3772(2)	9255(1)	9346(1)	30(1)
C(41)	1123(2)	9503(1)	9050(1)	24(1)
C(42)	868(2)	9830(1)	8577(1)	30(1)
C(43)	-59(2)	9862(2)	8363(1)	39(1)
C(44)	-771(2)	9593(2)	8602(2)	43(1)
C(45)	-520(2)	9288(1)	9079(1)	36(1)
C(46)	407(2)	9235(1)	9309(1)	27(1)
C(51)	4226(2)	10272(1)	7623(1)	28(1)
C(52)	3625(2)	10617(1)	7282(1)	33(1)
C(53)	3428(2)	11145(1)	7464(1)	37(1)
C(54)	3795(2)	11340(1)	7976(1)	38(1)
C(55)	4364(2)	10989(1)	8313(1)	38(1)
C(56)	4596(2)	10463(1)	8144(1)	32(1)
C(61)	1362(2)	6887(1)	8327(1)	24(1)
C(62)	717(2)	7048(1)	7876(1)	26(1)
C(63)	-112(2)	6752(1)	7751(1)	31(1)
C(64)	-326(2)	6304(1)	8066(1)	37(1)
C(65)	303(2)	6149(1)	8507(1)	32(1)
C(66)	1147(2)	6423(1)	8643(1)	27(1)
C(71)	864(2)	7550(1)	7541(1)	27(1)
C(72)	1000(2)	7501(2)	6976(1)	38(1)
C(73)	1066(3)	7983(2)	6666(1)	49(1)
C(74)	1017(3)	8507(2)	6889(1)	43(1)
C(75)	872(2)	8546(1)	7442(1)	35(1)
C(76)	786(2)	8081(1)	7770(1)	29(1)
C(81)	1784(2)	6162(1)	9102(1)	29(1)
C(82)	2291(2)	5688(1)	8983(1)	34(1)
C(83)	2803(3)	5406(2)	9409(2)	46(1)
C(84)	2822(3)	5570(2)	9954(2)	52(1)
C(85)	2309(3)	6031(2)	10064(1)	48(1)
C(86)	1783(2)	6331(1)	9653(1)	34(1)
C(91)	3554(2)	7747(1)	9515(1)	25(1)
C(92)	4479(2)	7725(1)	9780(1)	27(1)
C(93)	4609(2)	7877(1)	10336(1)	36(1)
C(94)	3894(2)	8072(2)	10625(1)	39(1)
C(95)	2997(2)	8109(2)	10352(1)	38(1)
C(96)	2837(2)	7947(1)	9809(1)	30(1)
C(101)	5342(2)	7569(1)	9519(1)	28(1)
C(102)	5468(2)	7032(1)	9313(1)	33(1)
C(103)	6287(2)	6911(2)	9071(1)	36(1)
C(104)	7004(2)	7286(1)	9051(1)	36(1)
C(105)	6906(2)	7794(1)	9290(1)	33(1)
C(106)	6089(2)	7952(1)	9519(1)	30(1)
C(107)	4783(2)	6567(1)	9403(2)	38(1)
C(108)	4651(4)	6162(2)	8936(2)	114(2)
C(109)	5113(4)	6285(2)	9948(3)	122(3)
C(110)	7873(2)	7153(2)	8764(2)	43(1)
C(111)	8757(2)	7180(2)	9142(2)	70(1)
C(112)	7930(3)	7535(2)	8266(2)	84(2)
C(113)	6065(2)	8541(1)	9747(1)	33(1)
C(114)	6281(3)	8974(1)	9325(2)	46(1)
C(115)	6756(3)	8607(2)	10267(2)	52(1)
C(221)	3314(3)	8240(2)	6310(1)	53(1)
C(241)	3575(3)	6484(2)	7428(2)	59(1)
C(261)	5428(3)	8167(2)	8097(2)	53(1)
C(421)	1574(2)	10198(1)	8317(1)	32(1)
C(422)	1568(2)	10089(1)	7701(1)	39(1)
C(423)	1380(3)	10811(1)	8433(2)	45(1)
C(441)	-1796(3)	9630(2)	8354(2)	79(2)
C(442)	-1933(4)	9264(3)	7828(3)	131(3)
C(443)	-2101(3)	10226(2)	8228(2)	95(2)

C(461)	590 (2)	8904 (1)	9845 (1)	30 (1)
C(462)	181 (3)	8322 (1)	9801 (1)	40 (1)
C(463)	193 (3)	9200 (1)	10327 (1)	47 (1)
C(521)	3210 (3)	10426 (2)	6720 (1)	42 (1)
C(541)	3590 (3)	11921 (2)	8166 (2)	58 (1)
C(561)	5262 (2)	10114 (2)	8522 (1)	43 (1)
C(721)	1023 (3)	6946 (2)	6701 (2)	53 (1)
C(741)	1092 (3)	9024 (2)	6543 (2)	68 (1)
C(761)	592 (2)	8159 (1)	8360 (1)	34 (1)
C(821)	2286 (3)	5479 (2)	8395 (2)	47 (1)
C(841)	3371 (4)	5251 (2)	10416 (2)	87 (2)
C(861)	1188 (2)	6809 (1)	9810 (1)	42 (1)

Tabelle A.74. Anisotrope Auslenkungsparameter [10^{-23} m^2] der Nichtwasserstoffatome von **24b**. Sie beziehen sich auf den Ausdruck $\exp\{-2\pi^2(U_{11}\cdot h^2\cdot A^{*2} + \dots + 2U_{23}\cdot k\cdot l\cdot b^*\cdot c^*)\}$.

Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Eu	25 (1)	24 (1)	27 (1)	1 (1)	6 (1)	-3 (1)
N(1)	26 (1)	27 (1)	26 (1)	-2 (1)	8 (1)	-1 (1)
N(2)	24 (1)	22 (1)	27 (1)	-1 (1)	2 (1)	1 (1)
N(3)	24 (1)	21 (1)	24 (1)	-1 (1)	3 (1)	0 (1)
N(4)	26 (1)	24 (1)	22 (1)	-1 (1)	2 (1)	-3 (1)
N(5)	24 (1)	21 (1)	26 (1)	-1 (1)	2 (1)	1 (1)
N(6)	21 (1)	24 (1)	26 (1)	0 (1)	1 (1)	-2 (1)
C(11)	27 (2)	25 (2)	25 (2)	3 (1)	4 (1)	-4 (1)
C(12)	30 (2)	29 (2)	27 (2)	3 (1)	7 (1)	-2 (1)
C(13)	46 (2)	35 (2)	44 (2)	-6 (2)	22 (2)	-1 (2)
C(14)	51 (2)	42 (2)	59 (2)	-4 (2)	35 (2)	-11 (2)
C(15)	48 (2)	31 (2)	48 (2)	-1 (2)	21 (2)	-11 (2)
C(16)	29 (2)	29 (2)	31 (2)	-1 (1)	6 (1)	-5 (1)
C(21)	29 (2)	24 (2)	29 (2)	-1 (1)	11 (1)	1 (1)
C(22)	41 (2)	36 (2)	27 (2)	-3 (1)	8 (1)	-4 (1)
C(23)	50 (2)	39 (2)	39 (2)	-12 (2)	12 (2)	-12 (2)
C(24)	47 (2)	27 (2)	50 (2)	-3 (2)	23 (2)	0 (2)
C(25)	39 (2)	34 (2)	42 (2)	7 (2)	14 (2)	9 (2)
C(26)	30 (2)	32 (2)	34 (2)	3 (1)	8 (1)	-1 (1)
C(31)	26 (1)	22 (2)	23 (2)	2 (1)	1 (1)	-3 (1)
C(32)	35 (2)	19 (1)	22 (2)	0 (1)	1 (1)	-1 (1)
C(33)	44 (2)	25 (2)	29 (2)	-6 (1)	7 (1)	2 (1)
C(34)	49 (2)	32 (2)	27 (2)	-7 (1)	-3 (2)	-6 (2)
C(35)	35 (2)	36 (2)	36 (2)	0 (2)	-9 (2)	-6 (2)
C(36)	27 (2)	31 (2)	33 (2)	1 (1)	4 (1)	-1 (1)
C(41)	26 (2)	24 (2)	23 (2)	-3 (1)	6 (1)	4 (1)
C(42)	31 (2)	27 (2)	32 (2)	2 (1)	7 (1)	5 (1)
C(43)	35 (2)	49 (2)	34 (2)	19 (2)	7 (2)	3 (2)
C(44)	29 (2)	55 (2)	46 (2)	16 (2)	7 (2)	5 (2)
C(45)	32 (2)	36 (2)	43 (2)	8 (2)	13 (2)	1 (2)
C(46)	32 (2)	27 (2)	24 (2)	0 (1)	6 (1)	3 (1)
C(51)	35 (2)	21 (2)	29 (2)	3 (1)	8 (1)	-8 (1)
C(52)	35 (2)	34 (2)	30 (2)	4 (1)	7 (1)	-8 (1)
C(53)	44 (2)	33 (2)	35 (2)	9 (2)	6 (2)	0 (2)
C(54)	49 (2)	28 (2)	38 (2)	-3 (2)	14 (2)	-8 (2)
C(55)	47 (2)	39 (2)	28 (2)	-5 (2)	4 (2)	-13 (2)
C(56)	31 (2)	32 (2)	34 (2)	4 (1)	1 (1)	-8 (1)
C(61)	26 (1)	21 (1)	25 (1)	-8 (1)	7 (1)	-4 (1)
C(62)	29 (2)	24 (2)	24 (2)	-7 (1)	3 (1)	-1 (1)
C(63)	26 (2)	33 (2)	33 (2)	-6 (1)	0 (1)	-2 (1)
C(64)	27 (2)	35 (2)	47 (2)	-9 (2)	2 (2)	-10 (1)
C(65)	34 (2)	27 (2)	36 (2)	-1 (1)	8 (1)	-9 (1)
C(66)	31 (2)	23 (2)	28 (2)	-3 (1)	7 (1)	-4 (1)

C(71)	25(2)	31(2)	24(2)	0(1)	-2(1)	0(1)
C(72)	40(2)	43(2)	30(2)	-8(2)	6(2)	-4(2)
C(73)	64(2)	55(3)	29(2)	4(2)	15(2)	-2(2)
C(74)	51(2)	41(2)	37(2)	12(2)	4(2)	-2(2)
C(75)	30(2)	27(2)	46(2)	1(2)	1(2)	-1(1)
C(76)	24(1)	33(2)	30(2)	-2(2)	1(1)	-1(2)
C(81)	34(2)	24(2)	29(2)	2(1)	8(1)	-8(1)
C(82)	37(2)	30(2)	37(2)	4(1)	10(2)	-2(1)
C(83)	46(2)	39(2)	53(2)	16(2)	6(2)	10(2)
C(84)	55(2)	52(3)	48(2)	23(2)	-2(2)	-2(2)
C(85)	57(2)	61(3)	26(2)	9(2)	-3(2)	-11(2)
C(86)	38(2)	34(2)	31(2)	1(1)	8(1)	-11(2)
C(91)	27(2)	22(2)	25(2)	1(1)	1(1)	-4(1)
C(92)	27(2)	25(2)	27(2)	4(1)	0(1)	0(1)
C(93)	34(2)	44(2)	28(2)	3(1)	-4(1)	-10(2)
C(94)	44(2)	52(2)	20(1)	-1(2)	5(1)	-8(2)
C(95)	39(2)	46(2)	32(2)	-10(2)	11(1)	-5(2)
C(96)	28(2)	31(2)	31(2)	-3(1)	2(1)	-4(1)
C(101)	22(2)	30(2)	29(2)	3(1)	-4(1)	2(1)
C(102)	27(2)	31(2)	38(2)	0(1)	-5(1)	1(1)
C(103)	29(2)	31(2)	46(2)	-8(2)	-2(1)	1(2)
C(104)	23(2)	40(2)	44(2)	-7(2)	-2(1)	3(1)
C(105)	19(1)	40(2)	40(2)	-4(2)	-1(1)	-3(1)
C(106)	28(2)	31(2)	29(2)	0(1)	-4(1)	0(1)
C(107)	33(2)	27(2)	55(2)	1(2)	2(2)	1(1)
C(108)	119(5)	100(4)	137(5)	-74(4)	77(4)	-78(4)
C(109)	101(4)	108(5)	144(5)	87(4)	-41(4)	-49(4)
C(110)	27(2)	46(2)	58(2)	-14(2)	5(2)	3(2)
C(111)	27(2)	97(4)	86(3)	-28(3)	6(2)	5(2)
C(112)	79(3)	99(4)	83(3)	13(3)	40(3)	35(3)
C(113)	29(2)	30(2)	40(2)	-4(1)	6(1)	-3(1)
C(114)	46(2)	32(2)	59(2)	-3(2)	7(2)	-5(2)
C(115)	58(2)	53(2)	43(2)	-12(2)	-1(2)	-14(2)
C(221)	66(3)	61(3)	30(2)	4(2)	-5(2)	-17(2)
C(241)	76(3)	29(2)	76(3)	1(2)	30(2)	-7(2)
C(261)	47(2)	54(3)	53(2)	11(2)	-14(2)	-4(2)
C(421)	30(2)	32(2)	35(2)	8(1)	11(1)	2(1)
C(422)	39(2)	40(2)	40(2)	9(2)	9(2)	-1(2)
C(423)	49(2)	32(2)	56(2)	5(2)	16(2)	1(2)
C(441)	27(2)	116(4)	91(4)	68(3)	-4(2)	-7(2)
C(442)	89(4)	111(5)	172(7)	31(5)	-79(4)	-29(4)
C(443)	40(2)	126(5)	118(4)	49(4)	11(3)	31(3)
C(461)	36(2)	27(2)	28(2)	4(1)	10(1)	2(1)
C(462)	48(2)	32(2)	42(2)	8(2)	9(2)	1(2)
C(463)	71(3)	37(2)	34(2)	2(2)	17(2)	5(2)
C(521)	51(2)	41(2)	34(2)	-6(2)	1(2)	-8(2)
C(541)	89(3)	34(2)	53(2)	-9(2)	18(2)	2(2)
C(561)	40(2)	44(2)	44(2)	6(2)	-5(2)	-8(2)
C(721)	76(3)	47(2)	39(2)	-12(2)	21(2)	-12(2)
C(741)	94(4)	54(3)	59(3)	20(2)	21(3)	7(3)
C(761)	40(2)	32(2)	31(2)	-4(1)	7(1)	-1(2)
C(821)	56(2)	36(2)	49(2)	-6(2)	9(2)	10(2)
C(841)	96(4)	95(4)	66(3)	40(3)	-9(3)	15(3)
C(861)	47(2)	47(2)	33(2)	-10(2)	10(2)	-9(2)

Tabelle A.75. Vollständiges Verzeichnis der Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **24b**.

Eu-N(4)	2,571(2)	C(56)-C(561)	1,513(4)
Eu-N(1)	2,581(2)	C(61)-C(62)	1,414(4)
Eu-N(6)	2,659(2)	C(61)-C(66)	1,418(4)
Eu-N(3)	2,676(2)	C(62)-C(63)	1,396(4)

Eu-N(5)	3,020(2)	C(62)-C(71)	1,494(4)
Eu-N(2)	3,028(2)	C(63)-C(64)	1,383(4)
N(1)-N(2)	1,314(3)	C(64)-C(65)	1,381(4)
N(1)-C(11)	1,425(3)	C(65)-C(66)	1,391(4)
N(2)-N(3)	1,321(3)	C(66)-C(81)	1,507(4)
N(3)-C(31)	1,440(3)	C(71)-C(76)	1,412(4)
N(4)-N(5)	1,317(3)	C(71)-C(72)	1,418(4)
N(4)-C(61)	1,424(3)	C(72)-C(73)	1,400(5)
N(5)-N(6)	1,320(3)	C(72)-C(721)	1,507(5)
N(6)-C(91)	1,440(4)	C(73)-C(74)	1,386(5)
C(11)-C(12)	1,410(4)	C(74)-C(75)	1,391(5)
C(11)-C(16)	1,423(4)	C(74)-C(741)	1,522(5)
C(12)-C(13)	1,385(4)	C(75)-C(76)	1,396(4)
C(12)-C(21)	1,500(4)	C(76)-C(761)	1,507(4)
C(13)-C(14)	1,384(5)	C(81)-C(86)	1,406(4)
C(14)-C(15)	1,388(5)	C(81)-C(82)	1,408(4)
C(15)-C(16)	1,401(4)	C(82)-C(83)	1,388(5)
C(16)-C(51)	1,502(4)	C(82)-C(821)	1,519(4)
C(21)-C(22)	1,409(4)	C(83)-C(84)	1,384(5)
C(21)-C(26)	1,417(4)	C(84)-C(85)	1,381(5)
C(22)-C(23)	1,393(4)	C(84)-C(841)	1,517(5)
C(22)-C(221)	1,501(5)	C(85)-C(86)	1,394(5)
C(23)-C(24)	1,403(5)	C(86)-C(861)	1,513(5)
C(24)-C(25)	1,391(5)	C(91)-C(96)	1,401(4)
C(24)-C(241)	1,511(5)	C(91)-C(92)	1,415(4)
C(25)-C(26)	1,394(4)	C(92)-C(93)	1,398(4)
C(26)-C(261)	1,499(5)	C(92)-C(101)	1,499(4)
C(31)-C(36)	1,402(4)	C(93)-C(94)	1,388(4)
C(31)-C(32)	1,416(4)	C(94)-C(95)	1,388(4)
C(32)-C(33)	1,405(4)	C(95)-C(96)	1,378(4)
C(32)-C(41)	1,500(4)	C(101)-C(102)	1,414(4)
C(33)-C(34)	1,373(4)	C(101)-C(106)	1,418(4)
C(34)-C(35)	1,386(5)	C(102)-C(103)	1,402(4)
C(35)-C(36)	1,380(4)	C(102)-C(107)	1,527(4)
C(41)-C(42)	1,416(4)	C(103)-C(104)	1,377(4)
C(41)-C(46)	1,418(4)	C(104)-C(105)	1,375(4)
C(42)-C(43)	1,380(4)	C(104)-C(110)	1,528(4)
C(42)-C(421)	1,537(4)	C(105)-C(106)	1,403(4)
C(43)-C(44)	1,390(4)	C(106)-C(113)	1,534(4)
C(44)-C(45)	1,393(4)	C(107)-C(108)	1,501(5)
C(44)-C(441)	1,533(5)	C(107)-C(109)	1,527(6)
C(45)-C(46)	1,395(4)	C(110)-C(111)	1,490(5)
C(46)-C(461)	1,534(4)	C(110)-C(112)	1,536(6)
C(51)-C(56)	1,404(4)	C(113)-C(114)	1,524(5)
C(51)-C(52)	1,409(4)	C(113)-C(115)	1,535(5)
C(52)-C(53)	1,394(4)	C(421)-C(422)	1,525(4)
C(52)-C(521)	1,509(4)	C(421)-C(423)	1,544(4)
C(53)-C(54)	1,386(5)	C(441)-C(443)	1,533(7)
C(54)-C(55)	1,388(5)	C(441)-C(442)	1,555(8)
C(54)-C(541)	1,524(5)	C(461)-C(462)	1,529(4)
C(55)-C(56)	1,392(5)	C(461)-C(463)	1,538(4)
N(4)-Eu-N(1)	172,03(7)	C(55)-C(54)-C(541)	120,5(3)
N(4)-Eu-N(6)	49,61(7)	C(54)-C(55)-C(56)	122,0(3)
N(1)-Eu-N(6)	123,98(7)	C(55)-C(56)-C(51)	119,4(3)
N(4)-Eu-N(3)	123,61(7)	C(55)-C(56)-C(561)	119,2(3)
N(1)-Eu-N(3)	49,03(7)	C(51)-C(56)-C(561)	121,4(3)
N(6)-Eu-N(3)	92,31(7)	C(62)-C(61)-C(66)	118,7(3)
N(1)-Eu-N(5)	146,78(7)	C(62)-C(61)-N(4)	114,6(2)
N(3)-Eu-N(5)	103,56(7)	C(66)-C(61)-N(4)	126,5(3)
N(4)-Eu-N(2)	146,52(7)	C(63)-C(62)-C(61)	120,0(3)
N(6)-Eu-N(2)	103,32(7)	C(63)-C(62)-C(71)	117,8(3)
N(5)-Eu-N(2)	122,40(6)	C(61)-C(62)-C(71)	122,1(3)

N(2) -N(1) -C(11)	115,7(2)	C(64) -C(63) -C(62)	121,1(3)
N(2) -N(1) -Eu	96,60(16)	C(65) -C(64) -C(63)	118,8(3)
C(11) -N(1) -Eu	134,18(18)	C(64) -C(65) -C(66)	122,5(3)
N(1) -N(2) -N(3)	111,9(2)	C(65) -C(66) -C(61)	118,9(3)
N(1) -N(2) -Eu	57,87(14)	C(65) -C(66) -C(81)	114,9(3)
N(3) -N(2) -Eu	62,04(13)	C(61) -C(66) -C(81)	126,0(3)
N(2) -N(3) -C(31)	109,1(2)	C(76) -C(71) -C(72)	119,0(3)
N(2) -N(3) -Eu	92,11(15)	C(76) -C(71) -C(62)	120,3(3)
C(31) -N(3) -Eu	136,05(17)	C(72) -C(71) -C(62)	120,4(3)
N(5) -N(4) -C(61)	114,3(2)	C(73) -C(72) -C(71)	118,6(3)
N(5) -N(4) -Eu	96,57(16)	C(73) -C(72) -C(721)	120,0(3)
C(61) -N(4) -Eu	137,63(18)	C(71) -C(72) -C(721)	121,3(3)
N(4) -N(5) -N(6)	112,7(2)	C(74) -C(73) -C(72)	123,0(3)
N(4) -N(5) -Eu	57,75(13)	C(73) -C(74) -C(75)	117,6(3)
N(6) -N(5) -Eu	61,59(14)	C(73) -C(74) -C(741)	121,8(3)
N(5) -N(6) -C(91)	109,8(2)	C(75) -C(74) -C(741)	120,6(3)
N(5) -N(6) -Eu	92,52(15)	C(74) -C(75) -C(76)	122,1(3)
C(91) -N(6) -Eu	136,25(18)	C(75) -C(76) -C(71)	119,7(3)
C(12) -C(11) -C(16)	118,4(3)	C(75) -C(76) -C(761)	118,8(3)
C(12) -C(11) -N(1)	114,5(3)	C(71) -C(76) -C(761)	121,5(3)
C(16) -C(11) -N(1)	127,0(3)	C(86) -C(81) -C(82)	119,2(3)
C(13) -C(12) -C(11)	121,7(3)	C(86) -C(81) -C(66)	121,7(3)
C(13) -C(12) -C(21)	118,4(3)	C(82) -C(81) -C(66)	118,5(3)
C(11) -C(12) -C(21)	119,8(3)	C(83) -C(82) -C(81)	119,5(3)
C(14) -C(13) -C(12)	120,2(3)	C(83) -C(82) -C(821)	119,5(3)
C(13) -C(14) -C(15)	119,0(3)	C(81) -C(82) -C(821)	121,0(3)
C(14) -C(15) -C(16)	122,7(3)	C(84) -C(83) -C(82)	122,2(3)
C(15) -C(16) -C(11)	118,0(3)	C(85) -C(84) -C(83)	117,6(3)
C(15) -C(16) -C(51)	114,4(3)	C(85) -C(84) -C(841)	120,8(4)
C(11) -C(16) -C(51)	127,5(3)	C(83) -C(84) -C(841)	121,6(4)
C(22) -C(21) -C(26)	119,6(3)	C(84) -C(85) -C(86)	122,7(3)
C(22) -C(21) -C(12)	120,7(3)	C(85) -C(86) -C(81)	118,8(3)
C(26) -C(21) -C(12)	119,6(3)	C(85) -C(86) -C(861)	119,6(3)
C(23) -C(22) -C(21)	118,9(3)	C(81) -C(86) -C(861)	121,5(3)
C(23) -C(22) -C(221)	120,9(3)	C(96) -C(91) -C(92)	118,9(3)
C(21) -C(22) -C(221)	120,2(3)	C(96) -C(91) -N(6)	118,4(3)
C(22) -C(23) -C(24)	122,5(3)	C(92) -C(91) -N(6)	122,7(3)
C(25) -C(24) -C(23)	117,5(3)	C(93) -C(92) -C(91)	117,1(3)
C(25) -C(24) -C(241)	121,5(3)	C(93) -C(92) -C(101)	116,5(3)
C(23) -C(24) -C(241)	121,0(3)	C(91) -C(92) -C(101)	126,3(3)
C(24) -C(25) -C(26)	122,1(3)	C(94) -C(93) -C(92)	123,5(3)
C(25) -C(26) -C(21)	119,3(3)	C(93) -C(94) -C(95)	118,4(3)
C(25) -C(26) -C(261)	121,0(3)	C(96) -C(95) -C(94)	119,7(3)
C(21) -C(26) -C(261)	119,7(3)	C(95) -C(96) -C(91)	122,3(3)
C(36) -C(31) -C(32)	118,6(3)	C(102) -C(101) -C(106)	118,5(3)
C(36) -C(31) -N(3)	119,0(3)	C(102) -C(101) -C(92)	121,7(3)
C(32) -C(31) -N(3)	122,4(2)	C(106) -C(101) -C(92)	119,6(3)
C(33) -C(32) -C(31)	117,2(3)	C(103) -C(102) -C(101)	119,2(3)
C(33) -C(32) -C(41)	117,3(3)	C(103) -C(102) -C(107)	119,1(3)
C(31) -C(32) -C(41)	125,5(2)	C(101) -C(102) -C(107)	121,4(3)
C(34) -C(33) -C(32)	123,4(3)	C(104) -C(103) -C(102)	122,6(3)
C(33) -C(34) -C(35)	119,1(3)	C(105) -C(104) -C(103)	117,8(3)
C(36) -C(35) -C(34)	119,3(3)	C(105) -C(104) -C(110)	120,6(3)
C(35) -C(36) -C(31)	122,4(3)	C(103) -C(104) -C(110)	121,6(3)
C(42) -C(41) -C(46)	118,8(3)	C(104) -C(105) -C(106)	122,6(3)
C(42) -C(41) -C(32)	120,6(3)	C(105) -C(106) -C(101)	119,1(3)
C(46) -C(41) -C(32)	120,3(3)	C(105) -C(106) -C(113)	116,7(3)
C(43) -C(42) -C(41)	119,7(3)	C(101) -C(106) -C(113)	124,2(3)
C(43) -C(42) -C(421)	117,5(3)	C(108) -C(107) -C(109)	111,7(4)
C(41) -C(42) -C(421)	122,5(3)	C(108) -C(107) -C(102)	114,0(3)
C(42) -C(43) -C(44)	122,4(3)	C(109) -C(107) -C(102)	108,1(3)
C(43) -C(44) -C(45)	117,6(3)	C(111) -C(110) -C(104)	112,9(3)
C(43) -C(44) -C(441)	121,6(3)	C(111) -C(110) -C(112)	110,4(4)

C (45) -C (44) -C (441)	120, 8 (3)	C (104) -C (110) -C (112)	110, 4 (3)
C (44) -C (45) -C (46)	122, 4 (3)	C (114) -C (113) -C (106)	112, 5 (3)
C (45) -C (46) -C (41)	118, 9 (3)	C (114) -C (113) -C (115)	109, 0 (3)
C (45) -C (46) -C (461)	117, 6 (3)	C (106) -C (113) -C (115)	111, 1 (3)
C (41) -C (46) -C (461)	123, 5 (3)	C (422) -C (421) -C (42)	111, 7 (3)
C (56) -C (51) -C (52)	119, 3 (3)	C (422) -C (421) -C (423)	111, 3 (3)
C (56) -C (51) -C (16)	121, 3 (3)	C (42) -C (421) -C (423)	110, 2 (3)
C (52) -C (51) -C (16)	118, 5 (3)	C (443) -C (441) -C (44)	112, 1 (4)
C (53) -C (52) -C (51)	119, 3 (3)	C (443) -C (441) -C (442)	111, 3 (4)
C (53) -C (52) -C (521)	119, 9 (3)	C (44) -C (441) -C (442)	108, 9 (4)
C (51) -C (52) -C (521)	120, 8 (3)	C (462) -C (461) -C (46)	113, 2 (3)
C (54) -C (53) -C (52)	121, 9 (3)	C (462) -C (461) -C (463)	108, 3 (3)
C (53) -C (54) -C (55)	118, 0 (3)	C (46) -C (461) -C (463)	111, 3 (3)
C (53) -C (54) -C (541)	121, 4 (3)		

Mein Dank gilt

Herrn Prof. Dr. G. Becker für die mir gewährte Unterstützung

Herrn Prof. Dr. D. Gudat für die Übernahme des Korreferats

Herrn Prof. Dr. M. Niemeyer für die Messung und Verfeinerung der Einkristallstrukturdaten sowie die Durchführung der quantenchemischen Rechnungen.

Herrn Dr. F. Lissner für die Messung der Pulverdiffraktogramme

Frau K. Török für die Aufnahme der NMR-Spektren,

Frau B. Förtsch für die Durchführung der Elementaranalysen,

den Mitgliedern der glastechnischen, mechanischen und elektronischen Werkstätten für ihre Hilfsbereitschaft,

all meinen Kollegen am Institut für Anorganische Chemie für die Hilfsbereitschaft.

und ganz besonders meiner Familie für Ihre liebevolle Unterstützung