

# **Reaktion von Übergangsmetallhydrid- Komplexen mit Tetrylenen und Ein-Elektronen-Reduktion von Halogentetranen**

Disserstation zur Erlangung des Grades „Doktor der  
Naturwissenschaften“ im Promotionsfach Chemie

am Fachbereich Chemie, Pharmazie und Geowissenschaften  
der Johannes Gutenberg-Universität in Mainz

Johannes A. B. Hartrath  
geb. in Mainz

Mainz, 2013

Dekan:



1. Berichterstatter:



2. Berichterstatter:



Tag der mündlichen Prüfung: 2.08.2013

D77 (Dissertation Universität Mainz)

Ich danke

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

[REDACTED]

# Inhaltsverzeichnis

|  |    |
|--|----|
| A. Einleitung .....  | 1  |
| B. Gang der Untersuchung.....  | 20 |
| 1. Überblick und Zielsetzung.....  | 20 |
| 1.1. Erzeugung heteroleptischer Radikale über Reduktion von Halogenetranen .....   | 20 |
| 1.2. Reaktionen von Tetrylenen mit Übergangsmetallhydrid-Komplexen .....   | 22 |
| 2. Darstellung der Halogenettrane und Bishalogendistannane .....   | 23 |
| 2.1. Darstellung von Halogenstannanen.....   | 25 |
| 2.1.1. ClSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1a</b> ) .....   | 25 |
| 2.1.2. BrSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1b</b> ).....  | 28 |
| 2.1.3. ISnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1c</b> ) .....  | 30 |
| 2.1.4. BrSn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> Ph ( <b>1d</b> ) .....                     | 31 |
| 2.1.5. ISn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> Ph ( <b>1e</b> ) .....                      | 34 |
| 2.1.6. BrSn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> Ph ( <b>1f</b> ) .....                      | 36 |
| 2.1.7. ISn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> Ph ( <b>1g</b> ).....                        | 36 |
| 2.1.8. Strukturaufklärende Untersuchungen von Verbindungen <b>1a</b> bis <b>1g</b> ...   | 39 |
| 2.2. Darstellung von Bishalogendistannanen.....  | 45 |
| 2.2.1. ClHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> Cl ( <b>2a</b> ).....                                   | 45 |
| 2.2.2. BrHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> Br ( <b>2b</b> ) .....                                  | 48 |
| 2.2.3. IHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> I ( <b>2c</b> ) .....                                    | 49 |
| 2.2.4. IHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> Br ( <b>2d</b> ).....                                    | 52 |
| 2.2.5. ISit <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnSit <sub>2</sub> I ( <b>2e</b> ).....                                     | 53 |
| 2.2.6. Strukturaufklärende Untersuchungen von Verbindungen <b>2a</b> bis <b>2e</b> ...   | 54 |
| 2.3. Syntheseversuche ausgewählter Plumbane .....  | 59 |
| 2.3.1. IPbHyp <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu ( <b>3a</b> ).....  | 59 |
| 2.3.2. Reaktion von Pb[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> mit Brombenzol in Benzol .....   | 60 |
| 3. Reduktion von Halogenetranen und Bishalogendistannanen .....  | 63 |
| 3.1. Umsetzung von Decamethylcobaltocen (CoCp* <sub>2</sub> ) mit Halogenstannanen.....  | 63 |
| 3.1.1. Reaktion von BrSnHyp <sub>2</sub> Ph mit CoCp* <sub>2</sub> .....   | 63 |
| 3.1.2. Reaktion von ISn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> Ph mit CoCp* <sub>2</sub> ..... | 66 |
| 3.2. Umsetzung von Bishalogendistannanen mit CoCp* <sub>2</sub> .....  | 68 |
| 3.2.1. Reaktion von ISit <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnSit <sub>2</sub> I mit CoCp* <sub>2</sub> .....              | 68 |
| 3.3. Umsetzung von Halogenplumbanen mit CoCp* <sub>2</sub> .....   | 71 |
| 3.3.1. Reaktion von IPbHyp <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu mit CoCp* <sub>2</sub> .....   | 71 |
| 3.3.2. Reaktion von IPbHyp <sub>2</sub> Ph mit CoCp* <sub>2</sub> .....  | 74 |



|   |            |
|---|------------|
| 3.3.3. Reaktion von BrPbHyp <sub>2</sub> (1-Ad) mit CoCp* <sub>2</sub> .....  | 77         |
| 4. Umsetzungen von Tetrylenen mit Metallhydrid-Komplexen.....   | 79         |
| 4.1. Reaktionen von Metallhydrid-Komplexen mit Stannylenen .....  | 79         |
| 4.1.1 Reaktion von Sn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> .....  | 79         |
| 4.1.2 Reaktion von Sn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> .....   | 84         |
| 4.2. Reaktionen von Metallhydrid-Komplexen mit Plumbylenen .....  | 85         |
| 4.2.1. Reaktion von PbHyp <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> .....   | 85         |
| 4.2.2. Reaktion von Pb[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> .....  | 88         |
| 4.2.3. Reaktion von Pb[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> WH <sub>2</sub> .....   | 89         |
| 5. Weiterführende Reaktionen.....   | 94         |
| 5.1. Zersetzung von [CoCp* <sub>2</sub> ][PbHyp <sub>2</sub> l] .....   | 94         |
| <b>C. Experimenteller Teil .....</b>  | <b>101</b> |
| 1. Allgemeines .....  | 101        |
| 2. Synthesen und spektroskopische Daten .....   | 107        |
| 2.1. Darstellung der Vorstufen .....  | 107        |
| 2.1.1. Kaliumsilanide und Silane .....  | 107        |
| 2.1.2. Organometallische Übergangsmetallhydride und ihre Liganden .....   | 110        |
| 2.1.2. Stannylene und Plumbylene.....   | 112        |
| 2.2. Synthese von Halogenetranen.....   | 116        |
| 2.2.1. Synthese der Halogenstannane .....   | 116        |
| 2.2.2. Synthese der Bishalogendistannane .....  | 121        |
| 2.2.3. Synthese von Plumbanen und Diplumbanen.....  | 125        |
| 2.3. CoCp* <sub>2</sub> in Reaktion mit Halogenstannanen und Bishalogendistannanen ..   | 128        |
| 2.3.1. Reaktion von CoCp* <sub>2</sub> mit IPbHyp <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu.....   | 128        |
| 2.3.2. Reaktion von CoCp* <sub>2</sub> mit BrPbHyp <sub>2</sub> (1-Ad) .....  | 129        |
| 2.3.3. Reaktion von CoCp* <sub>2</sub> mit IPbHyp <sub>2</sub> Ph .....   | 129        |
| 2.4. Umsetzung von Tetrylenen mit Metallhydrid-Komplexen .....  | 130        |
| 2.4.1. Reaktion von Sn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> ..... | 130        |
| 2.4.2. Reaktion von PbHyp <sub>2</sub> mit Cp <sub>2</sub> MoH <sub>2</sub> .....   | 131        |
| 2.5. Weiterführende Reaktionen.....   | 132        |
| <b>D. Ausblick.....</b>   | <b>133</b> |
| <b>E. Anhang.....</b>   | <b>140</b> |
| 1. Verwendete Abkürzungen.....  | 140        |
| 2. Liste der Verbindungen.....  | 142        |
| 3. NMR-Daten der Edukte .....   | 144        |

|   |     |
|---|-----|
| 3.1. Halogenierte Aromaten .....  | 144 |
| 3.1.1. Chlorbenzol .....  | 144 |
| 3.1.2. Brombenzol .....   | 144 |
| 3.1.3. Iodbenzol .....  | 144 |
| 3.1.4. 1,4-Dichlorbenzol .....  | 145 |
| 3.1.5. 1,4-Dibrombenzol .....   | 145 |
| 3.1.6. 1,4-Diiodbenzol .....  | 145 |
| 3.1.7. 4-Bromiodbenzol .....  | 145 |
| 3.2. Silane .....   | 146 |
| 3.2.1. Tetrakis(trimethylsilyl)silan .....  | 146 |
| 3.2.2. Tert.-Butyldimethylchlorsilan .....  | 146 |
| 3.2.3. Triisopropylchlorsilan .....   | 146 |
| 4. Röntgendiffraktometrische Daten .....  | 147 |
| 4.1.1. ClSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1a</b> ) .....  | 147 |
| 4.1.2. BrSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1b</b> ) .....  | 153 |
| 4.1.3. BrSn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> Ph ( <b>1d</b> ) .....  | 159 |
| 4.1.4. ISn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> Ph ( <b>1e</b> ) .....   | 164 |
| 4.1.5. ISn[Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> Ph ( <b>1g</b> ) .....  | 170 |
| 4.1.6. ClHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> Cl ( <b>2a</b> ) .....   | 177 |
| 4.1.7. BrHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> Br ( <b>2b</b> ) .....   | 182 |
| 4.1.8. IHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> I ( <b>2c</b> ) .....   | 193 |
| 4.1.9. BrHyp <sub>2</sub> Sn(1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )SnHyp <sub>2</sub> I ( <b>2d</b> ) .....  | 200 |
| 4.1.10. IPbHyp <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu ( <b>3a</b> ) .....   | 208 |
| 4.1.11. Hyp <sub>2</sub> PbPh <sub>2</sub> ( <b>3b</b> ) .....  | 213 |
| 4.1.12. Ph <sub>4</sub> Pb <sub>2</sub> [Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> ( <b>4</b> ) .....                                    | 218 |
| 4.1.13. (C <sub>5</sub> Me <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> CoBr ( <b>5a</b> ) .....   | 223 |
| 4.1.14. (C <sub>5</sub> Me <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> CoI ( <b>5b</b> ) .....  | 228 |
| 4.1.15. (C <sub>5</sub> Me <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> Co[PbI <sub>3</sub> ] ( <b>5e</b> ) .....  | 233 |
| 4.1.16. Co[C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> I ( <b>5f</b> ) .....   | 240 |
| 4.1.17. (C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> )(C <sub>14</sub> H <sub>24</sub> )Co ( <b>6</b> ) .....   | 245 |
| 4.1.18. <i>cis</i> -[Cp <sub>2</sub> Mo] <sub>2</sub> [HSnSi(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> ( <i>cis</i> - <b>7</b> ) .....     | 250 |
| 4.1.19. <i>trans</i> -[Cp <sub>2</sub> Mo] <sub>2</sub> [HSnSi(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sub>2</sub> <sup>t</sup> Bu] <sub>2</sub> ( <i>trans</i> - <b>7</b> ) ..... | 261 |
| 4.1.20. Cp <sub>2</sub> MoHyp(H) ( <b>8a</b> ) .....  | 273 |
| 4.1.21. {[Cp <sub>2</sub> (H)W] <sub>2</sub> PbWCp(H)C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ] <sub>2</sub> [KN(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> ( <b>9</b> ) .....          | 279 |
| 5. Literaturverzeichnis .....   | 288 |

# A. Einleitung

Molekulare Verbindungen der schweren Tetrele (Si, Ge, Sn und Pb) mit Koordinationszahlen kleiner als 4 sind ungewöhnlich und stellen eine synthetische Herausforderung dar. Dabei handelt es sich beispielsweise um Tetrylene, d.h. Carbenhomologe der Gruppe 14, oder auch dreiwertige Tetrylradikale. Diese niedervalenten Verbindungen sind sehr reaktionsfreudig und dimerisieren bzw. disproportionieren leicht. Um sie dennoch zu stabilisieren, setzt man sperrige, vorzugsweise elektronenschiebende Gruppen ein. Prototypische Vertreter aus dieser Gruppe sind silylorganische Liganden, wie etwa der Tris(trimethylsilyl)silylrest  $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3$  (auf Vorschlag von *N. Wiberg* auch als „Hypersilyl“ bezeichnet, „Hyp“ abgekürzt<sup>1)</sup> und von ihm abgeleitete Derivate, die durch besondere elektronische und sterische Eigenschaften hervorstechen <sup>[1a-c]</sup>. Auf diese Art und Weise gelang es z.B. *Klinkhammer*, isolierbare Carbenhomologe des Zinns und des Bleis, wie Dihypersilylstannylene und Dihypersilylplumbylene, zu isolieren <sup>[2]</sup>.

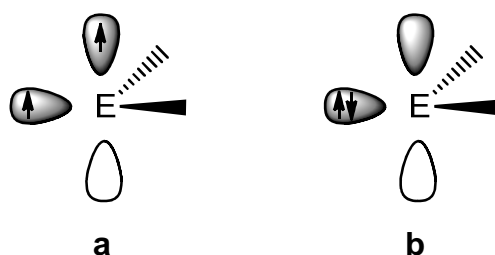
Aufgrund der geringen Unterschiede der Elektronegativitäten der Elemente der Gruppe 14 des Periodensystems ist die Klassifizierung von Verbindungen, in denen diese Elemente aneinander gebunden vorliegen, aufgrund unterschiedlicher Oxidationsstufen nicht sehr hilfreich. Außerdem sinkt die Elektronegativität – anders als in den meisten anderen Hauptgruppen – nicht stetig mit steigender Ordnungszahl. So ist z.B. Silicium (nach der Pauling-Skala) elektropositiver als Germanium <sup>[3]</sup>. Gründe hierfür liegen in dem Anstieg der effektiven Kernladung der 4p-Elemente (hervorgerufen durch den Einschub der ersten Übergangsmetallreihe). Weiterhin muss berücksichtigt werden, dass die Elektronegativität mit der Wertigkeit des betrachteten Tetrrels, wie z.B.  $\text{Sn}^{2+}$  und  $\text{Sn}^{4+}$ , zunimmt. Die Begriffe „*Bindigkeit*“ oder „*Koordinationszahl*“ (Abkürzung KOZ) umgehen das Problem mit der unregelmäßigen Abfolge der Elektronegativitäten, allerdings wird keine Aussage über die chemischen Eigenschaften getroffen. Daher erfolgt die Einteilung der in dieser Arbeit vorgestellten silylorganischen Zinn- und Bleiverbindungen in Verbindungsklassen.

---

<sup>1</sup> Vorschlag von *N. Wiberg* auf dem X<sup>th</sup> International Symposium on Organosilicon Chemistry in Poznań (Polen), August 1993

## Tetrylene

Bei den molekularen, zweiwertigen Verbindungen der Gruppe 14 handelt es sich um Carbenhomologe der Zusammensetzung  $ER_2$ . Dabei gibt es signifikante Unterschiede zwischen schweren Tetrylenen und den Carbenen hinsichtlich des elektronischen Grundzustandes sowie struktureller Merkmale: Carbene befinden sich häufig in einem Triplett-Grundzustand (Ausnahme bilden z.B. die Arduengo-Carbene [4]). Plumbylene, Stannylene, Germylene und die meisten Silylene nehmen hingegen aufgrund der höheren Singulett-Triplett-Promotionsenergie (wenig ausgeprägte s-p-Hybridisierung) und geringerer Bindungsenergien fast ausschließlich einen Singulett-Grundzustand an (siehe **Abb. A.1**). Eine strukturelle Folge der fehlenden oder gering ausgeprägten s-p-Hybridisierung sind längere E-R-Abstände und vergleichsweise kleine R-E-R-Bindungswinkel. Die Grenzorbitale haben weitestgehend den Charakter eines besetzten s-ähnlichen Orbitals (HOMO) sowie eines leeren p-ähnlichen Orbitals (LUMO) am jeweiligen zweifach-koodinierten Zentralatom [5,6].

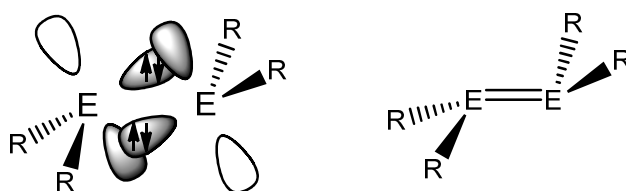


**Abb. A.1:** Tetrylen im a) Triplett- und b) Singulett-Grundzustand.

Der Energieunterschied zwischen den s- und p-Orbitalen ist bei den schweren Tetrylenen deutlich größer als bei den leichten Homologen, was zur Folge hat, dass die Anregung in den Triplett-Zustand und eine Hybridisierung erschwert werden [7]. Dadurch ergibt sich eine charakteristische Lewis-Säure-Base-Amphoterie (Lewis-saures Zentrum: unbesetztes p-Orbital; Lewis-basisches Zentrum: besetztes s-Orbital).

Eine Dimerisierung ist sowohl bei Singulett- als auch bei Triplett-Tetrylenen möglich: Die meisten Carbene dimerisieren durch Überlappung der s- und p-Orbitale zu Alkenen mit „klassischen“ planar konfigurierten Doppelbindung ( $\sigma$ - und  $\pi$ -Bindung). Die schweren Carbenhomologe können aufgrund der Pauli-Repulsion der freien Elektronenpaare und der hohen Promotionsenergie in den Triplett-Zustand nicht zu Verbindungen mit klassischer Doppelbindung dimerisieren. Sie bleiben entweder

Monomere oder dimerisieren über eine doppelte dative Bindung im Sinne einer doppelten Lewis-Säure-Base-Wechselwirkung. Dieser Bindungstypus wurde erstmals von *Lappert* postuliert, nachdem er 1976 erstmals das Stannylen  $\text{Sn}[\text{CH}(\text{SiMe}_3)_2]_2$  <sup>[8a]</sup> sowie das analoge Germylen und Plumbylen <sup>[8b]</sup> synthetisieren und charakterisieren konnte. Während das Plumbylen auch im Festkörper monomer bleibt, weisen die Kristallstrukturen das Germylen und das Stannylen zumindest im Festkörper als dimerisiert aus. Die Substituenten sind in diesen Dimeren aber anders als in Alkenen nicht koplanar angeordnet, sondern weisen eine charakteristische trans-Abwinkelung auf, die sich zwanglos aus dem Modell einer doppelten dativen Bindung ergibt (**Abb. A.2**).



**Abb. A.2:** Bildung einer doppelt dativen Bindung mit trans-abgewinkelter Geometrie.

Eine detailliertere Vorhersage über den Typus der Doppelbindung liefert das CGMT-Modell (Carter-Goddard-Malrieu-Trinquier-Modell), welches einen Zusammenhang zwischen der Dimerisierungsenergie ( $E_{\sigma+\pi}$ ) und der Singulett-Triplett-Energiedifferenz ( $\Sigma \Delta E_{S-T}$ ), die auch stark abhängig von der Wahl der Substituenten ist, beschreibt <sup>[9a-e]</sup>. Es werden drei Fälle unterschieden:

- $\frac{1}{2} E_{\sigma+\pi} > \Sigma \Delta E_{S-T}$                       klassische ( $\sigma, \pi$ )-Doppelbindung
- $E_{\sigma+\pi} > \Sigma \Delta E_{S-T} > \frac{1}{2} E_{\sigma+\pi}$                       doppelt dative Bindung.
- $\Sigma \Delta E_{S-T} > E_{\sigma+\pi}$                                       keine Dimerisierung.

Letzteren Fall beobachtet man vor allem bei Plumbylenen. So zeigt beispielsweise der Vergleich zwischen Dihypersilylstannylen und Dihypersilylplumbylen, dass die Zinn-Verbindung als Dimer ( $[\text{SnHyp}_2]_2$ ) und die Blei-Verbindung als Monomer ( $\text{PbHyp}_2$ ) vorliegt. Dies hängt damit zusammen, dass die Sn-Sn-Bindung einen höheren Energiebeitrag zur Bildung eines Dimers liefert, auch wenn die sterische Beanspruchung der Substituenten sich durch die geringere Größe des Zinns stärker

auswirkt. Es wurde lange an der Existenz von Diplumbenen gezweifelt, bis *Klinkhammer* Ende der 90er Jahre eher zufällig das erste heteroleptische Diplumben  $[\text{Ar}^{\text{F}}\text{HypPb}]_2$  ( $\text{Ar}^{\text{F}} = \text{C}_6\text{H}_2(\text{CF}_3)_3\text{-2,4,6}$ ) isolieren und strukturell charakterisieren konnte <sup>[10]</sup>. Ungefähr ein Jahr später konnten *Klinkhammer* <sup>[11]</sup> und *Weidenbruch* <sup>[12]</sup> nahezu zeitgleich die ersten homoleptischen Vertreter synthetisieren.

Silylene und Germylene stellen hinsichtlich ihrer Dimere Grenzfälle bezüglich der planar und trans-abgewinkelten Konformation dar. Die genaue Vorhersage der Geometrie von Disilenen oder Digermenen mit Hilfe des CGMT-Modells ist aufgrund der notwendigen Berücksichtigung vieler Faktoren sehr schwierig.

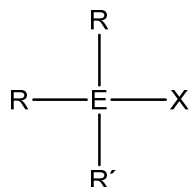
Tetrylene sind wichtige Ausgangssubstanzen für zahlreiche Synthesen von Tetrelverbindungen aller Art <sup>[13]</sup>. So können auf einfachem Wege durch oxidative Addition, z.B. von Aryl- oder Alkylhalogeniden, Halogentetrane synthetisiert werden. Setzt man anstelle von Organylhalogeniden Metallorganyle ein, so gelingt auf ebenso einfache Weise die Erzeugung von Derivaten mit neuartigen Metall-Tetrel-Bindungen.

## *Tetrane*

Der Begriff Tetrane umfasst die vierfach koordinierten Verbindungen der Elemente der vierten Hauptgruppe (bzw. Gruppe 14). Das einfachste wasserstoffsubstituierte Tetran ist das Methan  $\text{CH}_4$ , welches den leichtesten Vertreter der Verbindungsklasse der Alkane bildet. Während aufgrund einer effektiven kinetischen Stabilisierung (große C-C- und C-H-Bindungsenergien; kleine Atomradien) eine schier unüberschaubare Anzahl unterschiedlicher Alkane existiert und diese die Grundlage für alle Verbindungen der organischen Chemie bilden, nimmt die Anzahl an bekannten Wasserstoffverbindungen der übrigen Tetrele mit zunehmender Ordnungszahl ab. Auch wenn noch zahlreiche Silicium- und Germaniumhomologe, die sogenannten Silane und Germane, synthetisiert werden konnten (Germane sind sogar anders als die entsprechenden Silanen weniger oxidationsempfindlich), so sind bei den Zinnhomologen nur das thermisch einigermaßen beständige Monostannan  $\text{SnH}_4$  sowie das deutlich unbeständigere Distannan  $\text{Sn}_2\text{H}_6$  als definierte isolierbare Derivate bekannt. Bei den Bleiwasserstoffspezies kennt man nur das bei sehr tiefen Temperaturen nachweisbare Monoplumban  $\text{PbH}_4$ .

Durch den Ersatz der Wasserstoffatome durch größere Reste, wie etwa Alkyl- oder Arylgruppen, lässt sich die thermische Beständigkeit der schweren Tetrane erhöhen. Dabei gibt es sowohl symmetrische (mit vier identischen Substituenten) als auch unsymmetrische Tetrane. Ein bekannter Vertreter für ein unsymmetrisches Zinnorganyl ist z.B. das Tri-n-butylzinnhydrid, welches u.a. in der organischen Synthese zur Decarboxylierung von Estern (Barton-McCombie-Reaktion) <sup>[14]</sup> verwendet wird. Aufgrund der hohen Toxizität und cancerogenen Wirkung dieser Verbindungen wurde die weltweite Produktion in den letzten Jahren drastisch reduziert, dennoch sind zinnorganische Verbindungen auch in heutiger Zeit unentbehrlich, z.B. eignet sich Tetramethylzinn als Precursor zur Herstellung von Gassensoren im MOCVD-Verfahren (Metalorganic Chemical Vapor Deposition) <sup>[15]</sup>. Ähnliche gesundheitliche Risiken ergeben sich ebenfalls für Bleialkyle: Das cancerogene Tetraethylblei wurde bis in die 1980er Jahren als Antiklopfmittel für PKW-Kraftstoffe eingesetzt, jedoch ist mittlerweile dieses Additiv weitgehend durch diverse Ether ersetzt worden <sup>[16]</sup>. Heute ist es nur noch in einzelnen Flugbenzingemischen enthalten, wie z.B. AvGas 100 (Aviation Gasoline), welches für Wankelflugmotoren verwendet wird.

Die vorliegende Arbeit befasst sich u.a. mit sterisch abgeschirmten, unsymmetrischen Halogenstannanen und -plumbanen der Form  $ER_2R'X$  (E= Sn, Pb; R = silylorganischer Rest; R' = Aryl, Alkyl; X = Br, I) (siehe **Abb. A.3**). Einige Vertreter der Form  $EHyp_2R'X$  (E = Sn, Pb; Hyp = Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; X = Br, I, Cl) wurden in Anlehnung an *Lappert, Power, Slide et al.* <sup>[17a]</sup> und *West* <sup>[17b]</sup> bereits vor einigen Jahren in unserer Arbeitsgruppe von *Marco Becker* dargestellt und eingehend charakterisiert <sup>[18]</sup>.

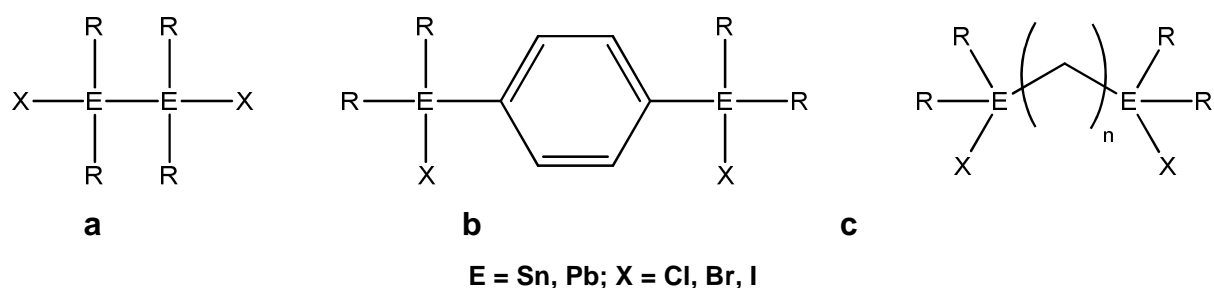


E = Sn, Pb; R = Silylrest, R' = Aryl, Alkyl

**Abb. A.3:** Allgemeine Strukturformel eines Halogenetetrans.

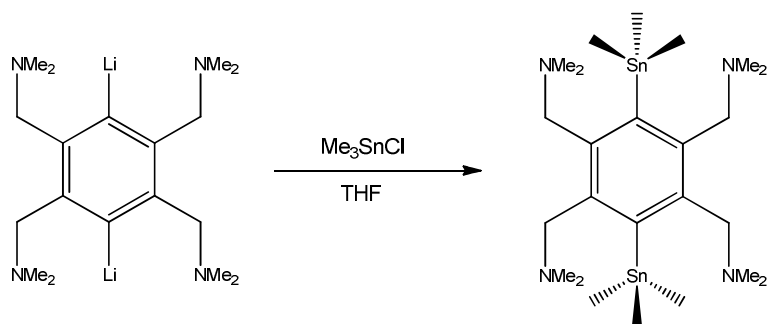
Weitere Vertreter der Stannane konnten im Rahmen dieser Arbeit synthetisiert und strukturell bestimmt werden. Sie sollten zur Erzeugung von Tetrylradikalen eingesetzt werden (siehe Abschnitt **B.2.1**).

Schwieriger gestaltet sich die Einteilung von Derivaten mit zwei Zinnatomen. Man unterscheidet zwischen den Vertretern der Ditetrane, bei denen die Tetrelatome über eine Element-Element-Bindung verknüpft sind, sowie den Bistetranen, bei denen die Tetrelatome über eine verbrückende organische Gruppe, wie beispielsweise Arylen/Alkylreste, verknüpft sind (**Abb. A.4**). Jeweils einen Vertreter des Typs **b** und **c** (für  $E = \text{Sn}$ ,  $X = \text{I}$ ,  $R = \text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$  und  $n = 5$ ) konnte *Weimar* darstellen und charakterisieren <sup>[19]</sup>. Auf die Darstellung weiterer Derivate des Typs **c** wird im Verlauf der Arbeit näher eingegangen.



**Abb. A.4:** Element-Element-verknüpftes Dihalogenitetran (**a**), aryl- (**b**) und alkylverbrücktes Dihalogenbistetran (**c**).

Die ersten 1,4-arylenverbrückten Bisstannane, die auch kristallographisch untersucht wurden, konnten 1997 von *Steenwinkel et al.*, durch Umsetzung einer aminosubstituierten Dilithiophenylverbindung mit Trimethylchlorstannan erhalten werden (**Abb A.5**). <sup>[20a]</sup>



**Abb. A.5:** Darstellung eines 1,4-arylenverbrückten Bisstannans <sup>[20a]</sup>.

Die ersten Berichte zur Darstellung solcher Verbindungen reichen bis 1954 zurück, allerdings ohne umfassende Analysen <sup>[20b]</sup>.

Halogenierte arylenverbrückte Bisstannane wurden erstmals um 2006 von *Pannel et al.* synthetisiert. Dabei stellte man fest, dass einige dieser Verbindungen tumorbekämpfende Eigenschaften besitzen und somit Potential für zukünftige



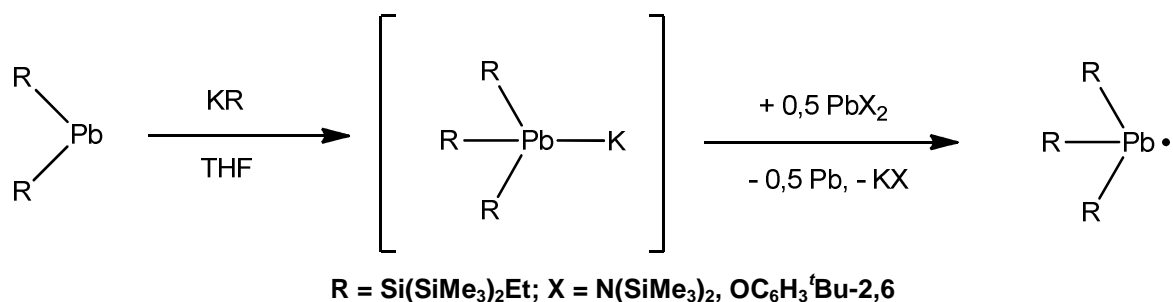
Untersuchungen haben <sup>[21]</sup>. Alkylenverbrückte Dihalogenbisstannane, wie z.B. Bis(chlordiphenylstannyl)methan, konnten erstmals 1984 von *Gielen* und *Jurkschat* isoliert und kristallographisch charakterisiert werden <sup>[22a-b]</sup>; kurz zuvor wurde bereits über die DMSO-stabilisierte Derivate berichtet <sup>[23a-b]</sup>.

Die Anzahl an verbrückten Oligoplumbanen ist sehr gering. Jedoch konnte interessanterweise bereits 1970 das ungewöhnliche und erstaunlich stabile Tetrakis(bromdiphenylplumbyl)methan dargestellt <sup>[24a]</sup> und dessen Struktur bestimmt werden <sup>[24b]</sup>. Arylenverbrückte Dihalogenbisplumbane wurden unseres Wissens bislang nicht beschrieben. An komplexeren Verbindungen ist lediglich das durch von *Lukin et al.* publizierte Tris(triethylplumbyl)-2,4,6,8-tetranitrocuban bekannt <sup>[25]</sup>.

## *Einkernige Tetrylradikale*

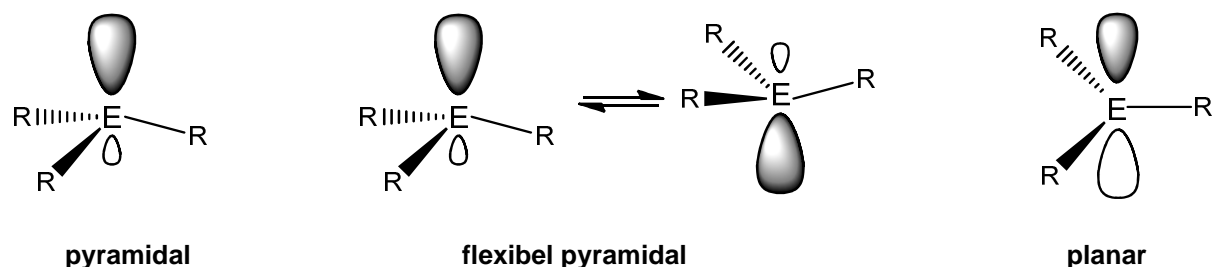
Die Entdeckung des Triphenylkohlenstoffradikals <sup>[26]</sup> von *Gomberg* im Jahre 1900 gilt als Startpunkt der Radikalchemie, die sich in der organischen Chemie bzw. in der makromolekularen Chemie als wichtiger Zweig etabliert hat. Die erste kristallographische Aufklärung gelang *Andersen* und *Klewe* im Jahre 1967 mit dem Tris-*p*-nitrophenylmethylradikal <sup>[27]</sup>. Zwischenzeitig wurden zahlreiche persistente, kohlenstoffzentrierte Radikale erzeugt und strukturell charakterisiert <sup>[28-33]</sup>.

Wenige Jahre später wurden die ersten Radikale der schweren Tetrele entdeckt. Die ersten persistenten Germanyl- bzw. Stannylradikale des Typs  $\cdot E[Y(\text{SiMe}_3)_2]_3$  (mit E = Ge, Sn; Y = N, CH) wurden von *Lappert et al.* durch den Einsatz sterisch anspruchsvoller Gruppen erzeugt und EPR-spektroskopisch untersucht <sup>[34,35]</sup>. Erst 30 Jahre später gelang es *Sekiguchi et al.*, stabile Germanyl- bzw. Stannylradikale des Typs  $\cdot E[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2^t\text{Bu}]_3$  durch Oxidation von entsprechenden Natrium- und Kaliumtetraniden zu isolieren <sup>[36,37]</sup>. Über diesen Reaktionsweg war es *Förster, Klinkhammer et al.* im Jahre 2007 möglich, das erste stabile Plumbylradikal  $\cdot \text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Et}]_3$  zu synthetisieren (**Abb. A.6**) <sup>[38,13]</sup>. Seitdem konnte in unserer Arbeitsgruppe eine Reihe weiterer Stannyl- und Plumbylradikale erzeugt und ESR-spektroskopisch untersucht werden <sup>[39,40]</sup>.



**Abb. A.6:** Syntheseweg zu einem Plumbylradikal über ein in-situ hergestelltes Kaliumplumbanid.

Strukturell kann man drei Typen von Tetrylradikalen unterscheiden: Radikale mit pyramidalen, flexibel pyramidalen und planaren Konformation, die vor allem von den Substituenten abhängig ist (**Abb. A.7**)<sup>[41]</sup>.



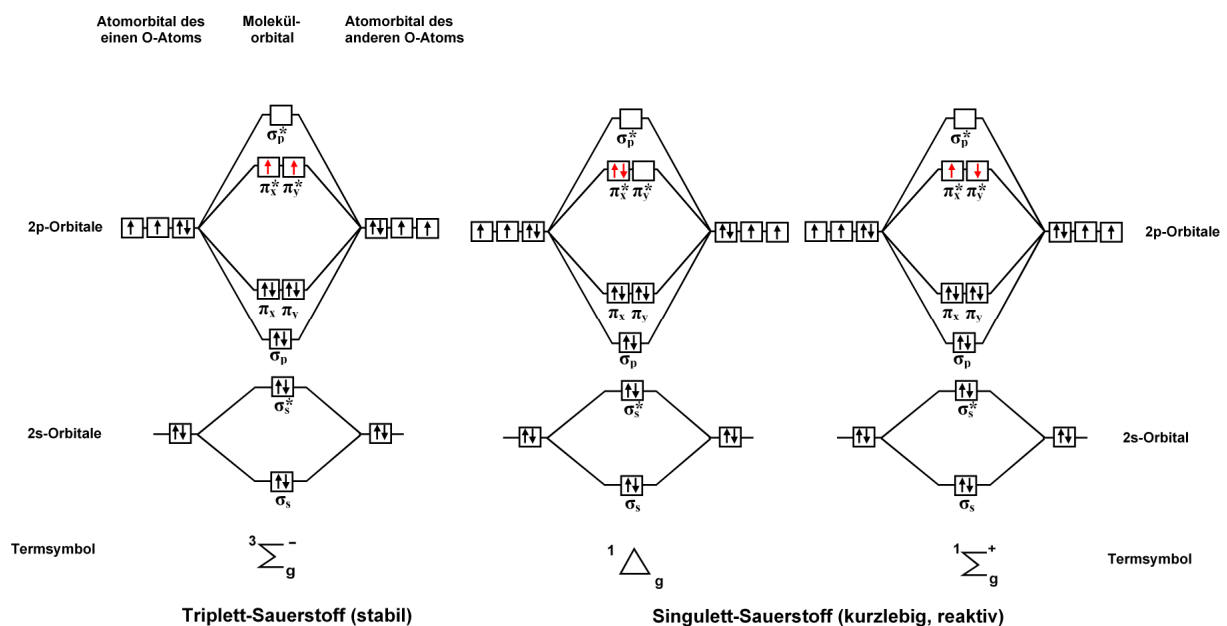
**Abb. A.7:** Strukturtypen von homoleptischen Tetrylradikalen  $\text{ER}_3$ .

$\pi$ -Donor- und  $\sigma$ -Akzeptor-Liganden bewirken eine Erhöhung der Spindichte am Tetrelatom aufgrund der attraktiven Wechselwirkungen zwischen dem antibindenden  $\sigma^*$ -Orbital des Tetrelatoms und dem SOMO, daraus resultiert ein pyramidales Molekülgerüst (stereochemische Informationen werden beibehalten). Ist das ungepaarte Elektron über die leeren  $\pi$ -Orbitale delokalisiert, so liegt ein flexibel pyramidales Molekülgerüst mit einer mehr oder weniger hohen Inversionsbarriere vor. Bei  $\pi$ -Akzeptor- und  $\sigma$ -Donor-Liganden, wie z.B. bei silylsubstituierten Resten, besitzt das SOMO überwiegend p-Charakter. Diese verringern die Spin-Elektronendichte am Zentralatom weiter und dirigieren das Molekülgerüst in eine planare Form (stereochemische Informationen gehen verloren). Generell gilt: Je größer der Beitrag des s-Valenzorbitals zu dem SOMO, desto größer die Wahrscheinlichkeit einer pyramidalen Geometrie. Überwiegt hingegen der p-Charakter, so ist mit einem planaren Aufbau zu rechnen.

## Mehrkernige Tetryldiradikale

Die elektronischen Eigenschaften von Diradikalen wurden Anfang der Siebziger von *Salem* und *Rowland* intensiv studiert [42].

Das wohl bekannteste Diradikal ist der in der Natur vorkommende molekulare Disauerstoff  $O_2$ , der infolge der Konfiguration seiner Grenzorbitale zwei energiereiche ungepaarte Valenzelektronen besitzt. Diese können entweder in den beiden antibindenden  $\pi^*$ -Orbitalen ( $\pi_y^*$  und  $\pi_z^*$ ) oder als Spinpaar in einem  $\pi^*$ -Orbital lokalisiert sein (**Abb. A.8**).



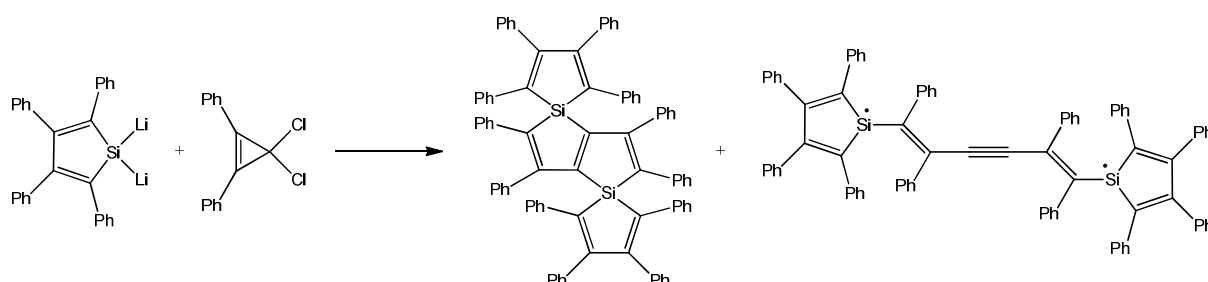
**Abb. A.8:** Molekülorbitalschema von  $O_2$  in verschiedenen Multiplizitäten [Quelle: <http://de.wikipedia.org/wiki/Sauerstoff>].

Dadurch ergeben sich zwei verschiedene Multiplizitäten, welche durch folgende Beziehung definiert sind:

$$M = 2S + 1 \quad \text{mit} \quad S = s_1 + s_2; \quad s_i = +\frac{1}{2}; -\frac{1}{2} \quad (\text{Gl. A.1})$$

Je nach Vorzeichen der beiden Elektronenspins erhält man einen Singulett- oder Triplett-Zustand. Letzterer bildet beim Disauerstoff-Molekül den energetischen günstigsten Zustand. Den paramagnetischen Zustand von  $O_2$  kann man leicht mit Hilfe der Faraday-Magnetwaage nachweisen. Auch die schwereren Vertreter der Gruppe 16 - wie das Schwefelmolekül  $S_2$  - besitzen in der Gasphase unter geeigneten Bedingungen eine analoge Elektronenstruktur, liegen also ebenfalls in einem Triplett-Grundzustand vor [43].

Diradikale mit großen Spindichten an einem Element der vierten Hauptgruppe konnten in der Natur bislang nicht nachgewiesen werden, jedoch können derartige Spezies synthetisiert werden. Sie zeichnen sich oftmals durch ungewöhnlich hohe thermische Stabilität aus, wie folgende Beispiele zeigen: 1960 erzeugten *Yang* und *Castro* ein organisches, stabiles Kohlenstoff-zentriertes Diradikal, welches auf einem Coppinger-Galvinoxyl basiert [44,45]. *Dowd* entdeckte sechs Jahre später das Trimethylenmethan-Diradikal [46]. Erst über 40 Jahre später konnten *Toulokhonova et al.* per Zufall ein persistentes Silyl-Diradikal darstellen, welches sich nur langsam im Kontakt mit Luftsauerstoff zersetzt [47] (**Abb A.9**).



**Abb A.9:** Darstellung eines Silyldiradikals [47].

2007 gelang es *Wakasa et al.* das erste Germyl-Diradikal über photochemische Anregung von Octaisopropylcyclotetragerman mit einem Nd-YAG-Laser nachzuweisen; eine umfangreiche, analytische Charakterisierung steht jedoch noch aus [48]. Zinn- sowie bleizentrierte Diradikale sind bislang nicht literaturbekannt, jedoch sollen im Rahmen dieser Arbeit Versuche unternommen werden, solche Spezies zu synthetisieren und eingehend zu charakterisieren. Näheres dazu siehe Kapitel **B.3.2**.

## Verbindung mit Übergangsmetall-Tetrel-Bindung

*Förster* brachte vor einiger Zeit sowohl  $\text{SnHyp}_2$  sowie sterisch noch stärker belastete Stannylene mit  $\text{H}_3\text{Al-NMe}_3$  in Reaktion, worauf er erstmals  $\alpha$ -Additionsprodukte mit einer Sn-Al-Bindung isolieren konnte [13]. Auf analoge Weise gelang es *Knuth* wenige Zeit später  $\alpha$ -Addukte aus der Reaktion von  $\text{SnHyp}_2$  mit den Übergangsmetallhydriden  $\text{Cp}_2\text{MH}_2$  ( $\text{M} = \text{Mo}, \text{W}$ ;  $\text{Cp} = \text{Cyclopentadienid}, \text{C}_5\text{H}_5$ ) zu isolieren [50]. Diese Reaktionen bieten eine Möglichkeit, neuartige Sn-M-Bindungen

(M = Mo, W) zu erzeugen. Die erste Mo-Sn-Bindung wurde 1964 von *Dighe* und *Orchin* generiert <sup>[51a]</sup>, worauf kurz danach durch *O'Connor* und *Corey* eine weitere Verbindung kristallographisch charakterisiert werden konnte <sup>[51b]</sup>.

Umsetzungen von Plumblylenen mit hydridhaltigen Verbindungen wurden ebenfalls in unserer Arbeitsgruppe in der Vergangenheit mehrfach durchgeführt. *Yao* untersuchte die Reaktionen von  $\text{PbHyp}_2$  mit  $\text{PH}_3$ ,  $[\text{HCuPPH}_3]_6$ ,  $\text{AlH}^i\text{Bu}_2$  und  $\text{H}_3\text{Al-NMe}_3$ , welche zu molekularen Bleiclustern, wie z.B.  $\text{Pb}_{10}\text{Hyp}_6$ , führten <sup>[49a-b]</sup>.

Die ersten Pb-M-Bindungen (M = Mo, W) konnten 1985 *Kubicki et al.* generieren, allerdings gelang dies in einer Eliminierungsreaktion zwischen den Übergangsmetallhydrid-Komplexen  $\text{Cp}_2\text{MH}_2$  und  $\text{Me}_3\text{Pb}(\text{OOCMe})$  <sup>[52]</sup>. Wie Plumbylene mit derartigen Hydridkomplexen reagieren, soll hier später näher erläutert werden (Abschnitt **B.4**)

## Die <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie

Rudolf Mößbauer entdeckte 1957 diesen nach ihm benannten Effekt <sup>[53]</sup> und wurde dafür 1961 mit dem Nobelpreis für Physik ausgezeichnet. Daraufhin entwickelte sich die Mößbauer-Spektroskopie zu einem wertvollen Analyseverfahren mit sehr hoher Empfindlichkeit, mit der sich theoretisch über 40 Elemente nachweisen lassen. In der Praxis ist die Spektroskopie jedoch nur auf einen kleinen Teil der Elemente begrenzt. Die meisten Anwendungen finden sich in der Untersuchung und Unterscheidung von verschiedenen Eisenspezies. Gerade archäologische Untersuchungen erfreuen sich aufgrund des zerstörungsfreien Messverfahrens an dieser Analysetechnik. Auch andere Elemente, wie z.B. Zinn, werden häufig mit dieser Methode nachgewiesen. So konnte beispielsweise im Erzgebirge mit Hilfe der Mößbauer-Spektroskopie Zinnvorkommen festgestellt werden. Durch die Erkundung der Mars-Oberfläche mit Hilfe miniaturisierter Mößbauer-Spektrometer (MIMOS II) <sup>[54a,b]</sup> wurde der Mößbauer-Spektroskopie eine neue Bedeutung zugeschrieben. Im Folgenden soll ein Überblick die Grundlagen dieser Methode verdeutlichen.

Ein angeregter Atomkern mit der  $E_a$  fällt nach einer bestimmten Zeit in seinen Grundzustand mit der Energie  $E_g$  zurück und emittiert ein  $\gamma$ -Quant mit der Übergangsenergie  $E_0$ :

$$E_0 = E_a - E_g \quad (\text{Gl. A.2})$$

Dieses  $\gamma$ -Quant (Quelle) kann von einem weiteren im Grundzustand befindlichen Atomkern desselben Isotops (Absorber) mit der gesamten Energie absorbiert werden, so dass dieser Atomkern in den angeregten Zustand mit der Energie  $E_a$  übergeht und nach derselben Zeit wiederum unter Emission eines  $\gamma$ -Quant in den Grundzustand zurückfällt. Eine Resonanzabsorption kann nur im Falle von **Gl. A.2** erfolgen. Bei realen Resonanz-Experimenten muss aber die Tatsache berücksichtigt werden, dass bei Aussenden eines  $\gamma$ -Quants der Atomkern einen Rückstoß mit der Rückstoßenergie  $E_r$  erfährt (Impulserhaltung). Analoges geschieht bei der Absorption des  $\gamma$ -Quants. Die Energie des emittierten ( $E_{em}$ ) und absorbierten ( $E_{abs}$ )  $\gamma$ -Quants beträgt:

$$E_{em} = E_0 - E_r \quad (\text{Gl. A.3})$$

$$E_{abs} = E_0 - E_r \quad (\text{Gl. A.4})$$

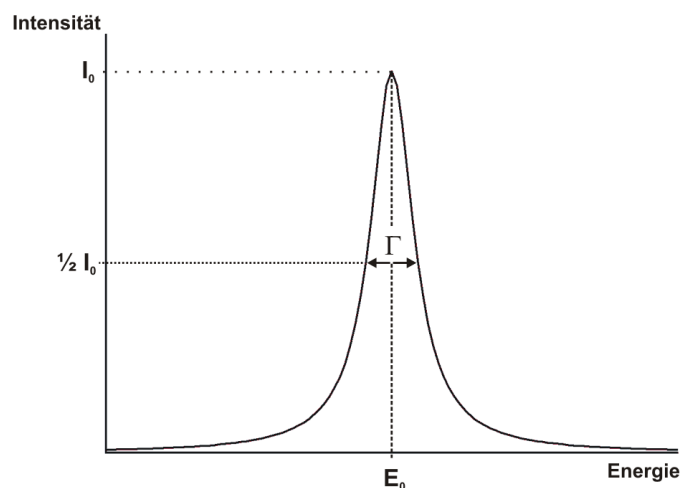
Aufgrund der Energie-Zeit-Unschärferelation (mit  $\tau$  als Lebensdauer des angeregten Zustandes) nach Heisenberg mit

$$\Delta E \cdot \tau \geq \frac{\hbar}{2} \quad (\text{Gl. A.5})$$

kann die Energie  $E_0$  nicht genau bestimmt werden, so dass eine Energieunschärfe resultiert, die auch als natürliche Linienbreite  $\Gamma_0$  bezeichnet wird.

$$\Delta E = \Gamma_0 = \frac{\hbar}{2\tau} \quad (\text{Gl. A.6})$$

So erhält man nach Auftragen der Intensität der detektierten  $\gamma$ -Quanten gegen die Energie einen Kurvenverlauf, der einer Lorentz-Verteilung (oder auch Cauchy- oder Breit-Wigner-Verteilung genannt) entspricht, wobei  $E_0$  dem Intensitätsmaximum entspricht. (**Abb. A.10**) <sup>[55]</sup>.

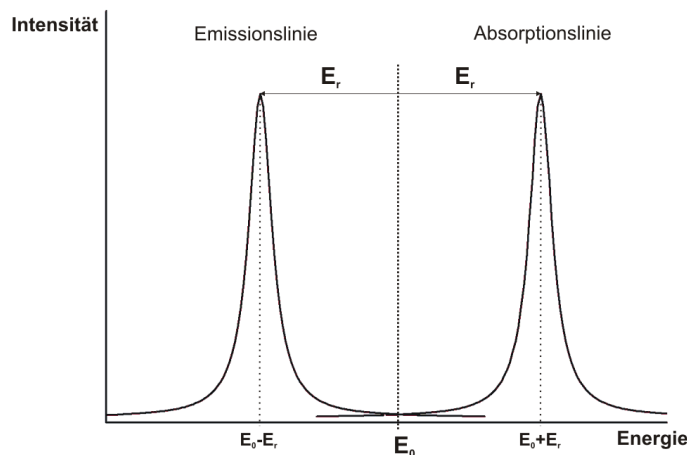


**Abb. A.10:** Intensität als Funktion der Übergangsenergie

Dabei wird die Linienbreite auf halber Höhe des Intensitätsmaximums als Halbwertsbreite  $\Gamma$  bezeichnet. Als Voraussetzung für eine Resonanz müsste für das emittierte  $\gamma$ -Quant jedoch folgende Energie gelten:

$$E_\gamma = E_0 + E_r \quad (\text{Gl. A.7})$$

Nach **Gl. A.3** und **Gl. A.4** folgt, dass Emissions- und Absorptionslinien im Abstand von  $2 \cdot E_r$  auftreten und unter Berücksichtigung der o.g. Energieunschärfe somit nicht überlappen (**Abb. A.11**). Es findet keine Resonanz statt.



**Abb. A.11:** Spektrallinien der Emission und Absorption.

Resonanzeffekte beobachtet man in einem bestimmten Bereich von  $\Gamma_0$ :

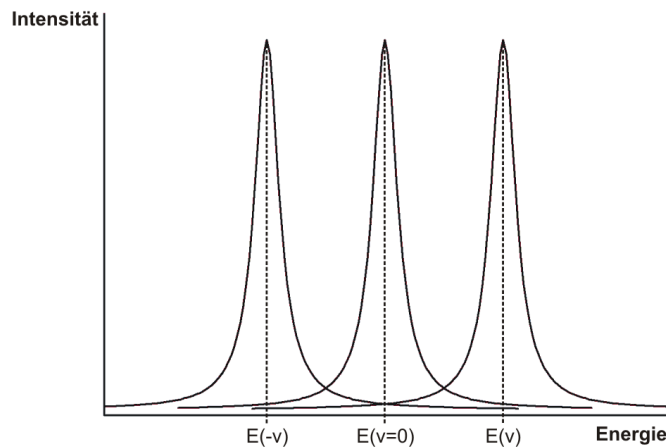
$$10^{-9} \text{ eV} < \Gamma_0 < 10^{-5} \text{ eV} \quad (\text{Gl. A.8})$$

Die Rückstoßenergie, welche bei Absorption und Emission auftritt, beträgt

$$E_r = \frac{E_\gamma^2}{2mc^2} \quad (\text{Gl. A.9})$$

und ist deutlich größer als die natürliche Halbwertsbreite. Einen Lösungsansatz schlug 1955 *Malmfors* vor, der mit Hilfe von thermischer Energie aufgrund des Dopplereffektes eine Verbreiterung der Spektrallinien erzeugen und somit eine Überlappung erzwingen konnte <sup>[56]</sup>.

Den Dopplereffekt macht man sich auch durch das Auf- und Abbewegen der Quelle zu dem Absorber zunutze. Je nach Bewegungsrichtung resultiert eine Energiezunahme oder -abnahme des emittierten  $\gamma$ -Quants, so dass man die Möglichkeit hat, mit verschiedenen Geschwindigkeiten die passenden Überlappungsfenster einzustellen (**Abb. A.12**).



**Abb. A.12:** Spektrallinienverschiebung durch Bewegung der Quelle.

Dadurch ist es ebenfalls möglich, verschiedene Kerne als Quelle und Absorber einzusetzen. *Mößbauer* untersuchte bei tiefen Temperaturen das Resonanzverhalten von  $^{191}\text{Os}$  als Quelle und  $^{191}\text{Ir}$  als Absorber <sup>[53]</sup>. Er stellte überraschenderweise eine Zunahme der Resonanzeffekte fest.

Da man bei tiefen Temperaturen Feststoffe vorliegen hat, d.h. Atomkerne in einem Kristallgitter mit einer bestimmten Bindungsenergie, kann der Rückstoßimpuls nicht von diesen Kernen aufgenommen werden. Die Rückstoßenergie müsste also größer sein als die Bindungsenergie der einzelnen Kerne, um diese aus dem Kristallverbund herauszulösen. Offensichtlich wird der Rückstoß von dem gesamten Kristallverbund, d.h. von allen Atomkernen, aufgenommen. Aufgrund der Massenabhängigkeit (siehe **Gl. A.9**) wird die Rückstoßenergie vernachlässigbar klein. *Mößbauer* sprach dabei auch vom „Kernresonanzabsorption mit eingefrorenem Rückstoß“.

Den Anteil an rückstoßfreien Emissionen erhält man über den Debye-Waller-Faktor  $f$ , für den im Kristallgitter näherungsweise gilt (im Fall von  $T \ll \Theta$ ):

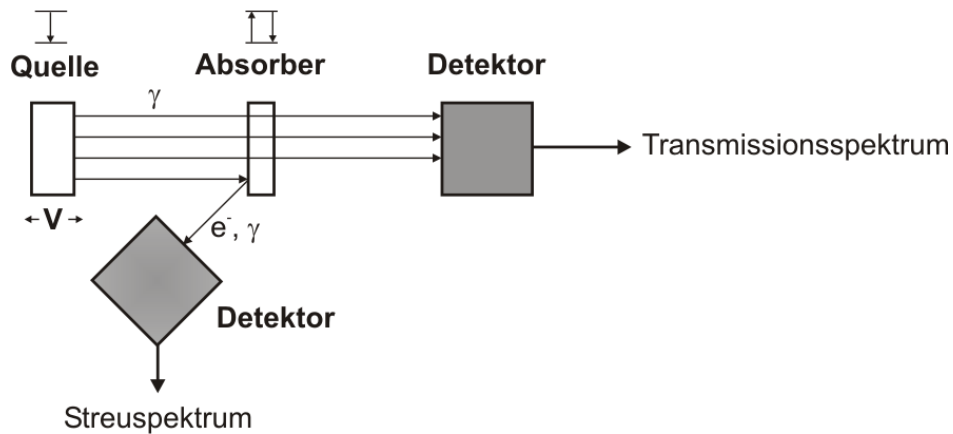
$$f = \exp \left[ -\frac{3E_r}{2k\Theta} \left( \frac{3}{2} + \left( \frac{\pi^2 T^2}{\Theta^2} \right) \right) \right] \quad (\text{Gl. A.10})$$

mit  $k$  = Boltzmann-Konstante,  $\Theta$  = Debye-Temperatur

Je tiefer die Temperatur, desto wahrscheinlicher sind die rückstoßfreien Übergänge, da die Atome stärker im Kristallgitter gebunden sind und die Übergangsenergie  $E_0$  kleiner ist.

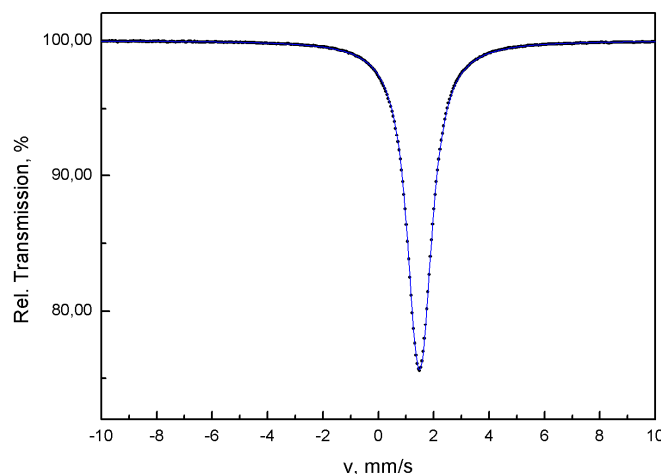
Für spektroskopische Messungen wird die Apparatur wie nach folgender Anordnung aufgebaut (**Abb. A.13**) <sup>[57]</sup>.





**Abb. A.13:** Aufbau einer Mößbauer-Apparatur (schematisch) <sup>[57]</sup>.

Die Quelle wird relativ zum Absorber periodisch hin und her bewegt. Die Intensität der vom Absorber emittierten  $\gamma$ -Quanten wird von einem Detektor erfasst und mit Hilfe einer Auswerteeinheit mit der Relativgeschwindigkeit verknüpft. Je nach Messmodus erhält man ein Transmissions- oder Absorptionsspektrum, bei der die prozentuale Absorption bzw. Transmission über die Relativgeschwindigkeit aufgetragen wird<sup>1</sup>. Neben der Emission treten auch Streuprozesse auf, die zum Nachweis von Fluoreszenzstrahlung sowie Konversionselektronen dienen können (Konversionselektronen-Mößbauer-Spektroskopie CEMS). Dadurch gewinnt man Informationen über die Beschaffenheit von Oberflächenschichten. Das nachfolgende Beispiel zeigt ein Transmissionspektrum von  $\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_{11})_4$  (**Abb. A.14**).



**Abb. A.14:** <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektrum von  $\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_{11})_4$ . Die Punkte wurden mit Hilfe einer Software entsprechend angefitzt (blaue Kurve).

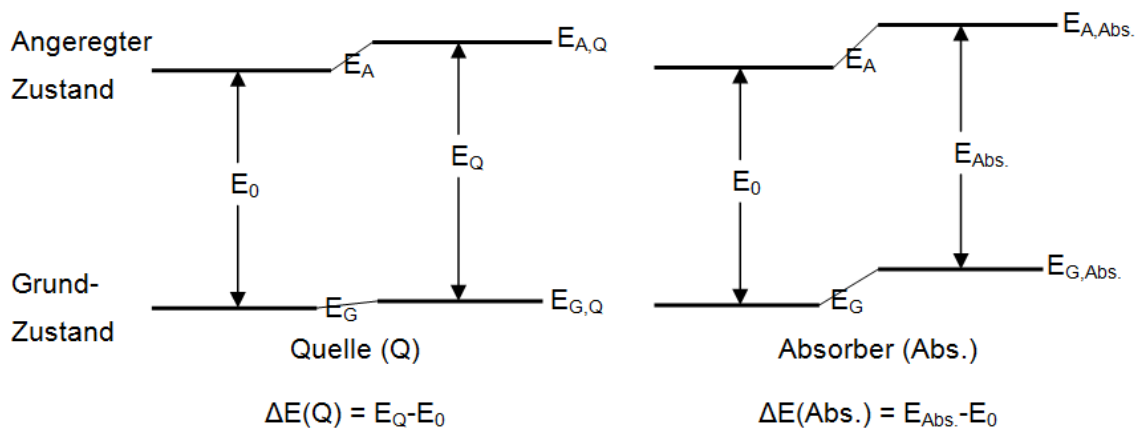
<sup>1</sup> Die im Laufe der Arbeit vorgestellten zinnhaltigen Substanzen wurden stets im Transmissionsmodus gemessen.

Die Transmissionskurve weist ein Minimum bei einer bestimmten Relativgeschwindigkeit auf, dieser Punkt wird auch Isomerieverschiebung  $\delta$  genannt, welche auf einen Standard normiert wird (hier:  $\text{CaSnO}_3$  mit  $\delta = 0,00 \text{ mm/s}$ ). Dieser ist vergleichbar mit der in der NMR-Spektroskopie verwendeten chemischen Verschiebung. Im Folgenden wird kurz auf die wichtigsten Parameter der Mößbauer-Spektroskopie, Isomerieverschiebung und Quadrupolaufspaltung eingegangen.

### a) Isomerieverschiebung $\delta$

Im Gegensatz zu den Elektronen ist die Kernladung auf einen sehr kleinen Bereich in der Mitte des Atoms verteilt. Aufgrund der attraktiven Kräfte befinden sich einige Elektronen aus den s-Orbitalen mit einer geringen Wahrscheinlichkeit im Atomkern (Elektronendichte am Kernort), es kommt zu einer Coulomb-Wechselwirkung mit dem positiv geladenen Atomkern. Diese wird auch als elektrische Monopol-Wechselwirkung bezeichnet.

Im angeregten Zustand ändert sich die räumliche Ausdehnung des Atomkerns und somit die elektrische Monopol-Wechselwirkung, daraus folgt eine unterschiedliche Verschiebung des Energieniveaus im Grundzustand und angeregten Zustand (**Abb. A.15**)<sup>[58]</sup>. Unterscheiden sich nun Quelle und Absorber z.B. in ihrer chemischen Umgebung, so ergeben sich unterschiedliche Energiedichten am Kernort und somit auch verschiedene Energiedifferenzen, allerdings bei gleichbleibendem Kernfaktor (da es sich um den gleichen Kern in der Quelle und Absorber handelt).



**Abb. A.15:** Energiediagramm zur Isomerieverschiebung von Quelle und Absorber<sup>[58]</sup>.

Für die chemische Verschiebung, auch Isomerieverschiebung  $\delta$  genannt, gilt:

$$\delta = \Delta E(\text{Abs.}) - \Delta E(\text{Q}) = E_{\text{Abs}} - E_{\text{Q}} \quad (\text{Gl. A.11})$$

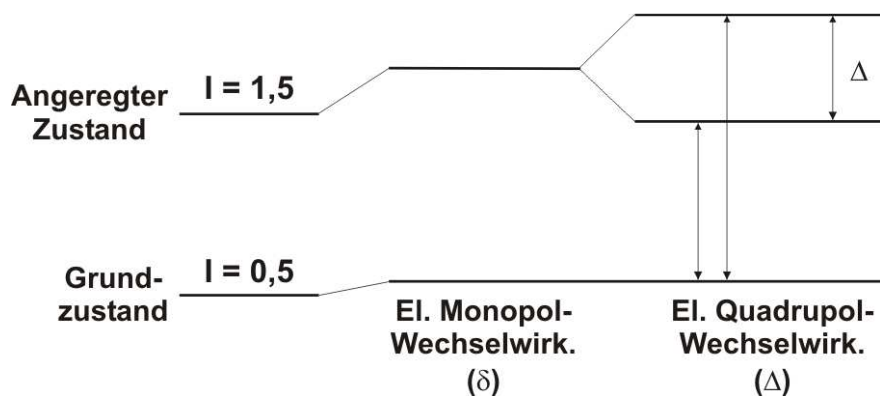
Diese liegt im Bereich der natürlichen Linienbreite  $\Gamma_0$ , während Kernübergänge mehrere Größenordnungen darüber liegen. Die für die Zinn-Mößbauerspektroskopie relevante Übergangsenergie von  $^{119}\text{Sn}$  ist beispielsweise um den Faktor  $1,6 \cdot 10^{12}$  größer als die natürliche Linienbreite, so dass daraus eine sehr hohe Auflösung der Mößbauer-Spektroskopie resultiert.

Die Lage der Isomerieverschiebung von Zinnverbindungen wird vor allem durch die 5s- Elektronen beeinflusst. Atomares Zinn besitzt in den äußeren Schalen folgende Elektronenkonfiguration:  $[\text{Kr}](4d)^{10}(5s)^2(5p)^2$ . Bei zweiwertigen Zinnsalzen werden zwei Elektronen von dem 5p-Orbital an den Liganden abgegeben, so dass nur noch die 5s-Elektronen am Kernort verbleiben. Bei vierwertigen Zinnsalzen fehlen neben den 5p-Elektronen auch die 5s-Elektronen. Man erwartet eine Abnahme der Isomerieverschiebung bei Zunahme der Wertigkeit. Bei vierwertigen Organylzinn-Verbindungen, bei denen die Bindungen kovalenten Charakter besitzen, nimmt man an, dass eine Art  $sp^3$ -Hybridisierung vorliegt, d.h. dass die Elektronendichte am Kernort größer ist als bei den vierwertigen Salzverbindungen, und somit die Isomerieverschiebung höher liegt. Näherungsweise kann man annehmen, dass die Isomerieverschiebung mit der Anzahl der 5s-Elektronen (Elektronendichte am Kern) linear zusammenhängt. Allerdings müssen weitere Faktoren berücksichtigt werden, wie beispielsweise Abschirmung der Ladung des Atomkerns durch die Valenzelektronen in dem 5p-Orbital. Diese verringert die Elektronendichte am Kern und somit die Isomerieverschiebung. *Lees* und *Flinn* fanden 1968 unter Berücksichtigung dieser Faktoren einen empirischen Zusammenhang zwischen Isomerieverschiebung und der Zahl der s- und p-Elektronen bei 77 K <sup>[59]</sup>. Mittlerweile ist es möglich, mit Hilfe quantenchemischer Rechnungen die Isomerieverschiebung in sehr guter Näherung vorauszusagen (mehr dazu in Kapitel **B.2.1.7** und **D**).

Zusammenfassend liefert die Isomerieverschiebung wichtige Informationen über Oxidationszustände, Bindungseigenschaften und Elektronegativitäten der Liganden.

### b) Elektrische Quadrupolaufspaltung $\Delta$

Eine elektrische Quadrupolwechselwirkung kommt dann zustande, wenn eine nicht-kugelsymmetrische Ladungsverteilung am Kernort vorliegt, z.B. wenn unterschiedliche Liganden am Zentralatom gebunden sind. Bei Kernniveaus mit Spin  $I > \frac{1}{2}$ , findet eine Aufspaltung in  $(I + \frac{1}{2})$  Unterniveaus statt (magnetische Spinquantenzahl  $m$ ), wie beispielsweise in nicht vollbesetzten Valenzschalen oder bei ungleichen Liganden (**Abb. A.16**).



**Abb. A.16:** Quadrupolaufspaltung am Beispiel von  $^{119}\text{Sn}$  [55].

Der Energie zwischen den aufgespaltenen Niveaus des angeregten Zustandes wird auch elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta$  genannt. Um eine Quadrupolaufspaltung zu beobachten, müssen folgende Punkte erfüllt sein:

- Erlaubte Übergänge zwischen den Niveaus des Grundzustandes und des angeregten Zustandes
- Hinreichend starke Quadrupolwechselwirkung

Letztere ist u.a. von den Liganden abhängig (Ligandenbeitrag). Besitzt eine Verbindung vier gleiche Liganden, so ist die Quadrupolaufspaltung  $\Delta$  idealerweise gleich Null. Man bekommt ein Transmissionsspektrum, welches aus genau einem Signal besteht. Allerdings treten in vielen Verbindungen, wie z.B. Tetracyclohexylzinn, geringe Quadrupolaufspaltungen auf (siehe **Abb. A.14**), da die Bindungen vom idealen Tetraederwinkel abweichen. Befinden sich am Zinnatom mindestens zwei verschiedene Reste, wie beispielsweise Silylreste und Halogenatome, so erhält man ein Spektrum mit zwei Linien gleicher Intensität, bei dem der Abstand der Quadrupolaufspaltung  $\Delta$  entspricht. Die Isomerieverschiebung wird am Mittelpunkt zwischen den beiden Signalen abgelesen.

## A. Einleitung

Für die Quadrupolaufspaltung spielt neben dem Ligandenbeitrag auch der sogenannte Valenzbeitrag eine Rolle. Bei zweiwertigen Zinn-Verbindungen mit gleichen Liganden, wie z.B. homoleptische Stannylene, besitzt das Metallatom zwei freie Elektronen, die sich in einem Orbital befinden (Singulett-Zustand). Aufgrund der nichtlinearen Anordnung der Liganden ist die Spindichte am Kern anisotrop verteilt, so dass eine Quadrupolaufspaltung auftritt. Bei vierwertigen Zinn-Verbindungen stehen in den Valenzorbitalen keine Elektronen mehr zur Verfügung; folglich fällt der Valenzbeitrag weg.

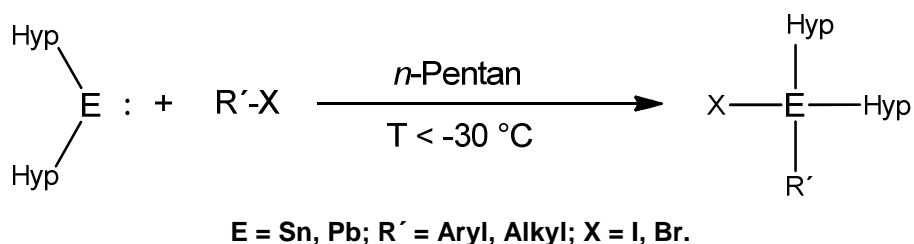
## B Gang der Untersuchungen

### B.1 Überblick und Zielsetzungen

#### B.1.1 Erzeugung heteroleptischer Radikale über Reduktion von Halogenettranen

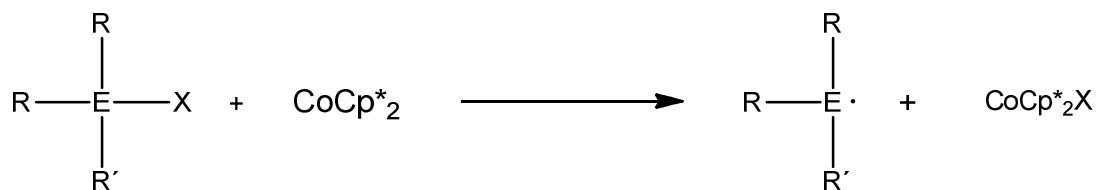
Das erste Ziel dieser Arbeit ist die Synthese neuartiger, heteroleptischer Tetrelradikale des Typs  $ER_2R'$  ( $E = Sn, Pb$ ;  $R = Silylrest$ ;  $R' = Arylrest$ ). Es soll versucht werden, Blei- und Zinnradikale auf reaktivem Wege darzustellen, d.h. über eine Reduktion geeigneter vierbindiger Verbindungen, wie beispielsweise Halogenettrane des Typs  $R_2R'EX$  ( $R = Silylrest$ ;  $R' = Arylrest$ ;  $X = Br, I$ ), zu den entsprechenden dreiwertigen Tetrelverbindungen zu gelangen. Bereits 1976 wurden Reduktionen von halogenierten Tetranen mit elektronenreichen Olefinen, wie z.B. mit Tetrakis(dimethylamino)ethylen <sup>[60a]</sup>, von *Lappert* durchgeführt <sup>[60b]</sup>. Via ESR-Spektroskopie konnte er Tetrylradikale sowie über IR-Spektroskopie die entstehenden Salze nachweisen.

Eine große Anzahl an Halogenplumbanen des Typs  $XPbHyp_2R'$  ( $Hyp = Si(SiMe_3)_3$ ;  $X = Cl, Br, I$ ;  $R = Aryl- / Alkylrest$ ) hatte *Becker* zuvor im Rahmen seiner Dissertation über die  $\alpha$ -Addition eines Organylhalogenids an Dihypersilylplumbylen synthetisiert und charakterisiert <sup>[18]</sup> (**Abb. B.1**). Durch analoge Umsetzung des Tetrahypersilyldistannens (dimeres Dihypersilylstannylen) gelang es ihm außerdem, zwei homologe Stannane zu erzeugen und umfassend zu analysieren. An dieser Stelle sollen eine Reihe weiterer Stannane dargestellt werden und diese erstmals auch mittels <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie charakterisiert werden.



**Abb. B.1:** Darstellung von Halogenettranen über eine oxidative Addition von Dihypersilyltetrylen mit Alkyl- bzw. Arylhalogeniden.

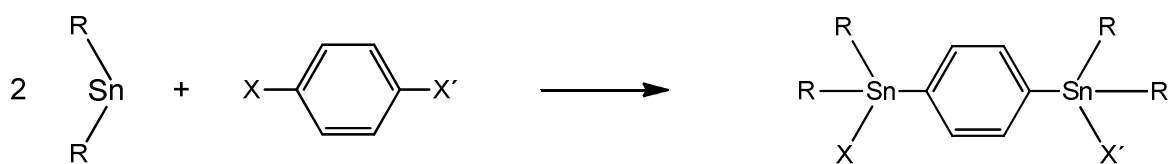
Um das Halogenetran zum Tetrylradikal zu reduzieren, bedarf es einer homolytischen Spaltung der Halogen-Tetrel-Bindung durch ein Ein-Elektronen-Reduktionsmittel. Dafür bieten sich Übergangsmetall-Komplexe mit 19 Valenzelektronen an, wie z.B. Decamethylcobaltocen, welche über ein großes Standard-Reduktionspotential verfügen <sup>[61a,b]</sup>. Man erwartet als Folge der Reduktion die Bildung des entsprechenden Tetrylradikals und eines stabilen Decamethylcobaltocenium-Salzes (18-Elektronen-Komplex) (**Abb. B.2**):



**Cp\*** = Pentamethylcyclopentadienid, C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>; **X** = Cl, Br, I.

**Abb. B.2:** Reduktion von Halogenetranen mit Decamethylcobaltocen.

Die in **Abb. B.1** gezeigte Reaktion lässt sich auch leicht auf arylverbrückte Bistetrane erweitern, in dem man zwei Äquivalente Tetrylen mit 1,4-halogensubstituierten Benzolen umsetzt. Die Synthese von aryl- und alkylverbrückten Bisstannane wurde bereits von *Weimar* in einer  $\alpha$ -Addition mit 1,4-Dihalogenarylen durchgeführt <sup>[19]</sup> (**Abb. B.3**).

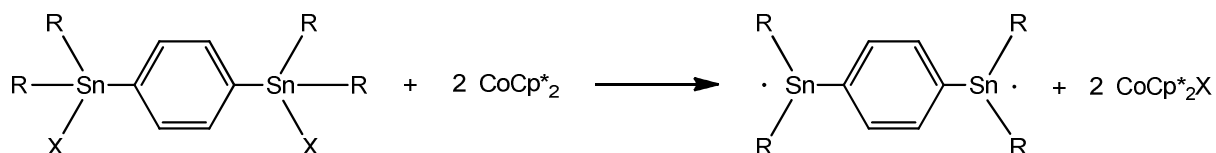


**R** = Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu <sup>[19]</sup>; **X, X'** = Cl, Br, I.

**Abb. B.3:** Beispiel für die Synthese eines ausgewählten arylverbrückten Distannans.

Durch Variation der Reste soll ein breiteres Spektrum an Verbindungen synthetisiert und ebenfalls durch die <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie charakterisiert werden.

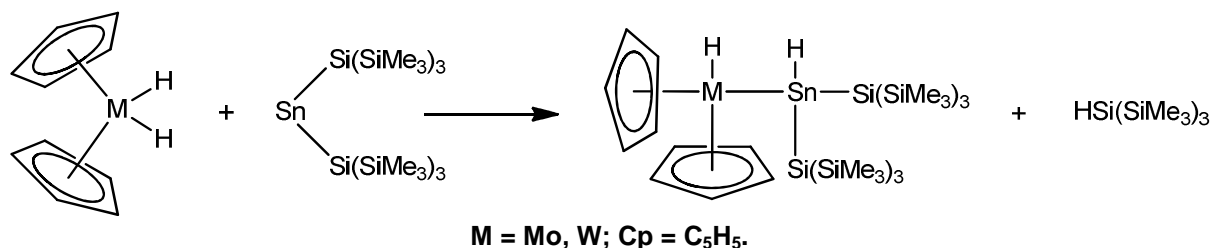
Die arylverbrückten Bistetrane sollen mit zwei Äquivalenten Decamethylcobaltocen umgesetzt werden, um neuartige, zinnzentrierte Diradikale zu erhalten (**Abb. B.4**).



**Abb. B.4:** Reduktion eines Dihalobisstannans mit Decamethylcobaltocen.

## B.1.2 Reaktion von Tetrylenen mit Übergangsmetallhydrid-Komplexen

In jüngster Vergangenheit gelang es *Knuth*, Additionsprodukte aus der Umsetzung von Bis(trimethylsilyl)silylzinn (im Sprachgebrauch auch Dihypersilylstannylen oder Dihypersilylzinn) mit Bis(cyclopentadienyl)metalldihydriden der Zusammensetzung  $\text{Cp}_2\text{MH}_2$  ( $\text{M} = \text{Mo}, \text{W}$ ;  $\text{Cp} = \text{Cyclopentadienid}, \text{C}_5\text{H}_5$ ) zu isolieren<sup>[50]</sup> (**Abb. B.5**).



**Abb. B.5:** Addition am Beispiel von Bis(cyclopentadienyl)metalldihydrid an Dihypersilylstannylen.

Im Falle von  $\text{M} = \text{Mo}$  konnte *Knuth* noch ein weiteres Produkt isolieren und röntgendiffraktometrisch analysieren, welches vermutlich durch Kondensation des Additionsproduktes entsteht (**Abb. B.6**).



**Abb. B.6:** Bildungsweg des Dimers aus dem Additionsprodukt.

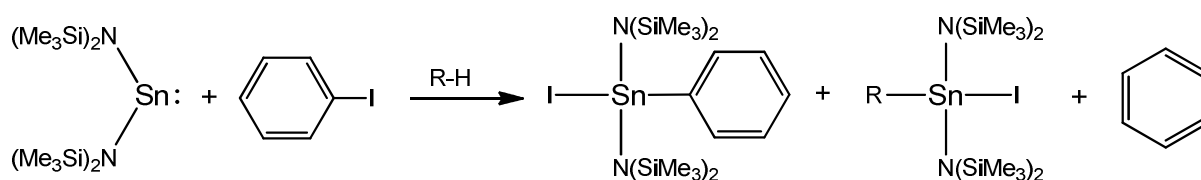


## *B. Gang der Untersuchung*

Im Rahmen dieser Arbeit sollten die Untersuchungen auf Stannylen und Plumbylene mit sterisch anspruchsvolleren Substituenten erweitert werden, um einen tieferen Einblick in den Mechanismus zu erhalten und charakteristische Unterschiede in den Reaktivitäten der Zinn- gegenüber den Bleiverbindungen aufzuzeigen.

## B.2 Darstellung der Halogentetrane und Bishalogendistannane

Es wurde eine Reihe von halogenierten, silylsubstituierten Stannanen synthetisiert und umfassend charakterisiert. Hinzu kam erstmals auch die  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Spektroskopie, die es ermöglicht, in Reaktionsmischungen dia- und paramagnetische Stoffe nebeneinander nachzuweisen. Zu Ihrer Synthese wurde die oxidative Addition von Stannylenen an Halogenorganyle eingesetzt. Dabei sind zwei Parameter von erheblicher Bedeutung: Starttemperatur und die Wahl des Lösungsmittels. *Banaszak Holl et al.* stellten im Jahre 2006 bei analoger Umsetzung aminosubstituierter Stannylene mit Phenylhalogeniden in diversen Alkanen sowie Ethern bei Raumtemperatur fest, dass die verwendeten Solvenzien (z.B. Alkane, Cycloalkane oder Ether) offenbar in die Reaktionen eingebunden wurden, denn es bildeten sich durch CH-Aktivierung des Lösungsmittels alkylsubstituierte bzw. ethersubstituierte Tetrane (**Abb. B.7**) <sup>[62]</sup>. Sie schlugen einen mehrstufigen Reaktionsmechanismus vor, bei dem als Intermediate verschiedene Radikalspezies auftreten, die für eine C-H-Aktivierung verantwortlich sein dürften.



R-H: Alkane (z.B. *n*-Pentan), Ether (THF, Diethylether, TBME)

**Abb. B.7:** CH-Aktivierung des Lösungsmittels bei der Reaktion von Iodbenzol mit Bis[(trimethylsilyl)amino]zinn <sup>[62]</sup>.

Theoretischen Überlegungen zufolge sollte ein gegen C-H-Aktivierung inertes oder ein protonenloses Lösungsmittel diese Nebenreaktion unterdrücken. Dies wurde mit Benzol und Hexafluorbenzol überprüft. Allerdings entstanden bei den Reaktionen der Stannylene mit den Halogenorganyle in diesen Lösungsmitteln ebenfalls Nebenprodukte, im Fall der Darstellung der Plumbane wurde das gewünschte Produkt gar nicht erhalten. Eine Erklärung ist vermutlich in der Starttemperatur zu finden. Die Umsetzungen in Benzol oder Hexafluorbenzol laufen aufgrund der vergleichsweise hohen Schmelzpunkte unter Berücksichtigung der Schmelzpunktniedrigung bei 0 bis 5 °C ab. Unter diesen Bedingungen zersetzen

sich vor allem die hypersilylierten Tetrylene in Lösung sehr rasch, so dass die Bildung der gewünschten Produkte eingeschränkt ist. Im Fall der Plumbane kommt hinzu, dass diese ihrerseits temperaturempfindlich sind und sich unter diesen Bedingungen schnell wieder zersetzen.

Die sterisch anspruchsvolleren Stannylene sind in Lösung bei Raumtemperatur beständiger, so gelang es *Weimar* in seiner Arbeit, die unterschiedlichen C-H-Aktivierungstendenzen der eingesetzten Lösungsmittel (*n*-Pentan, Toluol, Benzol) bei der 1:2-Umsetzung mit dihalogenierten Arylen und Alkylen bei Raumtemperatur aufzuzeigen <sup>[19]</sup>.

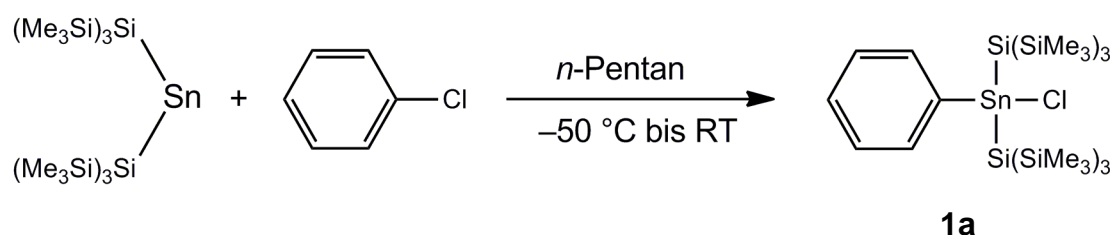
Wählt man *n*-Pentan als Solvenz, so lässt sich aufgrund des Schmelzpunktes von -130 °C eine wesentlich niedrigere Starttemperatur einstellen, so dass die C-H-Aktivierung nahezu vollständig unterdrückt wird und die Ausbeuten deutlich höher ausfallen. Zudem lässt sich *n*-Pentan aufgrund des niedrigen Siedepunktes leicht entfernen. Bei kleiner Raumerfüllung des Stannylens, wie z.B. bei Dihypersilylstannylen, darf die Starttemperatur aufgrund der hohen Zersetzungstendenz nicht über -30 °C liegen, bei sterisch anspruchsvolleren Stannylene kann diese etwas höher gewählt werden, um die Reaktionsgeschwindigkeit zu erhöhen. Ähnlich verhält es sich mit dem eingesetzten Halogenbenzol: Wie *Becker* bereits in seiner Arbeit aufzeigen konnte, erhöht sich die Bildungsgeschwindigkeit mit schwerer werdendem Halogen <sup>[18]</sup>, so dass man für die Umsetzung mit leichteren Halogenen eine etwas höhere Starttemperatur wählen sollte.

Auch die Menge des Lösungsmittels sollte nicht zu groß werden. Zu geringe Konzentrationen der Reagenzien erhöhen die Gefahr, dass das Lösungsmittel mitreagiert. Dazu ist es ratsam, Tetrylene in möglichst wenig *n*-Pentan vollständig zu lösen und die Halogenorganyle direkt – je nach Aggregatzustand – tropfenweise bzw. gut gemörsert (möglichst hohe Oberfläche) zuzugeben.

## B.2.1 Darstellung von Halogenstannanen

### B.2.1.1 ClSnHyp<sub>2</sub>Ph (**1a**)

Das gewünschte Additionsprodukt **1a** erhält man durch Zutropfen von Chlorbenzol zu einer Lösung aus einem Äquivalent SnHyp<sub>2</sub> in *n*-Pentan unter Lichtausschluss bei -50 °C und anschließendem Auftauen auf RT in geringen Ausbeuten (**Abb. B.8**).



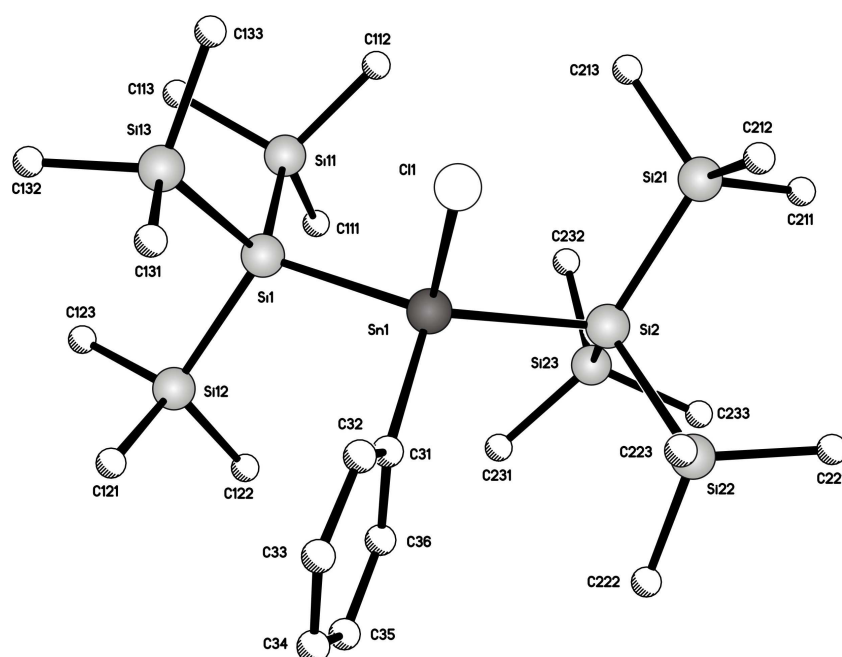
**Abb. B.8:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1a**.

Optisch erkennt man eine deutliche Farbaufhellung der Reaktionslösung von braun zu hellgelb. Durch NMR-spektroskopische Untersuchungen konnte nach insgesamt 18 h die Bildung des gewünschten Produktes festgestellt werden sowie die Bildung von silylhaltigen Nebenprodukten in kleineren Mengen. Dabei handelt es sich um Zersetzungsprodukte von nicht umgesetztem SnHyp<sub>2</sub>. Auch beachtliche Mengen an nichtumgesetztem Chlorbenzol befanden sich in der Reaktionslösung. Der Grund hierfür liegt in der höheren Cl-C-Bindungsenergie gegenüber den schwereren Halogen-Kohlenstoff-Bindungen. Die Spaltung dieser Bindung ist bei tiefen Temperaturen folglich stärker gehemmt. Die Reaktion ist ein typisches Beispiel dafür, wie Produktbildung und Eduktzersetzung in Abhängigkeit der Reaktionstemperatur miteinander konkurrieren.

Für die Züchtung von geeigneten Einkristallen zur röntgendiffraktometrischen Untersuchung wurde die Reaktionslösung bis zur Trockne im dynamischen Hochvakuum mindestens 24 h eingengt. Der farblose Rückstand lässt sich gut in *n*-Pentan lösen und bei tiefen Temperaturen auskristallisieren. NMR-Proben von **1a** zeigen auch nach mehrtätigem Lagern an der Luft keine Veränderungen.

## Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1a**

Verbindung **1a** kristallisiert bei  $-60\text{ °C}$  in Form von farblosen Nadeln (**Abb. B.9**). Verbindung **1a** liegt als Kokristallisat mit einem Molekül *n*-Pentan vor, welches eine einfache Lagefehlordnung aufweist. Die erste Lage (C01 bis C05) ist mit 65,7 % besetzt, die zweite Lage mit 34,3 %. Zur Einordnung der Bindungsparameter werden  $\text{ClSnPh}_3$  <sup>[63]</sup> und das dichlorierte Hypersilylstanan  $\text{Cl}_2\text{SnHyp}_2$  <sup>[64]</sup> herangezogen.



|           |                        |              |                        |
|-----------|------------------------|--------------|------------------------|
| Sn1-C31   | 2,166(5)               | Si2-Sn1-Si1  | 134,38(5)              |
| Sn1-Cl1   | 2,3970(14)             | C31-Sn1-Cl1  | 100,28(16)             |
| Sn1-Si?   | 2,5959(16); 2,6031(15) | Si?-Sn1-Cl1  | 100,41(5); 103,55(5)   |
| Si?-Si??  | 2,343(2) – 2,366(2)    | Si?-Sn1-C31  | 103,05(15); 110,12(15) |
| Si??-C??? | 1,887(7) – 1,890(7)    | Si??-Si?-Sn1 | 106,02(7) – 114,43(7)  |
|           |                        | Si-Si-Si     | 107,20(8) – 110,74(9)  |

**Abb. B.9** Molekülstruktur mit ausgewählten Strukturparametern [ $\text{Å}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **1a**.<sup>1</sup>

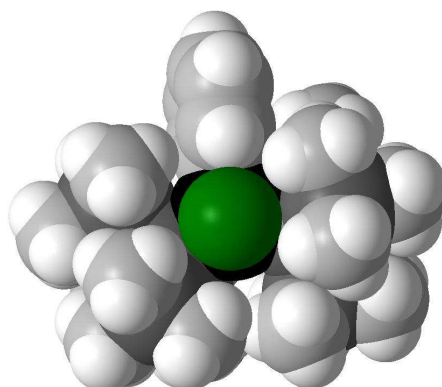
In Verbindung **1a** weisen die Sn-Si-Bindungslängen mit 2,596 bzw. 2,603 Å keine Unregelmäßigkeiten auf. Die Distanz zwischen Zinn- und Chloratom ist mit 2,397 Å kürzer als die Sn-Cl-Bindungen in  $\text{Cl}_2\text{SnHyp}_2$ . Der Sn-C-Abstand – verglichen mit  $\text{ClSnPh}_3$  – fällt mit 2,17 Å länger aus. Verantwortlich hierfür sind vermutlich die

<sup>1</sup> Im Folgenden wird zur besseren Übersicht auf die Darstellung der Wasserstoffatome sowie des kokristallisierten Lösungsmittels verzichtet. Bei auftretenden Lagefehlordnungen werden nur die höchstbesetzten Lagen abgebildet. Die vollständigen Strukturen befinden sich im Anhang (E.4)

Hypersilylgruppen, die durch ihren sterischen Anspruch den Aromaten vom Zinnatom verschieben.

|                         |  |                          |                 |
|-------------------------|--|--------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>29</sub> H <sub>71</sub> ClSi <sub>8</sub> Sn | <b>Z</b>                 | 4               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 798,21 g/mol   | <b>Daten / Parameter</b> | 13117 / 417     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)   | <b>GOF</b>               | 0,925           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin   | <b>R1</b>                | 0,0531 / 0,1622 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P2 <sub>1</sub> /c                                   | <b>wR2</b>               | 0,1003 / 0,1397 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |  |                          |                 |
| <b>a</b>                | 9,3471(4)  | <b>α</b>                 | 90              |
| <b>b</b>                | 25,1730(13)  | <b>β</b>                 | 94,271(3)       |
| <b>c</b>                | 19,6799(8)   | <b>γ</b>                 | 90              |

**Tab. B.1** Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung **1a** (weitere Daten im Anhang).



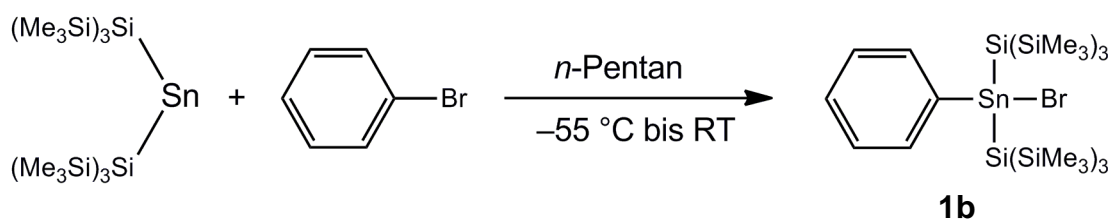
**Abb. B.10** Kalottenmodell von Verbindung **1a**.

Der C-Sn-Cl-Bindungswinkel fällt mit 100,3 ° im Vergleich zu dem C-Sn-Cl-Winkel von ClSnPh<sub>3</sub> sehr klein aus, da durch den sterischen Anspruch der Hypersilylgruppen die Phenylgruppe und das Halogen näher zusammengebracht werden. Der Si-Sn-Si-Winkel beträgt 134,4 ° und ist der bislang kleinste Wert für alle untersuchten Monostannane. Dieser liegt mit ca. 8 ° unter dem Wert von Cl<sub>2</sub>SnHyp<sub>2</sub>, da der Aromat mehr Raum in Anspruch nimmt als das Chloratom und dadurch die Hypersilylgruppen näher zusammenbringt. Weiterhin fällt die große Abweichung der Si-Si-Sn-Winkel von über 8 ° auf. Offensichtlich sorgt der sterische Anspruch der Silylgruppen für eine Wechselwirkung mit dem Halogenatom und der Phenylgruppe, was zur Folge hat, dass eine Verzerrung innerhalb des Moleküls auftritt. In **Abb.**

**B.10** werden die räumlichen Verhältnisse in Verbindung **1a** anhand eines Kalotten-Modells nochmal aufgezeigt.

### B.2.1.2 BrSnHyp<sub>2</sub>Ph (**1b**)

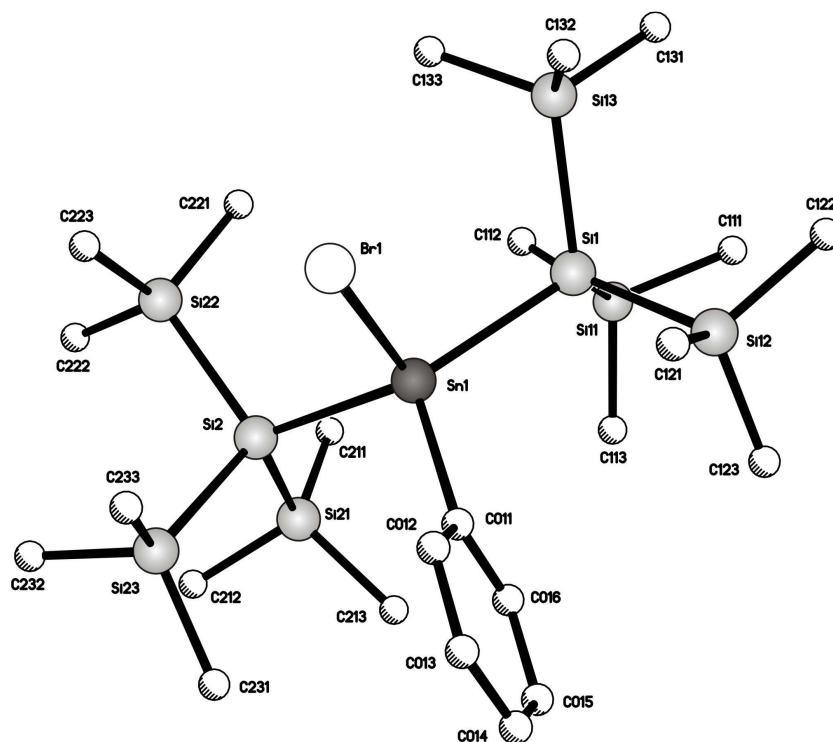
Das Produkt **1b** wird auf gleiche Art und Weise wie das chlorierte Derivat **1a** in guter Ausbeute erhalten (**Abb. B.11**).



**Abb. B.11:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1b**.

Beim Erwärmen wird die Reaktionslösung heller und im Gegensatz zu **B.2.1** fallen geringe Mengen eines farblosen Niederschlages aus, der sich durch schlechte Löslichkeitseigenschaften in Alkanen, Aromaten, Alkoholen und diversen Ethern auszeichnet, und daher leicht abtrennbar ist. Die überstehende Lösung wird – analog zu **B.2.1** – im dynamischen Hochvakuum bis zur Trockne eingeeengt; dadurch wird nichtumgesetztes Brombenzol entfernt. Aus dem orangenen Rückstand lässt sich nach Zugabe von Benzol und langsamen Verdampfen die Verbindung **1b** in kristalliner Form erhalten.

Der in der Reaktion ausgefallene Feststoff wurde mehrmals mit *n*-Pentan gewaschen und aus einem Gemisch aus DME und DMF umkristallisiert. Es handelt sich dabei um Tetraphenylstannan. Röntgendiffraktometrische Untersuchungen dieser Verbindung wurden in der Vergangenheit bereits mehrfach durchgeführt <sup>[65a,b]</sup>. Die <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Untersuchung ergab eine Linie ohne beobachtbare Quadrupolaufspaltung. Weiterhin kann im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum eine Signalgruppe im Tieffeldbereich von 7,58 bis 7,60 ppm der symmetrischen Zinnverbindung zugeordnet werden.

Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1b**

|           |                         |              |                         |
|-----------|-------------------------|--------------|-------------------------|
| Sn1-C011  | 2,1692(15)              | Si2-Sn1-Si1  | 136,352(14)             |
| Sn1-Br1   | 2,5601(3)               | C011-Sn1-Br1 | 100,83(4)               |
| Sn1-Si?   | 2,6130(4); 2,6140(5)    | Si?-Sn1-Br1  | 99,964(11); 102,463(12) |
| Si?-Si??  | 2,3557(6) – 2,3769(6)   | Si?-Sn1-C011 | 102,81(4); 109,10(4)    |
| Si??-C??? | 1,8654(19) – 1,8862(18) | Si??-Si?-Sn1 | 106,104(19)–114,92(2)   |
|           |                         | Si-Si-Si     | 106,97(2) – 111,47(2)   |

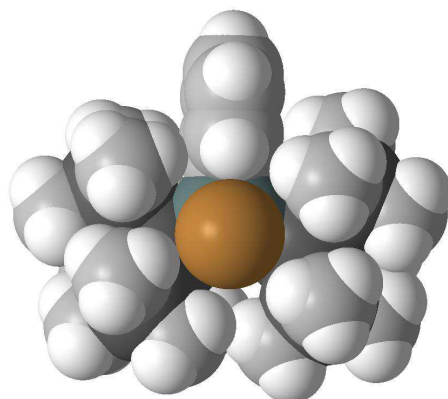
Abb. B.12 Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **1b**.

|  |  |                            |                 |
|--|--|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{39}\text{H}_{65}\text{BrSi}_8\text{Sn}$ | <b>Z</b>                   | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b>                                      | 849,13 g/mol                                       | <b>Daten / Parameter</b>   | 10553 / 352     |
| <b>Temperatur [K]</b>  | 173(2)   | <b>GOF</b>                 | 0,988           |
| <b>Kristallsystem</b>  | triklin  | <b>R1</b>                  | 0,0197 / 0,0277 |
| <b>Raumgruppe</b>  | $P\bar{1}$   | <b>wR2</b>                 | 0,0460 / 0,0477 |
| <b>Metrik [<math>\text{\AA}</math>, <math>^\circ</math>]</b> |  |                            |                 |
| <b>a</b>   | 9,7637(9)  | <b><math>\alpha</math></b> | 101,827(2)      |
| <b>b</b>   | 12,7574(12)  | <b><math>\beta</math></b>  | 90,735(2)       |
| <b>c</b>   | 19,2428(18)  | <b><math>\gamma</math></b> | 110,142(2)      |

Tab. B.2: Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung **1b**.



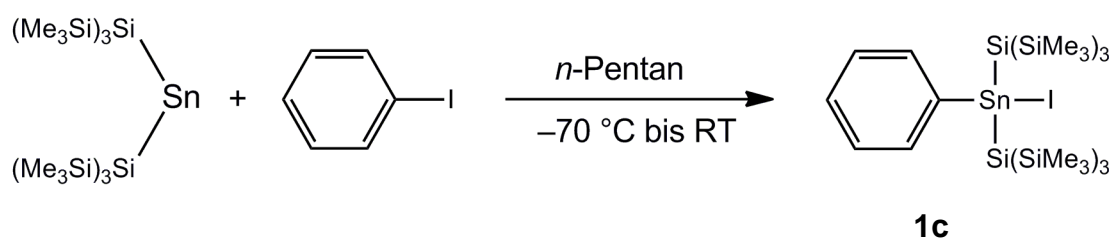
Verbindung **1b** kristallisiert in Form farbloser Nadeln in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (**Abb. B.12**). Die Sn-Si-Abstände sind mit 2,61 Å kaum länger als in Verbindung **1a**, auch die Sn-C-Distanz von 2,17 Å weist keine Unregelmäßigkeit auf. Im Vergleich zu **1a** ist der Zinn-Halogenabstand mit 2,56 Å deutlich länger, bedingt durch den größeren Ionenradius des Broms. Dadurch vergrößern sich die Si-Si-Sn-Bindungswinkel, die mit maximal 114,9° die von Verbindung **1a** um 3° übertreffen.



**Abb. B.13:** Kalottenmodell von Verbindung **1b**.

### B.2.1.3 SnHyp<sub>2</sub>Ph<sup>[18]</sup> (**1c**)

Die Darstellung von Verbindung **1c** wurde erstmals von *Becker* durchgeführt. Die Reaktion wurde wiederholt, wobei eine tiefere Starttemperatur gewählt wurde (−70 °C) (**Abb. B.14**).



**Abb. B.14:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1c**.

Die anfangs braune Farbe der Reaktionslösung wird zunehmend heller. Ab −20 °C vernimmt man eine deutliche Trübung. Durch <sup>1</sup>H-NMR-spektroskopische Untersuchung der Reaktionslösung lässt sich Verbindung **1c** als Hauptprodukt nachweisen sowie das in *n*-Pentan schwerlösliche Tetraphenylstannan als

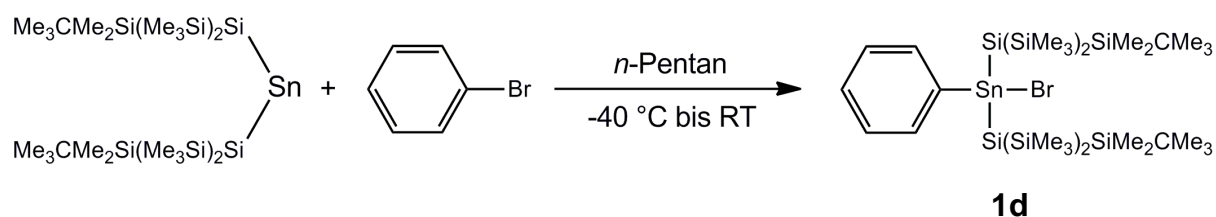
Nebenprodukt. Durch ein  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Experiment lassen sich kleine Mengen an Hypersilyliodid  $\text{ISi}(\text{SiMe}_3)_3$  (Verschiebung:  $-13,6$  ppm für die peripheren und  $-57,4$  ppm für das zentrale Si-Atom) und andere silylhaltige Spezies unbekannter Zusammensetzung feststellen.

Vergleicht man die Synthesen von den hypersilylierten Verbindungen **1a** bis **1c**, so findet mit schwererem Halogenatom die Bildung von Tetraphenylstannan im größeren Maße statt. Es hängt offensichtlich mit der Bindungsstärke zwischen dem Halogen und dem Aromaten sowie mit der Reaktivität des Dihypersilylzinns zusammen. Möglicherweise werden radikalische Reaktionskanäle zum einen durch die reduktive Wirkung des Stannylens und zum anderen durch die schwache Kohlenstoff-Halogen-Bindung initiiert, deren Verläufe bislang nicht geklärt sind.

Das Produkt **1c** ist anders als seine leichteren Homologen etwas empfindlich gegenüber Licht. Die Züchtung geeigneter Einkristalle von Verbindung **1c** zur Strukturbestimmung blieb – vermutlich aufgrund der schlechten Abtrennbarkeit der silylhaltigen Nebenprodukte – bislang erfolglos.

#### B.2.1.4 $\text{BrSn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2\text{Ph}$ (**1d**)

Die Umsetzung von  $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$  in *n*-Pentan mit Brombenzol erfolgt bei einer Anfangstemperatur von  $-40$  °C unter Lichtausschluss. Nach 20 h erhält man Additionsprodukt **1d** in guten Ausbeuten (**Abb. B.15**).



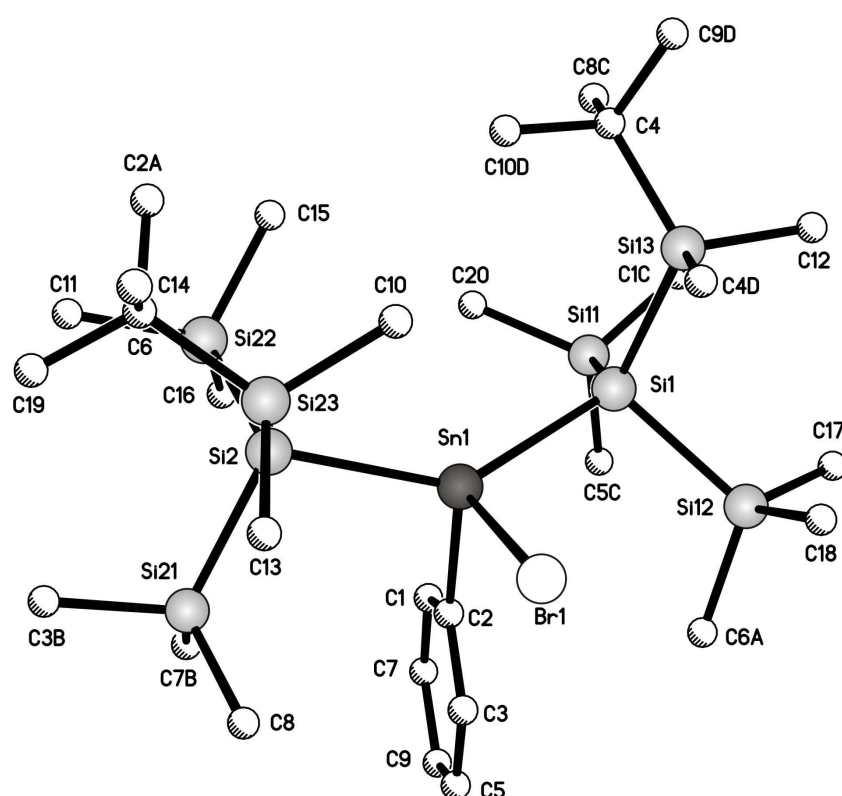
**Abb. B.15:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1d**.

Die Reaktionslösungsfarbe änderte sich von braun zu gelb-orange. Die Bildung von Tetraphenylstannan, wie sie bei der Darstellung von **1b** und **1c** festzustellen ist, wird hier nicht beobachtet. Nach der Entfernung der flüchtigen Komponenten im dynamischen Hochvakuum bleibt ein orangefarbener Rückstand zurück, der sich in wenig *n*-Pentan bei Raumtemperatur umkristallisieren lässt. Wie die Vertreter **1a** bis

**1c** ist Verbindung **1d** erwartungsgemäß gegen Luftsauerstoff unempfindlich. Lösungen von Verbindung **1d** zersetzen sich auch durch längeres Erwärmen (60 °C) nicht.

### Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1d**

Verbindung **1d** kristallisiert aus *n*-Pentan in der monoklinen Raumgruppe  $P2_1/c$  in Form von farblosen Quadern (**Abb. B.16**). In der Elementarzelle befinden sich vier Moleküle **1d** ohne Lösungsmittel.



|           |                         |              |                          |
|-----------|-------------------------|--------------|--------------------------|
| Sn1-C2    | 2,1688(15)              | Si2-Sn1-Si1  | 139,013(15)              |
| Sn1-Br1   | 2,5558(3)               | C2-Sn1-Br1   | 98,95(4)                 |
| Sn1-Si1   | 2,6300(5)               | Si?-Sn1-Br1  | 100,042(13); 101,651(12) |
| Sn1-Si2   | 2,6346(5)               | Si?-Sn1-C2   | 105,13(4); 105,29(4)     |
| Si?-Si??  | 2,3660(6) – 2,3964(7)   | Si??-Si?-Sn1 | 103,84(2) – 117,77(2)    |
| Si??-C??? | 1,8682(18) – 1,9084(18) | Si-Si-Si     | 107,53(2) – 119,28(2)    |

**Abb. B.16:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ , °] von Verbindung **1d**.

Vergleicht man die Bindungslängen von **1d** mit dem bromierten Stannanderivat **1b**, so liegt der Sn-Br-Abstand mit 2,556  $\text{\AA}$  als auch der Sn-C-Abstand mit 2,169  $\text{\AA}$  auf gleichem Niveau. Aufgrund der größeren sterischen Belastung der Silylreste ergeben

sich mit durchschnittlich 2,635 Å etwas längere Sn-Si-Bindungen. Die Si-Si-Abstände mit 2,366 bis 2,396 Å weisen keine Unregelmäßigkeiten auf.

Bei den Bindungswinkeln kann man im Vergleich zu **1b** Unterschiede feststellen: Mit 139,0 ° liegt der Si-Sn-Si-Winkel fast 3 ° über dem von **1b**, der C-Sn-Br-Winkel jedoch mit 99,0 ° ca. 2 ° darunter. Aufgrund des größeren sterischen Anspruchs der Silylreste nimmt die Abstoßung untereinander zu, so dass als Ausgleich ein Zusammenrücken des Aryl- und Halogenrestes resultiert. Die unterschiedlichen Silylsubstituenten an den zentralen Si-Atomen bewirken eine große Si-Si-Si-Winkelspanne von ca. 11,7 ° (107,5 bis 119,3 °), während dieser bei dem homoleptischen Hypersilylrest gerade mal 4,5 ° beträgt. Dieser Befund lässt sich ebenfalls bei den Si-Si-Sn-Winkeln beobachten: Diese variieren aufgrund des sterischen Anspruches des Silylrestes bei Verbindung **1d** von 103,8 ° bis 117,8 ° (Winkelspanne: ca. 14 °) mehr als bei Verbindung **1b** und sorgt ebenfalls für eine Verzerrung innerhalb der Molekülstruktur.

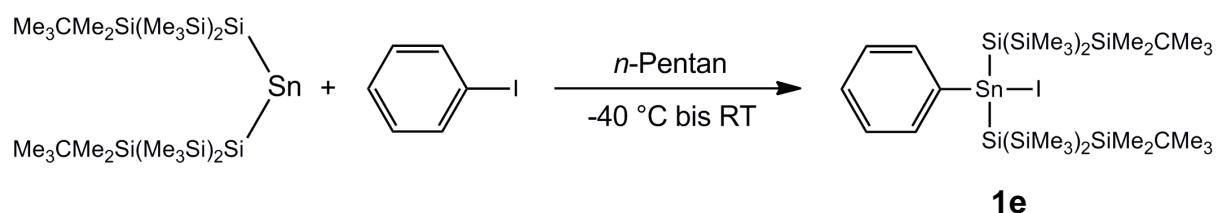
|                         |  |                          |                 |
|-------------------------|--|--------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>30</sub> H <sub>71</sub> SnSi <sub>8</sub> Br | <b>Z</b>                 | 4               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 855,17   | <b>Daten / Parameter</b> | 15332 / 384     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)   | <b>GOF</b>               | 0,878           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin   | <b>R1</b>                | 0,0255 / 0,0514 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P2 <sub>1</sub> /c                                   | <b>wR2</b>               | 0,0459 / 0,0491 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |  |                          |                 |
| <b>a</b>                | 19,618(2)  | <b>α</b>                 | 90              |
| <b>b</b>                | 12,8389(13)  | <b>β</b>                 | 114,669(5)      |
| <b>c</b>                | 20,107(2)  | <b>γ</b>                 | 90              |

**Tab. B.3:** *Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung 1d.*

### B.2.1.5 I<sub>2</sub>Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub>Ph (**1e**)

Setzt man bei –40 °C eine Lösung aus Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub> in *n*-Pentan mit Iodbenzol um, so erhält man durch Auftauen der Reaktionslösung nach 20 h das gewünschte Additionsprodukt **1e** in guten Ausbeuten (**Abb. B.17**).

## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.17:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1e**.

NMR-spektroskopische Untersuchungen zeigen, dass im Gegensatz zu dem hypersilylierten Derivat **1c** keine nennenswerten Nebenprodukte entstanden sind, ebenso blieb die Bildung von Tetraphenylstannan aus. Vergleicht man die Reaktionen von Arylhalogeniden zwischen Dihypersilylstannylen und sperrigeren Stannylenen, so laufen letztere wesentlich selektiver ab. Im Vergleich zum Derivat **1c** zeigt **1e** auch nach mehrwöchigen Aussetzen unter Licht keine wesentlichen Veränderungen.

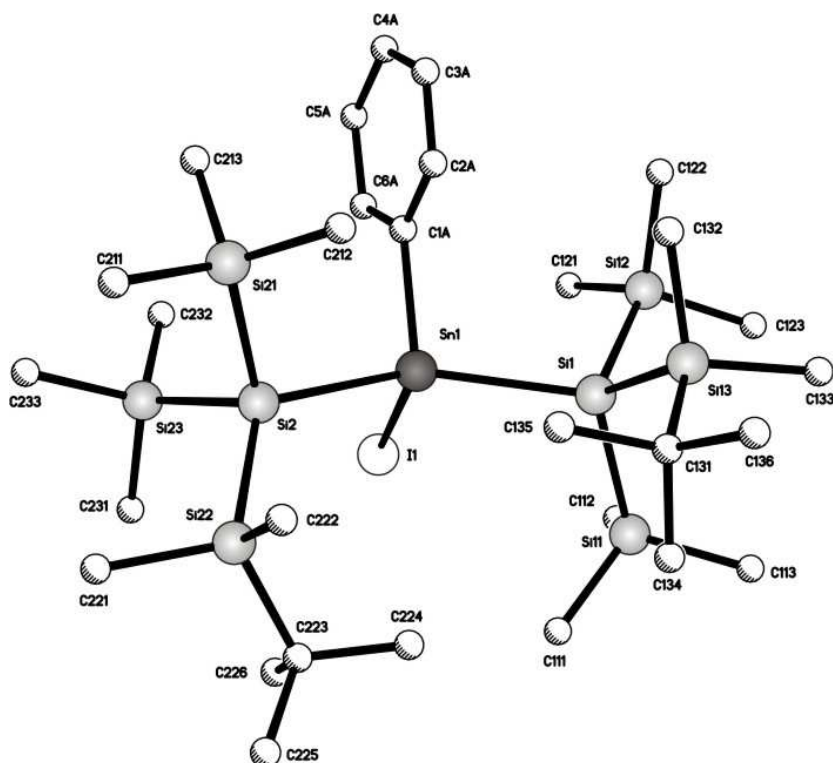
### Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1e**

Verbindung **1e** kristallisiert bei  $-30\text{ °C}$  aus einer THF-Lösung in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (**Abb. B.18**). In der Elementarzelle befinden sich zwei Moleküleinheiten mit jeweils einem Molekül kokristallisiertem THF. Innerhalb des Moleküls kommt es zu einer einfachen Fehlordnung des Zinnatoms, allerdings ist die erste Lage mit 97,4 % (Sn1) besetzt, so dass die zweite Besetzung (Sn1B) nahezu außer Acht gelassen werden kann.

|                         |                        |                            |                 |
|-------------------------|------------------------|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | $C_{34}H_{79}ISnSi_8O$ | <b>Z</b>                   | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 974,28                 | <b>Daten / Parameter</b>   | 9911 / 416      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)                 | <b>GOF</b>                 | 0,709           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin                | <b>R1</b>                  | 0,0495 / 0,0608 |
| <b>Raumgruppe</b>       | $P\bar{1}$             | <b>wR2</b>                 | 0,1608 / 0,0789 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |                        |                            |                 |
| <b>a</b>                | 9,9874(5)              | <b><math>\alpha</math></b> | 96,2352(17)     |
| <b>b</b>                | 13,0831(6)             | <b><math>\beta</math></b>  | 99,3815(17)     |
| <b>c</b>                | 20,9524(10)            | <b><math>\gamma</math></b> | 108,6401(15)    |

**Tab. B.4:** Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung **1d**.

## B. Gang der Untersuchung



|           |                     |              |                         |
|-----------|---------------------|--------------|-------------------------|
| Sn1-C1A   | 2,171(7)            | Si2-Sn1-Si1  | 143,38(7)               |
| Sn1-I1    | 2,7859(8)           | C1A-Sn1-I1   | 104,1(2)                |
| Sn1-Si1   | 2,651(2)            | Si?-Sn1-I1   | 99,20(5); 100,42(5)     |
| Sn1-Si2   | 2,650(2)            | Si?-Sn1-C1A  | 102,21(17); 102,58(17)  |
| Si?-Si??  | 2,374(3) – 2,395(3) | Si??-Si?-Sn1 | 105,09(9) – 122,24(10)  |
| Si??-C??? | 1,863(7) – 1,894(6) | Si-Si-Si     | 103,38(11) – 114,14(11) |

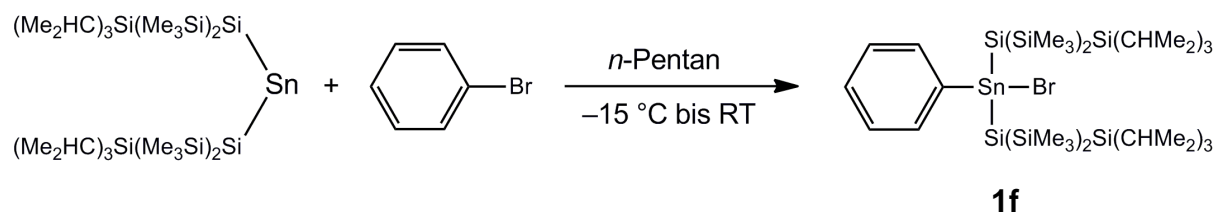
**Abb. B.18:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **1e**.

Aufgrund des größeren Ionenradius des Iods ist der Zinn-Halogen-Abstand mit 2,786  $\text{\AA}$  deutlich länger als der in Verbindung **1d**. Die Sn-C-Bindungslänge mit 2,17  $\text{\AA}$  sowie der Sn-Si-Abstand mit 2,65  $\text{\AA}$  entsprechen der Erwartung.

Durch den räumlichen Anspruch des Iods gegenüber des Broms resultiert mit 102,6  $^\circ$  ein größerer C-Sn-X-Winkel als in Verbindung **1d**, sowie eine noch größere Verzerrung der Silylgruppen, was sich in der sehr großen Abweichung von über 17  $^\circ$  der Si-Si-Sn-Winkel voneinander niederschlägt.

### B.2.1.6 BrSn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Br (**1f**)

Durch Zugabe von Brombenzol zu einer Lösung aus Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> in *n*-Pentan bei –15 °C unter Lichtausschluss erhält man das Produkt **1f** in guten Ausbeuten nach insgesamt 24 h (**Abb. B.19**).



**Abb.B.19:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1f**.

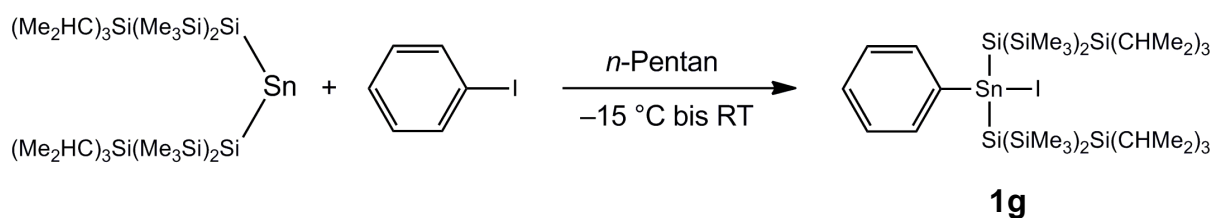
Das eingesetzte Stannylen besitzt eine wesentlich geringere Reaktionsfreudigkeit als Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]<sub>2</sub> oder Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub>, so dass die Anfangstemperatur höher gewählt wurde. Der von *Banaszak Holl* beschriebene Effekt der C-H-Aktivierung des *n*-Pentans konnte auch hier nicht beobachtet werden. Die anfangs rotbraune Reaktionslösung änderte im Laufe der Reaktion ihre Farbe zu einem Orange. Nach Entfernen der flüchtigen Komponenten blieb ein zäher Rückstand zurück. Eine Kristallisation des Produktes konnte bislang nicht erreicht werden, jedoch bestätigen die NMR- sowie <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Daten eindeutig die Anwesenheit des Additionsproduktes **1f** in 95 %-iger Reinheit.

### B.2.1.7 ISn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Ph (**1g**)

Analog zum bromierten Derivat setzt man eine Lösung aus Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> in *n*-Pentan bei –15 °C unter Lichtausschluss mit Iodbenzol um, so dass nach insgesamt 20 h und Auftauen auf Raumtemperatur das gewünschte Halogenstannan Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Ph(I) (**1g**) in guten Ausbeuten entsteht (**Abb B.20**).

Die anfangs rotbraune Reaktionslösung änderte im Laufe der Reaktion ihre Farbe, zunächst war ein Grünstich zu vernehmen, welcher im weiteren Reaktionsverlauf zu einem Orange umschlägt. *n*-Pentan und überschüssiges Iodbenzol werden mindestens 40 h im dynamischen Hochvakuum entfernt, um Verbindung **1g** in kristalliner Form zu erhalten.

## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.20:** Reaktionsgleichung zur Bildung von **1g**.

## Einkristallstrukturanalyse von **1g**

|                         |   |                          |                 |
|-------------------------|---|--------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>41</sub> H <sub>95</sub> ISi <sub>8</sub> Sn | <b>Z</b>                 | 8               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 1058,48 g/mol                                       | <b>Daten / Parameter</b> | 14363/563       |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>               | 0,976           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin  | <b>R1</b>                | 0,0372 / 0,0467 |
| <b>Raumgruppe</b>       | Cc  | <b>wR2</b>               | 0,0724 / 0,0749 |
| <b>Flack-Parameter</b>  | 0,515(12)   |                          |                 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                          |                 |
| <b>a</b>                | 10,8735(10)   | <b>α</b>                 | 90              |
| <b>b</b>                | 25,671(2)   | <b>β</b>                 | 96,199(3)       |
| <b>c</b>                | 20,6790(18)   | <b>γ</b>                 | 90              |

**Tab. B.5:** Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung **1g**.

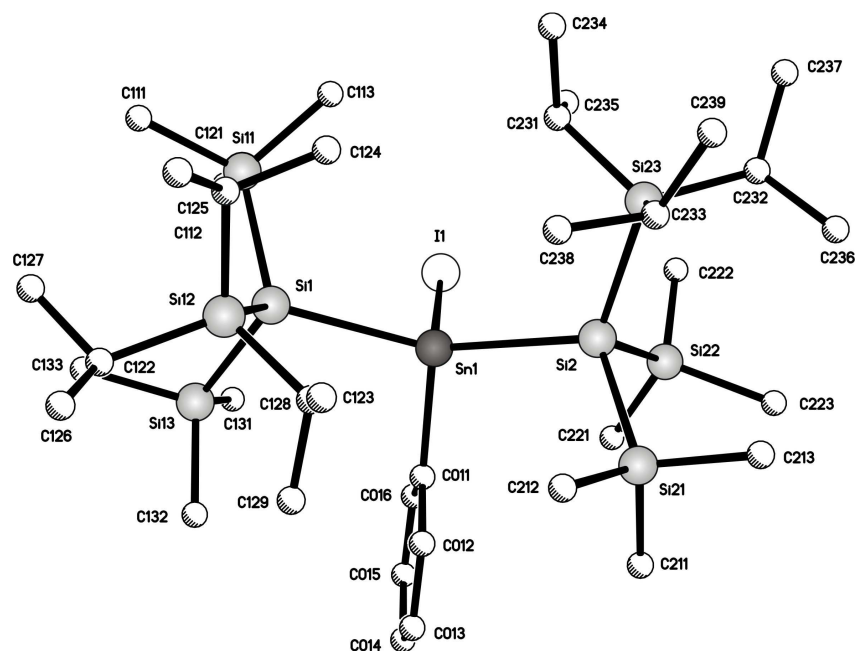
Verbindung **1g** kristallisiert mit einem Molekül *n*-Pentan bei  $-60\text{ }^\circ\text{C}$  in Form von hellgelben Würfeln aus (**Abb. B.21**). Das Lösungsmittelmolekül weist eine Lagefehlordnung auf, wobei die erste Lage zu 45,6 % bzw. die zweite Lage zu 54,4 % besetzt ist.

Verglichen mit Verbindung **1e** sind die Sn-Si-Bindungslängen mit durchschnittlich 2,670 Å etwas größer, was mit der größeren Raumerfüllung des Silylsubstituenten zusammenhängt. Nahezu gleich ist hingegen der Abstand des Zinnatoms zum Aromaten mit 2,17 Å. Etwas kürzer fällt jedoch die Sn-I-Distanz aus.

Durch den räumlichen Anspruch der Silylgruppen werden die anderen beiden Gruppen näher aufeinander gerichtet. Das zeigt sich in dem C-Sn-I-Bindungswinkel, welcher mit  $99,9\text{ }^\circ$  über  $4\text{ }^\circ$  niedriger als der von Verbindung **1e** liegt. Daraus folgt eine bis zu  $6,7\text{ }^\circ$  größere Aufspreizung des Si-Sn-X-Winkels. Kaum Unterschiede findet man in den Si-Sn-C- und in den Si-Si-Si-Bindungswinkeln. Allerdings fällt die



Spreizung des Si-Si-Sn-Winkels mit maximal 113,2 ° geringer als bei Verbindung **1e**.



|           |                         |              |                        |
|-----------|-------------------------|--------------|------------------------|
| Sn1-C011  | 2,172(4)                | Si2-Sn1-Si1  | 143,42(3)              |
| Sn1-I1    | 2,7765(4)               | C011-Sn1-I1  | 99,88(9)               |
| Sn1-Si1   | 2,6765(10)              | Si?-Sn1-I1   | 98,97(2); 107,09(2)    |
| Sn1-Si2   | 2,6635(11)              | Si?-Sn1-C011 | 102,66(10); 103,62(10) |
| Si?-Si??  | 2,3791(15) – 2,4037(13) | Si??-Si?-Sn1 | 102,78(4) – 115,65(5)  |
| Si??-C??? | 1,858(5) bis 1,912(5)   | Si-Si-Si     | 103,49(6) – 113,15(5)  |

**Abb. B.21:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ , °] von Verbindung **1g**.

## B.2.1.8 Strukturaufklärende Untersuchungen von Verbindungen **1a** bis **1g**

### NMR-Spektroskopie

Die NMR-spektroskopischen Charakterisierungen der  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  und  $^{29}\text{Si}$ -Kerne von Verbindungen **1a** bis **1g** konnten durchgeführt werden (**Tab. B.6** und **Tab. B.7a & b**). Lediglich bei den  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Messungen in Lösungen konnten keine Signale beobachtet werden. Ein Grund könnte eine zu schnelle Relaxation in Folge der Quadrupolmomente der Halogenatome sein, die zu einer starken Verbreiterung der Resonanzsignale führen können und deren Detektion erschweren oder sogar unmöglich machen.

B. Gang der Untersuchung

|           | SiMe <sub>3</sub> -Gruppen |                         |                          | Zentrales Si             |
|-----------|----------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|
|           | $\delta(^1\text{H})$       | $\delta(^{13}\text{C})$ | $\delta(^{29}\text{Si})$ | $\delta(^{29}\text{Si})$ |
| <b>1a</b> | 0,33                       | 3,5                     | -6,3                     | -98,1                    |
| <b>1b</b> | 0,33                       | 3,6                     | -6,4                     | -98,0                    |
| <b>1c</b> | 0,34                       | 3,7                     | -5,7                     | -98,2                    |
| <b>1d</b> | 0,35; 0,37                 | 4,6                     | -5,4; -6,1               | -88,6                    |
| <b>1e</b> | 0,37                       | 4,7; 4,8                | -6,0                     | -89,2                    |
| <b>1f</b> | 0,35; 0,47                 | 5,0; 5,4                | -5,0; -5,8               | -71,6                    |
| <b>1g</b> | 0,35; 0,48                 | 5,1; 5,4                | -4,2; -5,6               | -71,4                    |

**Tab. B.6:** Ausgewählte NMR-Parameter der Silylsubstituenten [ppm] von Verbindungen **1a** bis **1g**.

Bei Verbindungen **1d** bis **1g** sind die SiMe<sub>3</sub>-Gruppen diastereotop, woraus in den <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C und <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren zwei Sätze von Signalen resultieren, dabei kann es zu Überlagerungen der Signale kommen, wie z.B. bei **1d** (<sup>13</sup>C) oder **1e** (<sup>1</sup>H und <sup>29</sup>Si).

Variiert man Halogen- und Silylsubstituenten, so ändern sich die Elektronendichten am quartären C-Atom. Je elektronegativer das am Zinn gebundene Halogenatom und je geringer der +I-Effekt der Silylreste aufgrund kleinerer Organylreste, desto geringer wird die Elektronendichte am Zinnatom und dem quartärem C-Atom. Daraus resultiert eine zunehmende Tieffeldverschiebung des  $\alpha$ -C-Atoms im <sup>13</sup>C-NMR, welche im Bereich zwischen 140 und 150 ppm (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> als Referenz) liegt.

a)

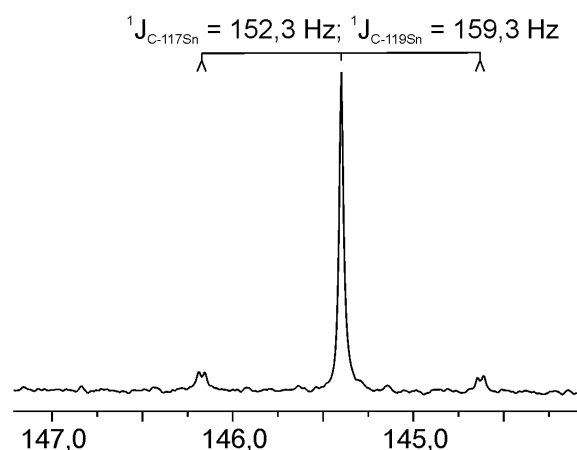
|           | <sup>1</sup> H-NMR: Verschiebung im Aromaten       |                |                | <sup>13</sup> C-NMR: Verschiebung im Aromaten      |                |                |
|-----------|--|----------------|----------------|--|----------------|----------------|
|           | <i>ortho</i> -H ( <sup>3</sup> J <sub>H-Sn</sub> ) | <i>meta</i> -H | <i>para</i> -H | <i>ortho</i> -C ( <sup>2</sup> J <sub>Sn-C</sub> ) | <i>meta</i> -C | <i>para</i> -C |
| <b>1a</b> | 7,87 (45,7)  | 7,21           | 7,08           | 135,8 (50,6)                                       | 128,7          | 128,3          |
| <b>1b</b> | 7,92 (46,6)  | 7,19           | 7,06           | 136,3 (51,3)                                       | 128,7          | 128,6          |
| <b>1c</b> | 7,98 (47,7)  | 7,16           | 7,04           | 137,6 (50,0)                                       | 128,7          | 128,6          |
| <b>1d</b> | 8,00 (43,9)  | 7,19           | 7,07           | 137,1 (48,6)                                       | 128,6          | 128,7          |
| <b>1e</b> | 8,07 (44,5)  | 7,15           | 7,04           | 138,0 (48,6)                                       | 128,6          | 128,6          |
| <b>1f</b> | 8,02 (42,1)  | 7,18           | 7,07           | 137,5 (48,6)                                       | 128,6          | 128,5          |
| <b>1g</b> | 8,10 (42,7)  | 7,16           | 7,04           | 138,5 (45,9)                                       | 128,4          | 128,5          |

b)

| <sup>13</sup> C-NMR: Verschiebung im Aromaten |  |  |
|---|--|--|
|   | <i>ortho</i> -C ( <sup>2</sup> J <sub>Sn-C</sub> ) | <i>quart.</i> -C ( <sup>1</sup> J <sub>117Sn-C</sub> ; <sup>1</sup> J <sub>119Sn-C</sub> ) |
| <b>1a</b>                                     | 135,8 (50,6)                                       | 147,0  |
| <b>1b</b>                                     | 136,3 (51,3)                                       | 144,6  |
| <b>1c</b>                                     | 137,6 (50,0)                                       | 140,4  |
| <b>1d</b>                                     | 137,1 (48,6)                                       | 145,4 (153,2; 159,3)   |
| <b>1e</b>                                     | 138,0 (48,6)                                       | 141,4  |
| <b>1f</b>                                     | 137,5 (48,6)                                       | 146,2 (118,8; 124,2)   |
| <b>1g</b>                                     | 138,5 (45,9)                                       | 142,2 (112,0)  |

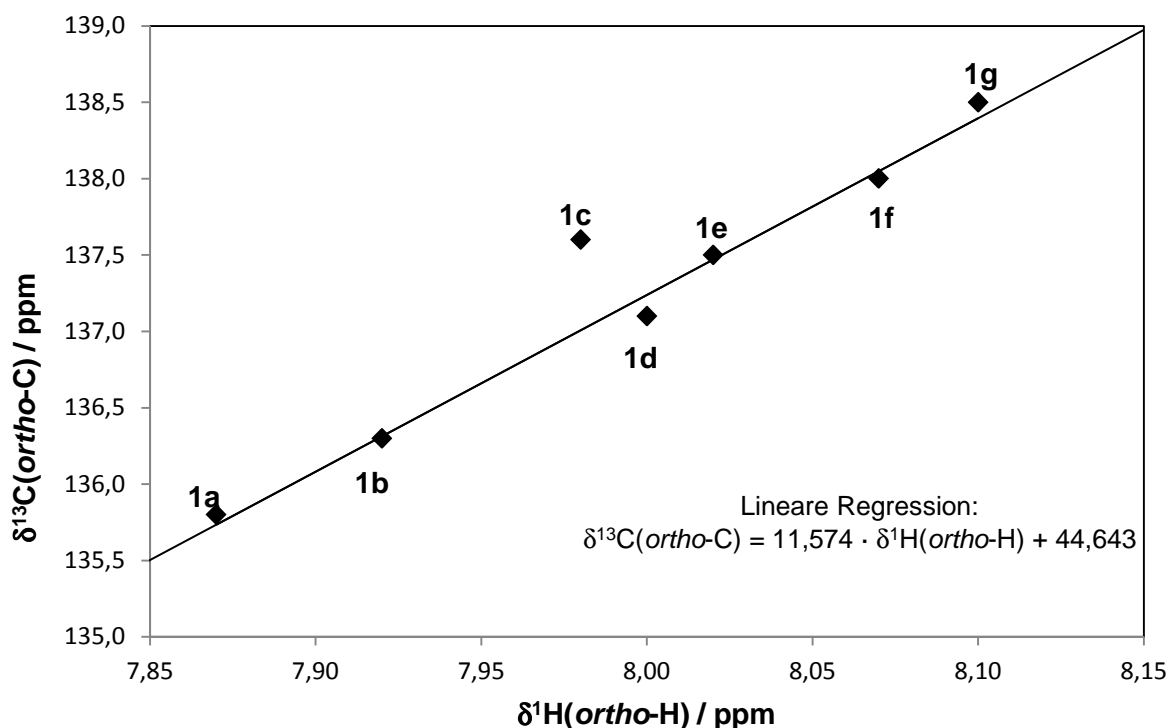
**Tab. B.7a & b:** <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Parameter des Aromaten der Verbindungen **1a** bis **1g** im Aromaten [ppm (Hz)].

Die *ortho*-ständigen C-Atome verspüren im Gegenzug dazu eine leichte Zunahme der Elektronendichte, was zu einer leichten Verschiebung zu höherem Feld führt. Hier fällt der Einfluss der Silylsubstituenten und Halogenatome geringer aus, erkennbar an dem kleineren Verschiebungsintervall von etwa 4 ppm. Fast keine Veränderungen findet man bei den *meta*- und *para*-ständigen Kohlenstoffatomen. Bei einigen Verbindungen ist es gelungen, die C<sub>Ph</sub>-Sn-Kopplungen zu ermitteln. Die <sup>1</sup>J<sub>C-Sn</sub>-Kopplungen liegen im Bereich zwischen 100 bis 160 Hz, die <sup>2</sup>J<sub>C-Sn</sub>-Kopplungen bei ca. 50 Hz, die <sup>3</sup>J<sub>C-Sn</sub>-Kopplungen bei ca. 40 Hz und die <sup>4</sup>J<sub>C-Sn</sub>-Kopplung bei ca. 10 Hz. Die meisten C-<sup>119</sup>Sn- und C-<sup>117</sup>Sn-Kopplungen lassen sich auflösungsbedingt nicht unterscheiden, in manchen Fällen können diese jedoch ermittelt und anhand der Verhältnisse der gyromagnetischen Faktoren der beiden Zinnisotope, die mit ähnlicher relativen Häufigkeit auftreten, überprüft werden (**Abb. B.22**).



**Abb. B.22:** Protonen-entkoppeltes <sup>13</sup>C-NMR (zgpg30) von Verbindung **1d** (Ausschnitt).

Im  $^1\text{H}$ -NMR stellt man mit größer werdenden Halogenen und Silylresten eine Zunahme der Verschiebung der *ortho*-ständigen Protonen zu tiefem Feld fest. Man erhält charakteristische Dubletts, bei denen  $^3J$ -Kopplungen zum Zinnatom auftreten. Ihre Resonanzen korrelieren mit denen der *ortho*-ständigen Kohlenstoffatome im  $^{13}\text{C}$ -NMR. Durch Auftragen der Verschiebungen erhält man einen annähernd linearen Zusammenhang (**Abb. B.23**).



**Abb. B.23:** Korrelation der  $\delta^{13}\text{C}(\text{ortho-C})$ - mit den den  $\delta^1\text{H}(\text{ortho-H})$  von Verbindung **1a** bis **1g**.

Im  $^{29}\text{Si}$ -NMR findet man keine nennenswerten Auffälligkeiten in den Verschiebungen. Die Resonanz des zentralen Si-Atoms hängt fast nur von den Silylgruppen ab. Mit zunehmendem sterischen Anspruch erhöht sich die Elektronendichte am zentralen Silicium, woraus sich eine Verschiebung zu höheren Feld ergibt. Die Resonanzen treten im Bereich von  $-70$  bis  $-100$  ppm auf und können näherungsweise als Folge des  $+I$ -Effektes aufgefasst werden. In einigen Fällen lassen sich die  $^1J$ -Kopplungen zum benachbarten Zinnatom bestimmen, welche im Bereich von  $70$  bis  $80$  Hz liegen.

<sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie

Es wurden erstmals <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-spektroskopische Untersuchungen an den Verbindungen **1a** bis **1f** durchgeführt. Zusätzlich wurden als Vergleich einige Stannylene sowie das als Nebenprodukt auftretende Tetraphenylzinn untersucht. Die Messungen erfolgten bei 80 K mit einer angeregten Ca<sup>119m</sup>SnO<sub>3</sub>-Quelle, ihre Werte beziehen sich auf SnO<sub>2</sub> als Referenz<sup>1</sup> (**Tab. B.8**). In der Literatur findet man die Werte für einzelne Isomerieverschiebungen ( $\delta$ ) von verschiedenen Zinnverbindungen gegenüber SnO<sub>2</sub> als Standard [66].

|  | $\delta$ (SnO <sub>2</sub> )<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | $\Delta$<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | Bindungswinkel<br>$\angle$ (Si-Sn-Si) / ° |
|--|--|------------------------------------|---|
| <b>1a</b>  | 1,6988(44)   | 2,5117(90)                         | 134,38(5)                                 |
| <b>1b</b>  | 1,7304(20)   | 2,5223(49)                         | 136,352(14)                               |
| <b>1c</b>  | 1,7602(46)   | 2,337(15)                          | –   |
| <b>1d</b>  | 1,7253(24)   | 2,3880(47)                         | 139,013(15)                               |
| <b>1e</b>  | 1,7603(47)   | 2,3010(89)                         | 134,38(7)                                 |
| <b>1f</b>  | 1,7620(40)   | 2,4332(87)                         | –   |
| <b>1g</b>  | 1,7963(28)   | 2,2842(45)                         | 143,42(3)                                 |
| <b>SnPh<sub>4</sub></b>                                | 1,2803(29)   | 0,245(29)                          | –   |
| <b>Sn(cHex)<sub>4</sub></b>                            | 1,48483(25)  | 0,2474(25)                         | –   |
| <b>Sn[N(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub></b> | 2,8767(11)   | 3,4313(42)                         | –   |
| <b>SnSit<sub>2</sub></b>                               | 2,830(27)  | 4,5197(27)                         | 115,86(5) [A.13]                          |
| <b>SnSip<sub>2</sub></b>                               | 2,8968(13)   | 4,818(57)                          | 122,32(2) [A.13]                          |
| <b>(SnHyp<sub>2</sub>)<sub>2</sub></b>                 | 2,263(11)  | 1,587(20)                          | 120,46(4); 123,25(3) [2]                  |

**Tab. B.8:** <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Parameter ausgewählter Stannane und Stannylene ( $\delta$  = Isomerieverschiebung;  $\Delta$  = Quadrupolaufspaltung).

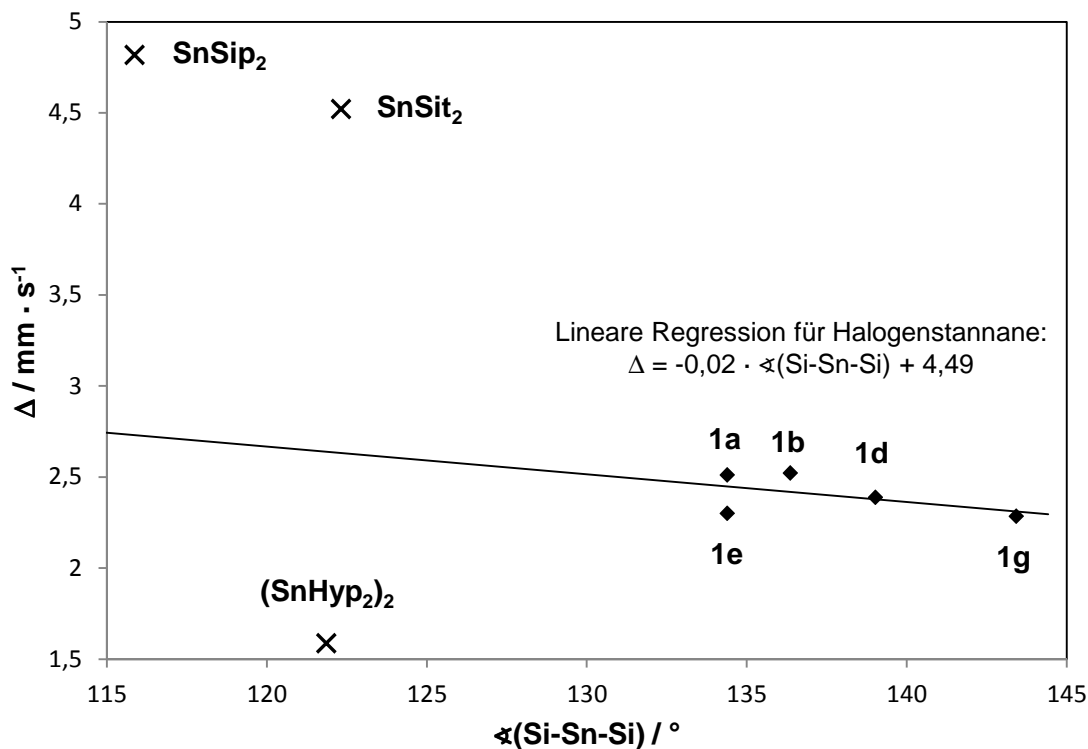
Die Isomerieverschiebung nimmt tendenziell mit größer werdendem Halogen und zunehmender Raumerfüllung der Silylreste zu, d.h. der ionische Bindungsanteil verringert sich. Dies lässt sich zum einen dadurch erklären, dass durch die

<sup>1</sup> Das gemessene Spektrum von  $\beta$ -Sn ergibt eine Isomerieverschiebung ( $\delta$ ) von 2,6546 mm/s. Gegenüber SnO<sub>2</sub> besitzt  $\beta$ -Sn laut Literatur [65] eine Isomerieverschiebung von 2,56 mm/s, so dass die Differenz 2,6546 – 2,56 = 0,0946 mm/s für jede gemessene Isomerieverschiebung abgezogen wird.

abnehmende Elektronegativität des Halogenatoms der kovalente Beitrag der Sn-X-Bindung zunimmt. Zum anderen bewirken größere Alkylreste in den Silylgruppen einen größeren induktiven Beitrag am Zinnatom, so dass eine Zunahme der Elektronendichte am Kern erfolgt.

Interessanterweise stehen die gemessenen Isomeriewerschiebungen mit quantenchemischen Berechnungen der Elektronendichten  $\rho(0)$  am Zinnatom von *Klinkhammer* <sup>[67]</sup> sehr gut im Einklang. Mit Hilfe von Geometrieoptimierungen durch Dichtefunktionalmethoden <sup>[68]</sup> (DFT/Funktional: M062X) mit dem Programmpaket Gaussian09 <sup>[69]</sup> können die Strukturparameter der einzelnen Verbindungen erhalten werden. Anschließend wird mit dem Programm ORCA <sup>[70]</sup> die Elektronendichte am Kernort bestimmt (DFT(PBE0-Funktional, ZORA-RI-Näherung\* <sup>[71]</sup>)). Die Auftragung der Elektronendichte gegen die Isomeriewerschiebung ergibt in sehr guter Näherung einen linearen Zusammenhang (mehr dazu in Abschnitt **D**).

Die Quadrupolaufspaltung nimmt im Allgemeinen mit größer werdenden Silylresten (und größer werdenden +I-Effekt) ab. Bei den Halogenen ist ein deutlicher Sprung von Brom zu Iod erkennbar, während zwischen dem chlorierten Stannan **1a** und dem bromierten Vertreter **1b** nahezu fast kein Unterschied vorhanden ist. Chlor- und Bromanion unterscheiden sich zwar etwas in ihrer Elektronegativität und Atomradius, doch im Vergleich zu Iod fällt der Unterschied nicht so gravierend aus. Die Quadrupolaufspaltungen iodierter Stannane sind im Vergleich zu seinen leichteren Homologen aufgrund einer gleichmäßigeren Verteilung der Elektronendichte am Zinnkern deutlich niedriger. Unterscheiden sich die Stannane in ihren Silylgruppen, so findet man kaum Unterschiede zwischen den beiden sperrigen Substituenten  $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$  und  $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3$ , allerdings zu der symmetrischen Hypersilylgruppe. Man erwartet bei den Halogenstannanen **1a** bis **1g** allgemein aufgrund der Elektronendichte-Verteilung eine Korrelation zwischen Quadrupolaufspaltungen und den Si-Sn-Si-Bindungswinkeln. Generell lässt sich anhand der gefundenen Si-Sn-Si-Bindungswinkeln und den gemessenen Quadrupolaufspaltungen annähernd einen antiproportionalen Verlauf feststellen (**Abb. B.24**).

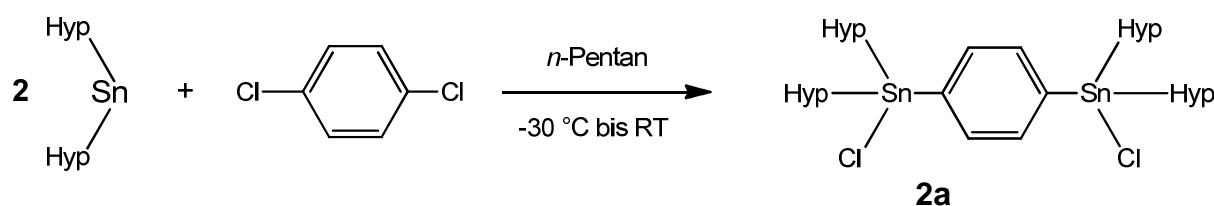


**Abb. B.24:** Korrelation der Quadrupolaufspaltungen und den Si-Sn-Si-Bindungswinkeln für die Verbindungen **1a**, **1b**, **1d**, **1e** und **1g**. Die Stannylene SnSit<sub>2</sub> und SnSip<sub>2</sub> sowie das Distannen (SnHyp<sub>2</sub>)<sub>2</sub> dienen als Vergleich und werden nicht in die lineare Regression mit eingebezogen.

## B.2.2 Darstellung von Bishalogendistannanen

### B.2.2.1 ClHyp<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnHyp<sub>2</sub>Cl (**2a**)

Die in **B.2.2.1** beschriebene Umsetzung lässt sich auch mit 1,4-Dichlorbenzol und zwei Äquivalenten von SnHyp<sub>2</sub> in *n*-Pentan durchführen. Die Starttemperatur wurde höher gewählt (−30 °C), um die Bildungsreaktion zu beschleunigen. Man erhält nach insgesamt zwei Tagen das gewünschte Produkt **2a** in geringen Ausbeuten (**Abb. B.25**).



**Abb. B.25:** Reaktion von 1,4-Dichlorbenzol mit Dihypersilylstannalen.

Die schlechte Ausbeute hängt vor allem mit der Bildungsgeschwindigkeit von **2a** zusammen, welche aufgrund der zweifachen Substitution wesentlich geringer ist als die von Produkt **1a**. Als Nebenprodukte entstehen erwartungsgemäß Zersetzungsprodukte des Stannylens. Im Gegensatz zu der monosubstituierten Vertretern ist Verbindung **2a** in sämtlichen Lösungsmitteln (neben Alkanen, Aromaten, Ethern, Nitrilen, Wasser und sogar anorganische Säuren) schlecht löslich, was zur Folge hat, dass das Produkt aus der Reaktionslösung ausfällt und leicht abgetrennt werden kann. Der farblose Feststoff zeichnet sich durch seine Stabilität gegenüber Luftsauerstoff sowie hohen Schmelzpunkt (251 °C) aus.

Geeignete Einkristalle zur röntgendiffraktometrischen Untersuchung erhält man durch Umkristallisation in heißem Benzol und anschließender, langsamer Abkühlung.

### Einkristallstrukturanalyse von **2a**

Verbindung **2a** kristallisiert in Form farbloser Parallelepipede. Die Elementarzelle enthält eine Einheit von Verbindung **2a** mit einem kokristallisierten Molekül Benzol (**Abb. B.26**).

|                         |   |                            |                 |
|-------------------------|---|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>48</sub> H <sub>118</sub> Cl <sub>2</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> | <b>Z</b>                   | 1               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 798,21 g/mol  | <b>Daten/Parameter</b>     | 10299 / 326     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>                 | 0,798           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin   | <b>R1</b>                  | 0,0387 / 0,0597 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P $\bar{1}$   | <b>wR2</b>                 | 0,0715 / 0,0656 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                            |                 |
| <b>a</b>                | 9,8124(7)   | <b><math>\alpha</math></b> | 104,202(3)      |
| <b>b</b>                | 12,5628(9)  | <b><math>\beta</math></b>  | 97,373(3)       |
| <b>c</b>                | 18,1435(17)   | <b><math>\gamma</math></b> | 109,137(2)      |

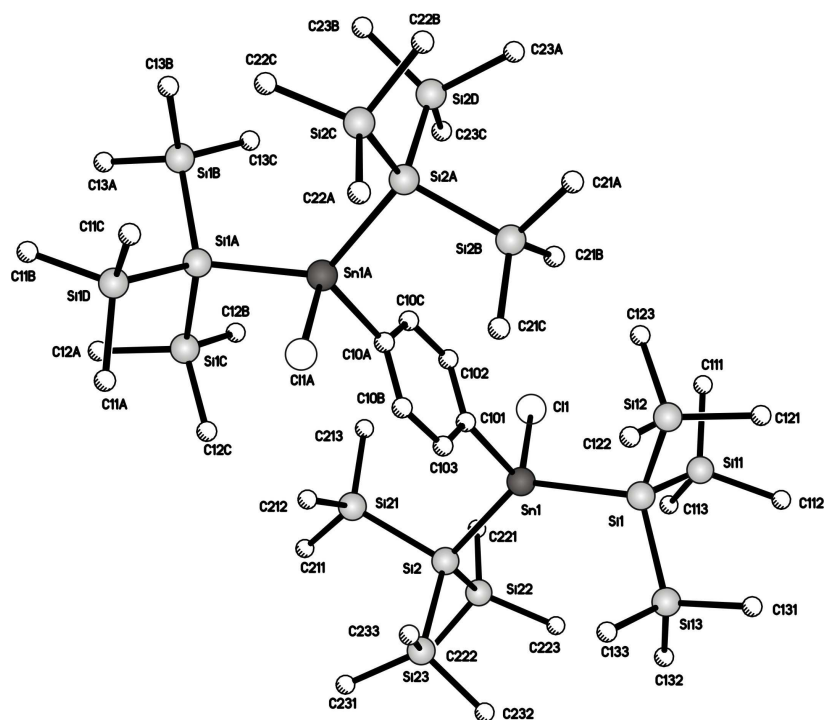
**Tab. B.9:** Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung **2a**.

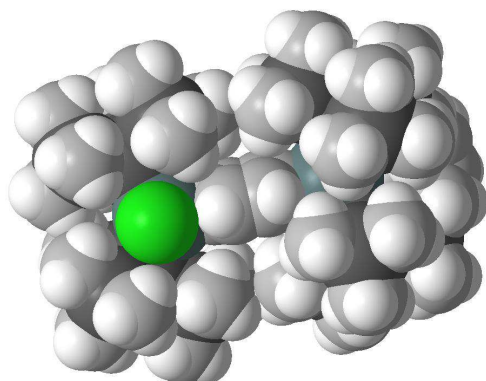
Verglichen mit dem Monostannan **1a** fallen die meisten Bindungen in Verbindung **2a** (Ausnahme: Si-C) zwar etwas länger aus, liegen jedoch noch in dem erwarteten Bereich. Der Sn-C-Abstand beispielsweise beträgt 2,180 Å und ist damit kaum größer als beim Monostannan **1a**. Ähnlich verhält es sich mit den anderen Abständen. Zu erklären ist dieser Befund mit der Tatsache, dass an einem



Benzolring zwei sehr sperrige Stannylreste gebunden sind, die sich aufgrund der sich annähernden Silylgruppen sterisch etwas behindern.

Durch die abstoßende Wirkung resultiert eine Verkleinerung der Si-Sn-Si-Bindungswinkel, welcher mit  $128,53^\circ$  den von Verbindung **1a** um fast  $6^\circ$  unterbietet. Man erhält deutlich größere Si-Sn-C-Winkel, welche überraschenderweise fast  $7^\circ$  voneinander abweichen. Dies spricht für eine Wechselwirkung innerhalb des Kristallgitters, die bereits *Weimar* in Verbindung **2e** feststellen konnte <sup>[19]</sup>. Verglichen mit **1a** sind die Werte der Cl-Sn-C- sowie der Cl-Sn-Si-Winkel nur geringfügig kleiner und weisen mit  $98,6$  bzw. mit  $98,7$  und  $102,3^\circ$  keine Besonderheiten auf. Ebenso verhält es sich mit den Si-Si-Si-Winkeln, die sich im Bereich zwischen  $106,19$  und  $111,0$  befinden. Ein Kalottenmodell stellt die räumlichen Verhältnisse innerhalb des Moleküls dar (**Abb. B.27**).

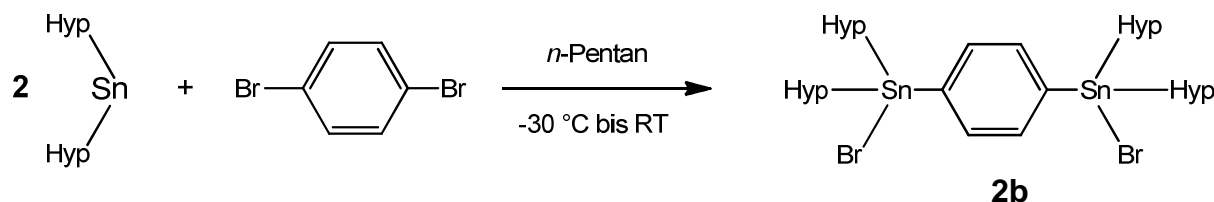




**Abb. B.27:** Kalottenmodell von Verbindung **2a**.

### B.2.2.2 $\text{BrHyp}_2\text{Sn}(1,4\text{-C}_6\text{H}_4)\text{SnHyp}_2\text{Br}$ (**2b**)

Wie das chlorierte Derivat **2a** erhält man Verbindung **2b** durch Umsetzung von zwei Äquivalenten  $\text{SnHyp}_2$  in *n*-Pentan mit einem Äquivalent des 1,4-Dibrombenzols in etwas höherer Ausbeute (**Abb. B.28**).



**Abb. B.28:** Reaktion von 1,4-Dibrombenzol und Dihypersilylstannylen.

Das Produkt fällt mit der Zeit aus der Reaktionslösung aus und kann dadurch leichter isoliert werden. Die schlechte Löslichkeit in sämtlichen Lösungsmitteln ähnelt der von Verbindung **2a**. Auch hier gelingt die Kristallisation durch langsames Abkühlen einer heißen Benzollösung.

### *Einkristallstrukturanalyse von 2b*

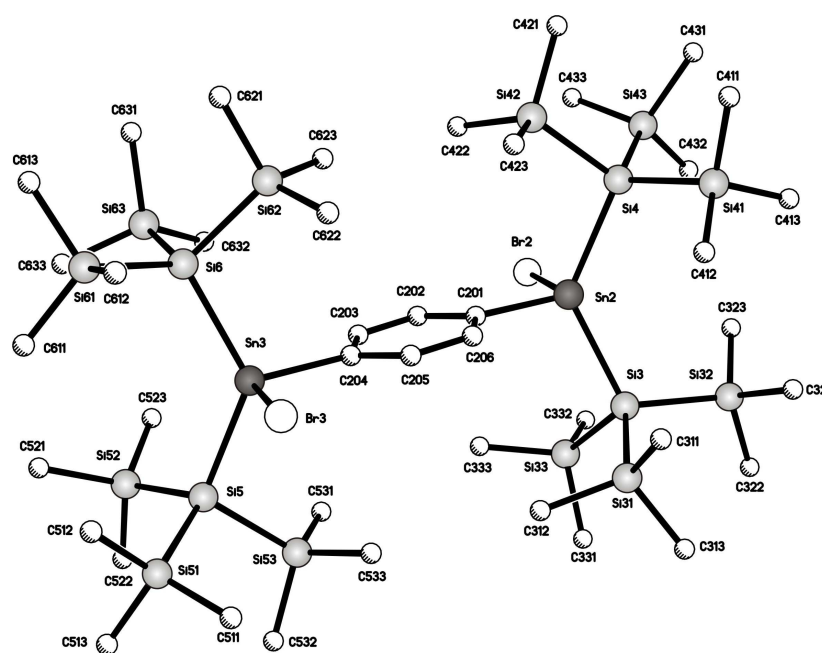
Man erhält Verbindung **2b** in Form farbloser Parallelepipede. Die Kristallstruktur weist keine Lagefehlordnung auf (**Abb. B.29**). Die Elementarzelle enthält drei unabhängige Moleküle mit je einem kokristallisierten Lösungsmittelmolekül.

B. Gang der Untersuchung

|                         |   |                        |                 |
|-------------------------|---|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>48</sub> H <sub>118</sub> Br <sub>2</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> | <b>Z</b>               | 3               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 1542,02 g/mol   | <b>Daten/Parameter</b> | 28924 / 973     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>             | 0,653           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin   | <b>R1</b>              | 0,0353 / 0,1286 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P $\bar{1}$   | <b>wR2</b>             | 0,0426 / 0,0555 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                        |                 |
| <b>a</b>                | 18,6104(7)  | <b>α</b>               | 87,7340(10)     |
| <b>b</b>                | 19,1313(7)  | <b>β</b>               | 62,6214(9)      |
| <b>c</b>                | 19,2892(7)  | <b>γ</b>               | 80,9441(10)     |

**Tab. B.10:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2b**.

Verglichen mit dem chlorierten Derivat **2a** gibt es hier keine Besonderheiten. Die Abstände entsprechen den Erwartungen, die Sn-Br- Abstände sind mit dem von Verbindung **1b** vergleichbar. Auch bei den Bindungswinkeln ergeben sich kaum Unterschiede zu **2a**. Auch hier fällt der sehr große Unterschied zwischen den Si-Sn-C- Winkeln auf, der den von **2a** nochmal um ca. 2 ° übertrifft.

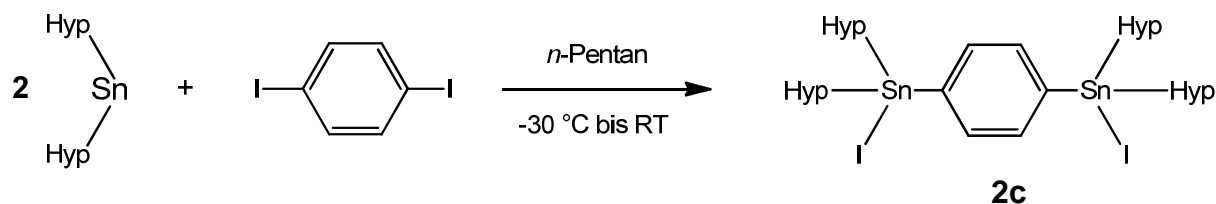


|           |                         |              |                         |
|-----------|-------------------------|--------------|-------------------------|
| Sn?-C?0?  | 2,172(5) – 2,182(5)     | Si?-Sn?-Si?  | 128,82(4) – 130,43(4)   |
| Sn?-Br?   | 2,5526(6) – 2,5558(6)   | C?0?-Sn?-Br? | 98,09(11) – 99,92(11)   |
| Sn?-Si?   | 2,6066(14) – 2,6152(13) | Si?-Sn?-Br?  | 97,99(3) – 103,81(3)    |
| Si?-Si??  | 2,3520(19) – 2,371(2)   | Si?-Sn?-C?0? | 105,31(11) – 114,90(12) |
| Si??-C??? | 1,854(5) – 1,889(5)     | Si??-Si?-Sn? | 104,76(6) – 114,36(6)   |
|           |                         | Si-Si-Si     | 105,31(7) – 110,34(8)   |

**Abb. B.29:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung **2b**.

### B.2.2.3 $\text{Hyp}_2\text{ISn}(1,4\text{-C}_6\text{H}_4)\text{SnHyp}_2\text{I}$ (**2c**)

Durch Zugabe von 1,4-Diiodbenzol zu einer Lösung aus zwei gelösten Äquivalenten von Dihypersilylstannylen in *n*-Pentan bei  $-30\text{ °C}$  erhält man nach drei Tagen das gewünschte Produkt **2c** als farblosen Feststoff. Die Ausbeute betrug 33 % und liegt somit höher als bei **2a** und **2b** (**Abb. B.30**).



**Abb. B.30:** Reaktion von 1,4-Diiodbenzol mit Dihypersilylstannylen.

Auch hier fällt das Produkt schon während der Reaktion aus, und es kann auf die Weise gut abgetrennt werden. Verbindung **2c** besitzt wie **2a** und **2b** ähnlich schlechte Lösungseigenschaften.

### Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2c**

|                           |  |                 |                 |
|---------------------------|--|-----------------|-----------------|
| Summenformel              | $\text{C}_{42}\text{H}_{112}\text{I}_2\text{Si}_{16}\text{Sn}_2$ | Z               | 2               |
| Molmasse [g/mol]          | 1557,91  | Daten/Parameter | 14690 / 530     |
| Temperatur [K]            | 173(2)   | GOF             | 1,276           |
| Kristallsystem            | triklin  | R1              | 0,1111 / 0,1792 |
| Raumgruppe                | P1   | wR2             | 0,2987 / 0,3175 |
| Verh. d. Zwillingsdomänen | 19,3(6) / 80,7(6)  |                 |                 |
| Metrik [Å, °]             |  |                 |                 |
| a                         | 9,5812(3)  | $\alpha$        | 74,357(2)       |
| b                         | 13,5200(5)   | $\beta$         | 87,253(2)       |
| c                         | 16,5058(3)   | $\gamma$        | 69,999(2)       |

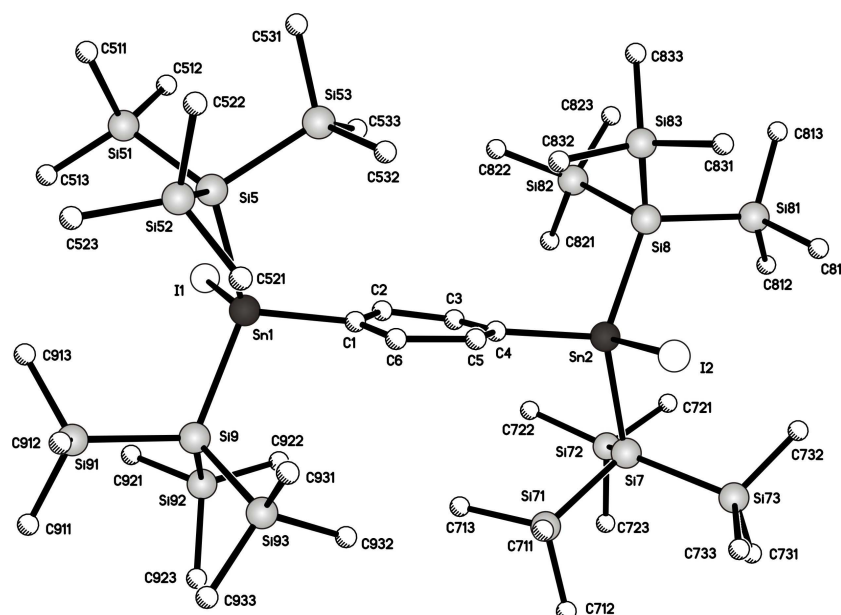
**Tab. B.11:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2c**.

Man erhält quaderförmige Einkristalle von Verbindung **2c** aus einer heißen Toluollösung ( $80\text{ °C}$ ) nach Abkühlen (**Abb. B.31**). Dabei weist die Analyse der Beugungsdaten auf einen Zwilling hin. Demnach kristallisiert die Verbindung als

Inversionszwilling in der azentrischen Raumgruppe P1 des triklinen Kristallsystems. Aufgrund starker Korrelationen sind die verfeinerten Parameter mit relativ großen Fehlern behaftet, was eine eingehende Diskussion stark einschränkt.

Betrachtet man sich die Bindungslängen zwischen den Zinnatomen und den benachbarten Atomen, so findet man keine Unregelmäßigkeiten. Die Sn-I-Bindungslängen mit durchschnittlich 2,76 Å liegen in einem ähnlichen Bereich wie beispielsweise in dem von *Weimar* synthetisierten Analogon mit dem sperrigeren Silylrest  $(1,4\text{-C}_6\text{H}_4)(\text{SnISi}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu})_2$  [19]. Lediglich die durchschnittlichen Sn-Si-Abstände von 2,62 Å sind aufgrund der geringeren sterischen Beanspruchung kürzer. Die beiden Sn-C-Abstände hingegen variieren zwischen 2,12 und 2,22 Å und deuten auf eine starke Verzerrung im Bereich des Aromaten hin.

Im Vergleich zu **2a** und **2b** ergeben sich aufgrund des größeren Ionenradius des Iods etwas höhere Werte für die Si-Sn-Si-Winkel. Mit einem Unterschied von über 4 ° fallen die C-Sn-X-Winkel deutlich größer aus. Die Si-Sn-C-Winkeln sind auf ähnlichem Niveau wie die bromierte Verbindung **2b**; ihre Streuung von 7 ° erreicht das Niveau wie Verbindung **2a** und unterstreicht noch einmal die Verzerrung innerhalb des Kristallgitters, welche bei jedem Vertreter des Verbindungstyps **2** auftritt.

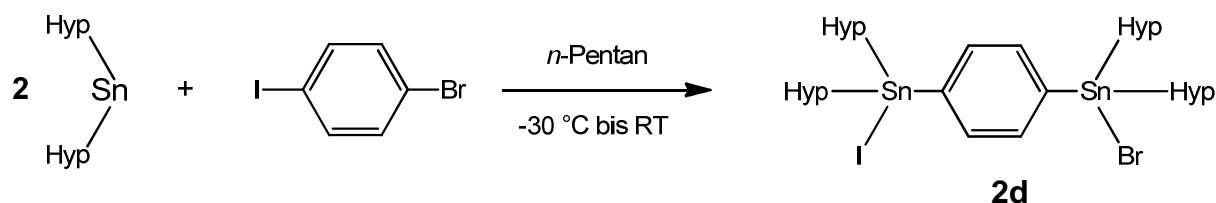


|           |                       |              |                        |
|-----------|-----------------------|--------------|------------------------|
| Sn?-I?    | 2,753(3); 2,764(3)    | Si?-Sn?-Si?  | 131,0(3)               |
| Sn?-Si?   | 2,615(9) – 2,649(7)   | C?-Sn?-I?    | 102,6(7) – 105,6(7)    |
| Sn?-C?    | 2,12(3); 2,22(3)      | Si?-Sn?-I?   | 98,98(19) – 102,68(18) |
| Si?-Si??  | 2,335(11) – 2,391(13) | Si?-Sn?-C?   | 105,2(7) – 112,2(7)    |
| Si??-C??? | 1,57(7) – 1,96(3)     | Si??-Si?-Sn? | 105,2(3) – 114,0(4)    |
|           |                       | Si-Si-Si     | 105,6(4) – 113,2(4)    |

**Abb. B.31:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung **2c**.

### B.2.2.4 $\text{BrHyp}_2\text{Sn}(1,4\text{-C}_6\text{H}_4)\text{SnHyp}_2\text{I}$ (**2d**)

Diese Umsetzung erfolgt analog der Synthese von Verbindung **2c** (Abb. B.32). Man versetzt 1-Brom-4-Iodbenzol mit zwei Äquivalenten  $\text{SnHyp}_2$  in *n*-Pentan bei  $-30\text{ °C}$ , wobei das Produkt nach Auftauen auf RT als farbloser Feststoff ausfällt, welcher abgetrennt werden kann. Wie seine halogenierten Homologen ist Verbindung **2d** in sämtlichen Lösungsmitteln sehr schlecht löslich.



**Abb. B.32:** Reaktion von 4-Bromiodbenzol mit Dihypersilylstannylene.

Die eindeutige Identifizierung gelingt mit Hilfe der NMR-Spektroskopie. Verbindung **2d** zeigt jeweils zwei Signalsätze für Protonen im Aromaten, auch die Silylgruppen im  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum ergeben unterschiedliche Resonanzen.

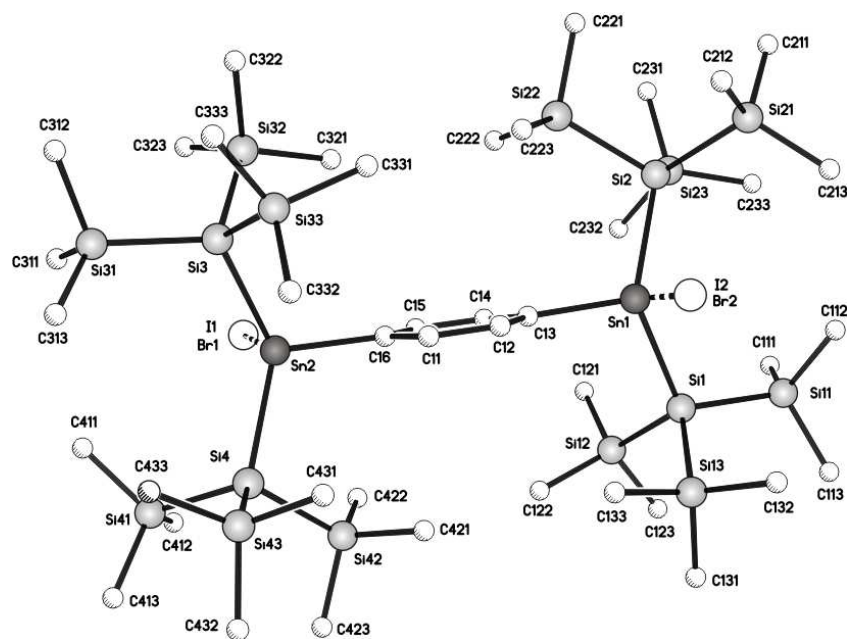
### Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2d**

|                         |  |                        |                 |
|-------------------------|--|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | $\text{C}_{42}\text{H}_{112}\text{BrI}\text{Si}_{16}\text{Sn}_2$ | <b>Z</b>               | 1               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 1510,95 g/mol  | <b>Daten/Parameter</b> | 17873 / 597     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)   | <b>GOF</b>             | 1,054           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin  | <b>R1</b>              | 0,0295 / 0,0315 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P1   | <b>wR2</b>             | 0,0806 / 0,0815 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |  |                        |                 |
| <b>a</b>                | 9,5538(5)  | <b>α</b>               | 73,8410(10)     |
| <b>b</b>                | 13,4776(6)   | <b>β</b>               | 87,0450(10)     |
| <b>c</b>                | 16,4893(8)   | <b>γ</b>               | 70,1660(10)     |

**Tab. B.12:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2d**.

Verbindung **2d** kristallisiert wie **2c** in der triklinen Raumgruppe P1 nach langsamen Abkühlen einer erhitzten Benzollösung. Die Struktur weist eine statistische

Lagefehlordnung der beiden Halogenatome auf (**Abb. B.33**). Daher sind die Sn-Br/I-Abstände nicht genau bestimmbar.



|            |                         |                |                         |
|------------|-------------------------|----------------|-------------------------|
| Sn?-I?/Br? | 2,7130(4) – 2,7474(4)   | Si?-Sn?-Si?    | 130,57(4) – 131,94(4)   |
| Sn?-Si?    | 2,6140(11) – 2,6212(11) | C??-Sn?-I?/Br? | 100,54(10) – 101,37(10) |
| Sn?-C?     | 2,176(4) – 2,189(4)     | Si?-Sn?-I?/Br? | 99,14(3) – 102,95(2)    |
| Si?-Si??   | 2,3498(15) – 2,3752(15) | Si?-Sn?-C??    | 107,05(10) – 111,56(9)  |
| Si??-C???  | 1,843(5) – 1,901(6)     | Si??-Si?-Sn?   | 105,56(5) – 114,49(6)   |
|            |                         | Si-Si-Si       | 106,61(5) – 111,17(6)   |

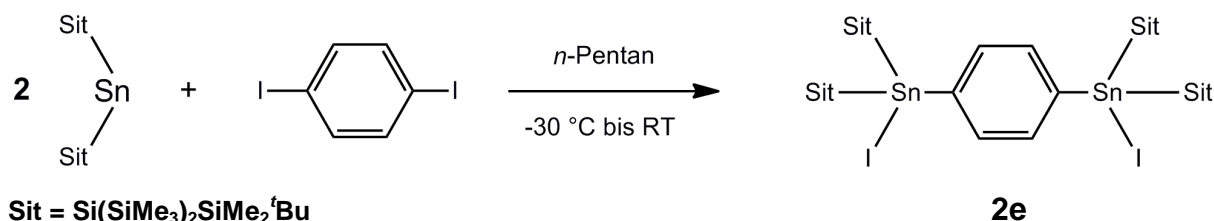
**Abb. B.33:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **2d**.

Insgesamt betrachtet liegen keine ungewöhnlichen Bindungsabstände vor, auch die Bindungswinkel weisen keine Unregelmäßigkeiten auf. Wie bei den anderen Verbindungen des Typs **2** findet man Streuungen in den Si-Sn-C-Winkeln, die hier allerdings nicht so stark ausfallen (ca.  $4,5^\circ$ ).

### B.2.2.5 ISit<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnSit<sub>2</sub>I (**2e**)

Die Synthese von **2e** wurde erstmals von *Weimar* in Benzol bei Raumtemperatur durchgeführt <sup>[19]</sup>. Es gelang ihm, neben umfassenden NMR-spektroskopischen Untersuchungen geeignete Einkristalle zur röntgendiffraktometrischen Analyse zu züchten. Jedoch war die Ausbeute mit 13 % sehr niedrig, weswegen nach Optimierungsmöglichkeiten gesucht wurde, wie beispielsweise der Einsatz von *n*-

Pentan. Die Synthese wurde in *n*-Pentan bei einer Anfangstemperatur von  $-30^{\circ}\text{C}$  und anschließendem Auftauen auf RT durchgeführt (**Abb. B.34**). Tatsächlich erhält man das gewünschte Produkt in einer deutlich höheren Ausbeute von 73 %.



**Abb. B.34:** Reaktion von 1,4-Diodobenzol mit  $\text{Sn}[(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$ .

Verbindung **2e** ist in *n*-Pentan schlecht löslich und fällt nach und nach aus der Reaktionslösung aus. Allerdings lässt sie sich im Gegensatz zu seinen hypersilylierten Homologen in aromatischen Lösungsmitteln, wie z. B. Benzol oder Toluol, relativ leicht in Lösung bringen.

In den NMR-Spektren beobachtet man aufgrund von Diastereotopie für die SiMe<sub>3</sub>-Gruppe zwei Signale, deren chemische Verschiebungen nah beieinander liegen. Verbindung **2e** konnte zusätzlich einer <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-spektroskopische Analyse unterzogen werden (siehe **B.2.2.6**).

## B.2.2.6 Strukturaufklärende Untersuchungen von Verbindungen **2a** bis **2d**

### *NMR-Spektroskopie*

Von Verbindungen **2a** bis **2d** konnten trotz der schlechten Löslichkeit in sämtlichen Lösungsmitteln gut auswertbare NMR-Spektren gemessen werden, allerdings erforderten Kerne, wie z.B. <sup>13</sup>C oder <sup>29</sup>Si, längere Messzeiten. Die <sup>119</sup>Sn-NMR-Messungen in Lösungen ergaben allerdings keine detektierbaren Resonanzen. Verbindung **2e** wurde von *Weimar* charakterisiert <sup>[19]</sup> und wird hier als Vergleich herangezogen.

Wie aus **Tab. B.13** und **Tab. B.14** zu entnehmen ist, beobachtet man einen ähnlichen Trend wie bei den Monoaddukten (Vergl. **B.2.1.7**).



| Verb.     | <sup>1</sup> H-NMR: Verschiebung im Aromaten       | <sup>13</sup> C-NMR: Verschiebung im Aromaten |       |
|-----------|--|---|-------|
|           | <i>ortho</i> -H ( <sup>3</sup> J <sub>H-Sn</sub> ) | <i>ortho</i> -C                               | Sn-C  |
| <b>2a</b> | 7,93   | 136,5   | 148,3 |
| <b>2b</b> | 7,98 (40,4)  | 136,8   | 145,7 |
| <b>2c</b> | 8,03 (40,7)  | 137,7   | -     |
| <b>2d</b> | 7,98; 8,03   | 136,8; 137,7                                  | -     |
| <b>2e</b> | 8,14 (39,5)  | 138,4   | 142,9 |

**Tab. B.13:** NMR-Parameter der Aromaten [ppm (Hz)] von Verbindungen **2a** bis **2e**.

| Verb.     | Verschiebung der SiMe <sub>3</sub> -Gruppen |                     |                      | Zentrales Si         |
|-----------|---|---------------------|----------------------|----------------------|
|           | δ( <sup>1</sup> H)                          | δ( <sup>13</sup> C) | δ( <sup>29</sup> Si) | δ( <sup>29</sup> Si) |
| <b>2a</b> | 0,38  | 4,0                 | -6,6                 | -97,1                |
| <b>2b</b> | 0,39  | 4,1                 | -6,1                 | -97,6                |
| <b>2c</b> | 0,39  | 4,1                 | -5,9                 | -98,7                |
| <b>2d</b> | 0,39; 0,40                                  | 4,1; 4,1            | -5,6; -6,1           | -97,5; -98,3         |
| <b>2e</b> | 0,44; 0,46; 0,48                            | 5,3; 5,4            | 8,5; -5,5; -5,5      | -89,0                |

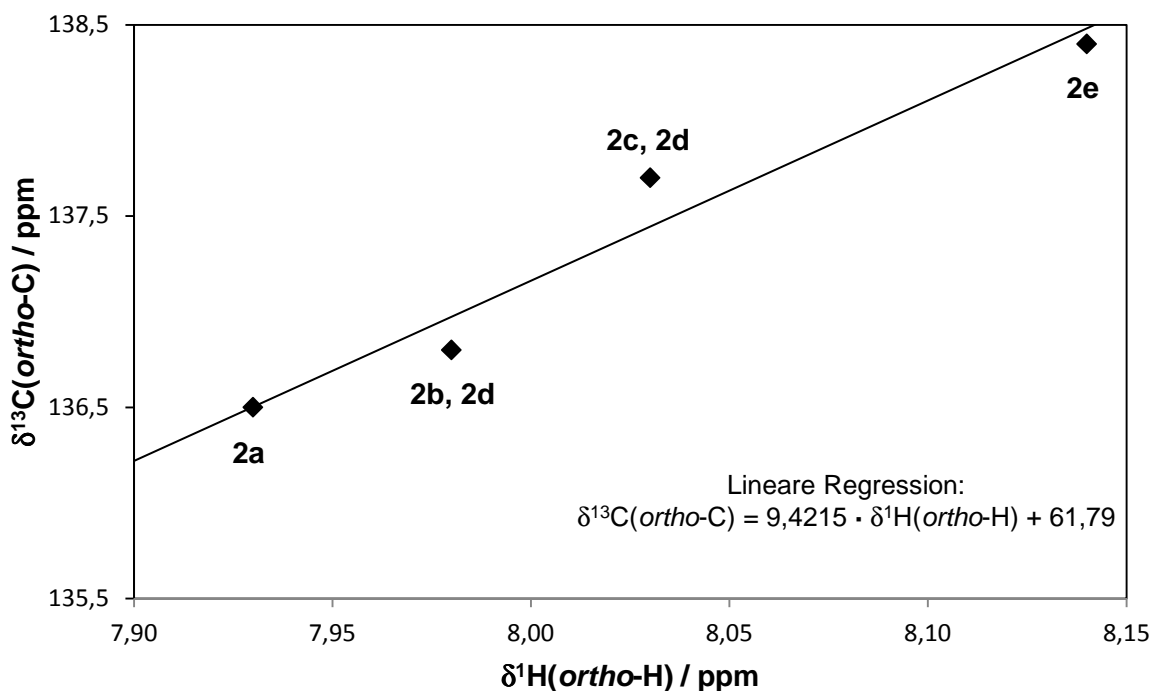
**Tab. B.14:** Ausgewählte NMR-Parameter [ppm] von Verbindungen **2a** bis **2e**.

Verglichen mit den hypersilylierten Monoaddukten **1a** bis **1c** sind im <sup>1</sup>H-NMR die Tieffeld-Verschiebungen der *ortho*-Protonen etwas größer. Gründe hierfür lassen sich zum einen durch das starre Phenylgerüst und zum anderen durch die größere Anzahl an Silylresten, welche das ganze System besser abschirmen, finden. Symmetriebedingt (mit Ausnahme von **2d**) ergeben die *ortho*-Protonen Singulett-Signale. Bei fast allen Vertretern konnten sowohl die <sup>2</sup>J- als auch die <sup>3</sup>J-Kopplungen zum Zinnkern ermittelt werden.

Kaum Unterschiede finden sich in den Resonanzen der Hypersilyl-Protonen (**Tab. B.14**), lediglich die Verschiebung des zentralen Siliciums wird mit größerem Silylrest zu höherem Feld verschoben.

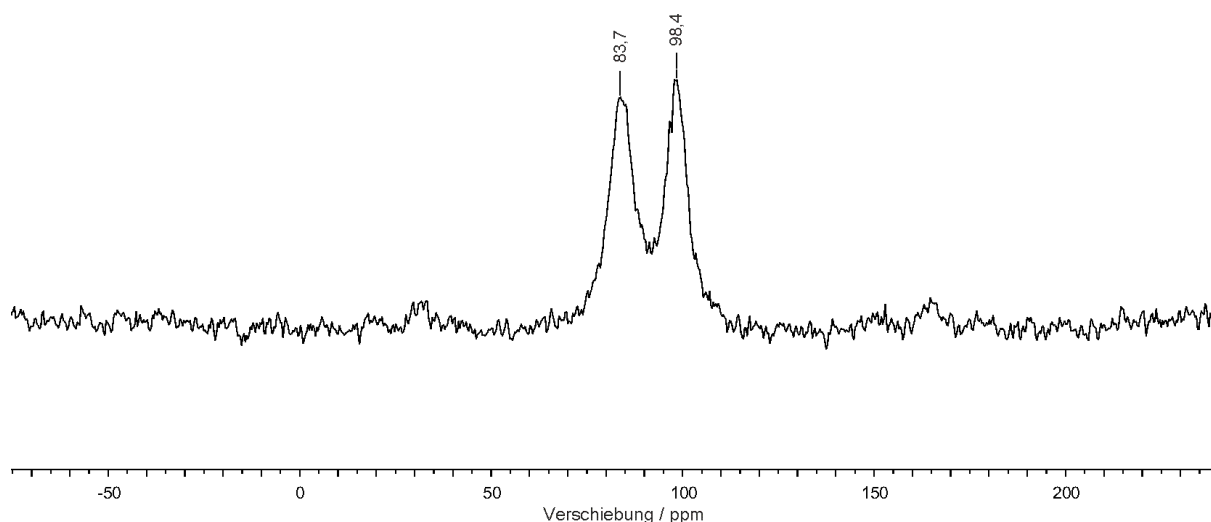
Im <sup>1</sup>H-NMR sowie im <sup>13</sup>C-NMR lässt sich eine Zunahme der Verschiebung der *ortho*-Protonen bzw. der *ortho*-C-Atome des Aromaten zu tieferem Feld mit größer werdendem Halogenrest feststellen. Wie bei den Monoaddukten **1a** bis **1g** korrelieren diese in einem linearen Zusammenhang (**Abb. B.35**).

## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.35:** Korrelation der  $\delta^{13}\text{C}(\text{ortho-C})$ - mit den den  $\delta^1\text{H}(\text{ortho-H})$  von Verbindungen **2a** bis **2e**.

Aufgrund der eingeschränkten Löslichkeiten der Verbindungen wurden erstmals CP/MAS-NMR-Messungen (Cross-Polarization / Magic Angle Spinning NMR) der  $^{13}\text{C}$ - und  $^{119}\text{Sn}$ -Kerne am Festkörper durchgeführt (**Tab.B.15**). Durch die anisotrope Umgebung werden insgesamt mehr Resonanzen als in Lösung erwartet. Die  $^{119}\text{Sn}$ -CP/MAS-NMR der Bisstannane weisen zwei Signale auf, hervorgerufen durch die anisotrope Umgebung im Festkörper (**Abb B.36**).



**Abb. B.36:**  $^{119}\text{Sn}$ -CP/MAS-NMR von Verbindung **2c**.

Diese Beobachtung ist darüber hinaus ein eindeutiger Beleg für die azentrische Raumgruppe P1 zu werten, da nur in Abwesenheit eines Inversionszentrums zwei nicht äquivalente Umgebungen erwartet werden. Bei Verbindung **2d** erwartet man demnach vier Resonanzen, jedoch lassen sich nur zwei beobachten. Vermutlich sind die Signale überlagert.

Im  $^{13}\text{C}$ -CP/MAS-NMR beobachtet man für die Kohlenstoffatome in den Silylgruppen ein breites Signal, während man für die C-Atome im Aromaten mindestens drei Resonanzen beobachtet, ein Signal für beide quartären C-Atome und jeweils ein Signal für das C-Atom in *ortho*- und *para*-Stellung, ausgehend von einem Zinnatom.

| Verb.     | $\delta^{13}\text{C}$ -CP/MAS-NMR   |                 |              | $\delta^{119}\text{Sn}$ -CP/MAS-NMR |
|-----------|-------------------------------------|-----------------|--------------|-------------------------------------|
|           | SiR <sub>2</sub> R'                 | C <sub>Ph</sub> | C-Sn         | Sn                                  |
| <b>2a</b> | 5,3 (R = R')                        | 136,3; 136,9;   | 148,5        | +6,8; 0,2                           |
| <b>2b</b> | 5,4 (R = R')                        | 137,0; 139,6    | 145,7        | -32,2; -41,4                        |
| <b>2c</b> | 4,8 (R = R')                        | 136,4; 138,2    | 140,7        | -83,7; -98,0                        |
| <b>2d</b> | 5,4 (R = R')                        | 137,0; 138,9    | 141,3; 145,7 | -83,2; -97,9                        |
| <b>2e</b> | 2,6; 6,5; 20,9;<br>21,8; 29,3; 30,1 | 138,6           | 142,6        | -54,4; -63,6                        |

Tab. B.15: Ausgewählte NMR-Parameter von Verbindungen **2a** bis **2e**.

### $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Spektroskopie

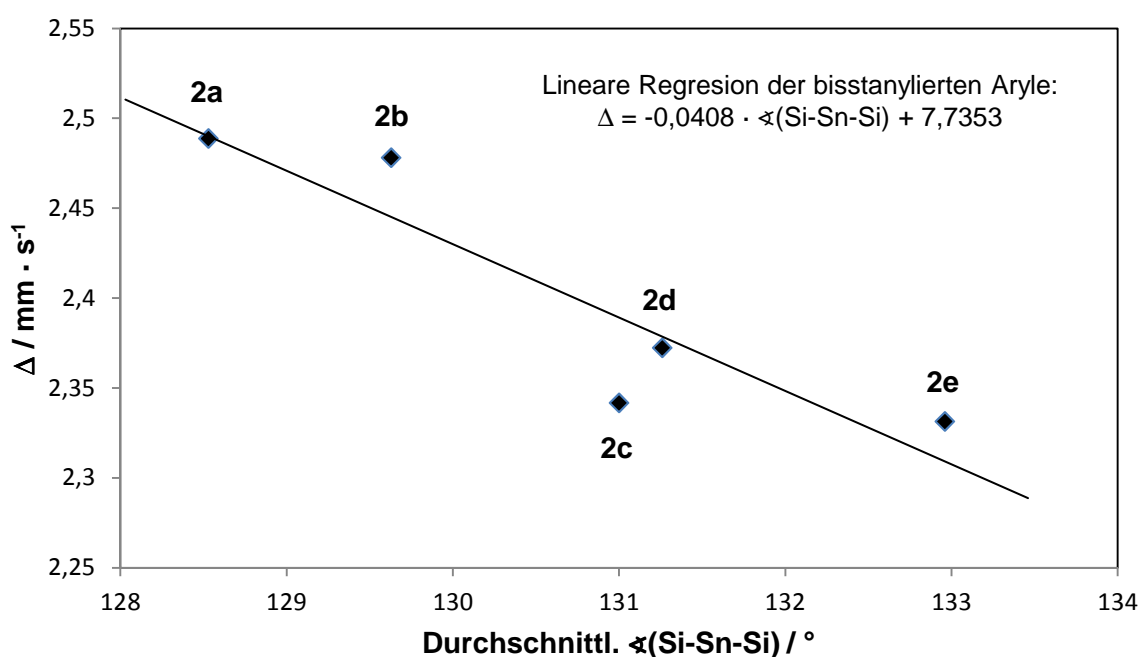
An Verbindungen **2a** bis **2e** konnten  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-spektroskopische Messungen durchgeführt werden (Tab. B.16).

|           | $\delta (\text{SnO}_2)$<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | $\Delta$<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | Bindungswinkel<br>$\angle(\text{Si-Sn-Si}) / ^\circ$ |
|-----------|---|------------------------------------|--|
| <b>2a</b> | 1,6944(19)  | 2,4887(39)                         | 128,53(3)  |
| <b>2b</b> | 1,7171(51)  | 2,478(10)                          | 128,82(4); 130,43(4)                                 |
| <b>2c</b> | 1,7373(50)  | 2,3417(96)                         | 131,0(3)   |
| <b>2d</b> | 1,72281(55)                                       | 2,3723(11)                         | 130,57(4); 131,94(4)                                 |
| <b>2e</b> | 1,7876(17)  | 2,3314(35)                         | 132,00(4); 133,92(4)                                 |

Tab. B.16: Mößbauer-Parameter von Verbindungen **2a** bis **2e**.

Wie bei Verbindungen **1a** bis **1g** gilt hier im Allgemeinen: Je geringer die Elektronegativität des gebundenen Halogenatoms, desto geringer der ionische Charakter und desto größer die Isomerieverschiebung. Auch der Austausch des Hypersilylrestes gegen einen sperrigeren Vertreter (größerer +I-Effekt) bewirkt erwartungsgemäß eine Zunahme der Isomerieverschiebung.

Bei den Werten für die Quadrupolaufspaltung ergibt sich eine ähnliche Abfolge wie bei den Monostannanen: Je größer Halogenatom und Silylrest, desto niedriger der Wert. Auch hier lässt sich ein annähernd linearer Zusammenhang zwischen Si-Sn-Si-Bindungswinkel und der Quadrupolaufspaltung feststellen (**Abb.B.37**).



**Abb. B.37:** Korrelation der Quadrupolaufspaltungen und den Si-Sn-Si-Bindungswinkeln von Verbindung **2a** bis **2e**.

## B.2.3 Syntheseveruche ausgewählter Plumbane

### B.2.3.1 IPbHyp<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu (**3a**) <sup>[18]</sup>

Verbindung **3a** wurde bereits von *Becker* synthetisiert und spektroskopisch charakterisiert. Aufgrund der fehlenden Einkristallstrukturanalyse wurde die Synthese nach der Vorschrift wiederholt. Nach vollständiger Umsetzung von Iodbenzol mit PbHyp<sub>2</sub> in *n*-Pentan wurde die Reaktionslösung von entstehenden Bleipartikeln abgetrennt, eingeeengt und bei –75 °C gelagert. Nach 5 Tagen bildeten sich gelbgrüne Kristalle, die für die röntendiffraktometrische Untersuchung geeignet sind.

#### *Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 3a*

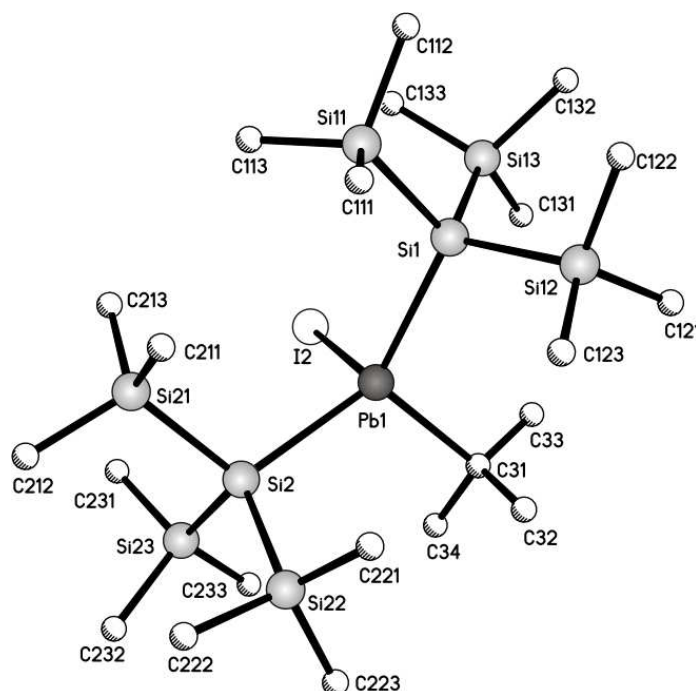
Verbindung **3a** kristallisiert bei –75 °C aus einer *n*-Pentan-Lösung in Form von gelbgrünen Quadern aus (**Abb. B.38**)

|                         |   |                        |                 |
|-------------------------|---|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>22</sub> H <sub>63</sub> ISi <sub>8</sub> Pb | <b>Z</b>               | 4               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 886,53 g/mol  | <b>Daten/Parameter</b> | 9851 / 289      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>             | 0,823           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin  | <b>R1</b>              | 0,0390 / 0,0662 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P2 <sub>1</sub> /n                                  | <b>wR2</b>             | 0,0810 / 0,0735 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                        |                 |
| <b>a</b>                | 9,4622(7)   | <b>α</b>               | 90              |
| <b>b</b>                | 18,2965(17)   | <b>β</b>               | 97,567(3)       |
| <b>c</b>                | 23,907(2)   | <b>γ</b>               | 90              |

**Tab.B.17:** *Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 3a.*

Verglichen mit anderen iodierten Alkylplumbanen <sup>[18]</sup> weist die Pb-I-Länge mit 2,869 Å keine Besonderheiten auf. Die Abstände der Hypersilylgruppen zum Blei erreichen mit durchschnittlich 2,707 Å das Niveau der Pb-Si-Distanzen adamantylsubstituierter Halogenplumbane. Erklärbar ist dieses Phänomen mit der sterischen Beanspruchung des *tert.*-Butylrestes. Damit verbunden ist eine Annäherung der Hypersilylreste, welche sich in dem relativ kleinen Si-Pb-Si-Winkel von 134,5 ° niederschlägt.

Dadurch fallen die Si-Pb-C-Winkel mit durchschnittlich 109,2 ° sehr groß aus, während die anderen Winkel (Si-Pb-I und C-Pb-I) keine Besonderheiten zeigen.



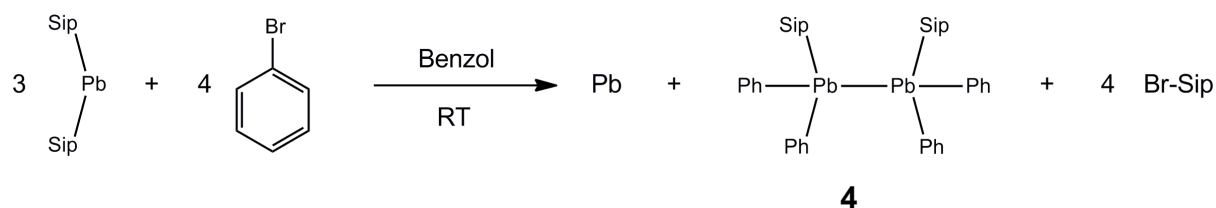
|           |                        |               |                        |
|-----------|------------------------|---------------|------------------------|
| Pb1-I2    | 2,8694(4)              | Si?-Pb1-Si?   | 134,49(4)              |
| Pb1-C31   | 2,349(5)               | Si?-Pb1-C31   | 108,20(15); 110,10(15) |
| Pb1-Si?   | 2,6994(15); 2,7136(14) | Si?-Pb1-I2    | 96,81(3); 100,64(3)    |
| Si?-Si??  | 2,353(2) – 2,369(2)    | C31-Pb1-I2    | 98,93(3)               |
| Si??-C??? | 1,844(6) – 1,898(7)    | Si??-Si?-Pb1  | 108,04(7) – 114,99(7)  |
|           |                        | Si??-Si?-Si?? | 104,81(8) – 109,81(8)  |

**Abb. B.38:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ , °] von Verbindung **3a**.

### B.2.3.2 Reaktion von $\text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$ mit Brombenzol in Benzol

Diese Reaktion in Benzol wurde zu Testzwecken durchgeführt, um den Einfluss des Lösungsmittels und der Temperatur bei der Synthese von Plumbanen zu untersuchen. Man lässt Brombenzol mit  $\text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$  unter Lichtausschluss bei Raumtemperatur in Benzol eine Stunde rühren. Es bildet sich ein leichter Bleispiegel. Die Reaktionslösung wird eingedampft, in *n*-Pentan aufgenommen und von festen Partikeln abgetrennt. Man erhält statt des gewünschten Plumbans ein Diplumban der Form  $[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2\text{Ph}_4\text{Pb}_2$  (**4**) in guten Ausbeuten sowie das Silylbromid  $\text{Br-Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3$  (Br-Sip) (**Abb. B.49**).

## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.39:** Reaktionsgleichung zur Bildung von Verbindung **4**.

Über den Bildungsweg der Produkte ist zwar nichts bekannt, dennoch liegt die Vermutung nahe, dass ihre Bildung über eine ähnliche Radikalkettenreaktion wie sie *Banaszak Holl* beschrieben hat <sup>[62]</sup>, abgelaufen sein könnte.

## Kristallstrukturanalyse von Verbindung **4**

|                         |  |                        |                 |
|-------------------------|--|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>59</sub> H <sub>110</sub> Si <sub>2</sub> Pb <sub>2</sub> | <b>Z</b>               | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 1458,61 g/mol  | <b>Daten/Parameter</b> | 6825 / 309      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)   | <b>GOF</b>             | 0,823           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin  | <b>R1</b>              | 0,0551 / 0,0647 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P $\bar{1}$  | <b>wR2</b>             | 0,1249 / 0,1268 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |  |                        |                 |
| <b>a</b>                | 11,191(11)   | <b>α</b>               | 102,56(3)       |
| <b>b</b>                | 11,284(11)   | <b>β</b>               | 92,79(3)        |
| <b>c</b>                | 16,222(18)   | <b>γ</b>               | 98,724(18)      |

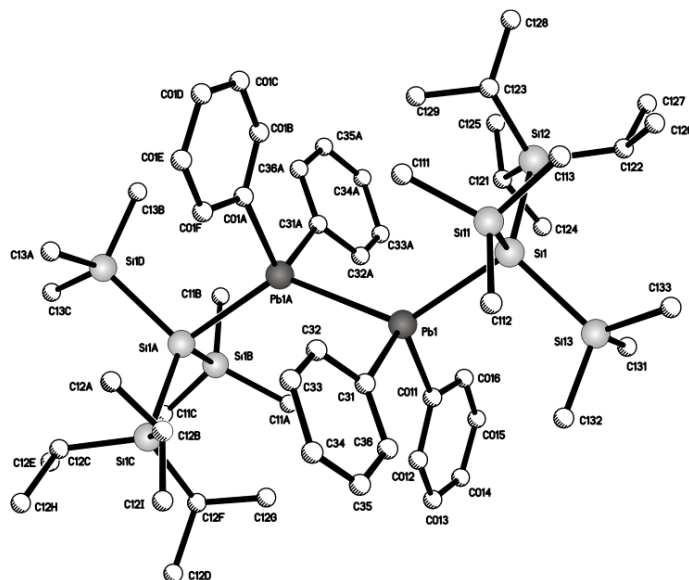
**Tab. B.18:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **4**.

Verbindung **4** kristallisiert aus *n*-Pentan bei –30 °C in Form von orangenen Quadern mit einem Molekül des Lösungsmittels aus (**Abb. B.40**). Die Moleküle weisen eine starke Lagefehlordnung auf, jedoch reicht der Datensatz aus, um die Struktur zu lösen. Es sind jedoch einige Parameter mit großen Standardabweichungen behaftet, so dass eine Interpretation nur eingeschränkt möglich ist.

Der Pb-Pb-Abstand beträgt 2,98 Å und ist länger als die Pb-Pb-Bindungslänge des von *Mallela* und *Geangel* dargestellten Diplumbans (PbHypPh<sub>2</sub>)<sub>2</sub> <sup>[72]</sup>, bedingt durch den sterisch größeren Anspruch der Silylgruppen. Daraus folgt eine etwas größere Distanz des Pb-Atoms zu den Phenylgruppen, allerdings bleiben die Werte im erwarteten Bereich. Der räumliche Anspruch der Silylreste bewirkt eine Verkleinerung des C-Pb-C-Winkels und des Pb-Pb-C-Winkel gegenüber dem

B. Gang der Untersuchung

hypersilylierten Diplumban. Dadurch vergrößert sich der Pb-Pb-Si-Winkel mit  $126,8^\circ$  um ca.  $4^\circ$ .



|           |                      |               |                         |
|-----------|----------------------|---------------|-------------------------|
| Pb1-Pb1A  | 2,976(3)             | C011-Pb1-C31  | 105,5(3)                |
| Pb1-C?    | 2,277(8) – 2,300(8)  | Si1-Pb1-C?    | 108,7(2); 108,8(2)      |
| Pb-Si1    | 2,723(4)             | Pb1A-Pb1-C?   | 98,9(2); 106,1(2)       |
| Si?-Si??  | 2,393(4) – 2,428(3)  | Pb1A-Pb1-Si1  | 126,84(6)               |
| Si??-C??? | 1,886(10) – 1,925(9) | Pb1-Si1-Si??  | 101,38(10) – 118,54(11) |
|           |                      | Si??-Si1-Si?? | 106,16(13) – 113,68(13) |

**Abb. B.40:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **4**. Die Atombezeichnungen Pb1A, Si1A-D, C??A-I weisen auf Atome hin, die mit Hilfe der Symmetrioperation (-x; -y; -z) erzeugt wurden.



## B.3 Reduktion von Halogentetranen und Bishalogendistannanen

### B.3.1 Umsetzung von Decamethylcobaltocen ( $\text{CoCp}^*_2$ ) mit Halogenstannanen

#### B.3.1.1 Reaktion von $\text{BrSnHyp}_2\text{Ph}$ mit $\text{CoCp}^*_2$

Zu einer Lösung aus  $\text{BrSnHyp}_2\text{Ph}$  in Benzol wird Decamethylcobaltocen in Benzol bei Raumtemperatur zugegeben. Nach ca. einer Stunde ist noch ein großer Teil nichtumgesetztes Edukt vorhanden. Das ESR-Spektrum der Reaktionslösung gibt keinen Hinweis auf die Entstehung von Radikalen, allerdings fällt während der Reaktion ein hellgelber Feststoff aus, bei dem es sich um das Decamethylcobaltocenium-Salz  $\text{CoCp}^*_2\text{Br}$  (**5a**) handelt, das infolge einer Ein-Elektronen-Übertragung entstanden sein muss.

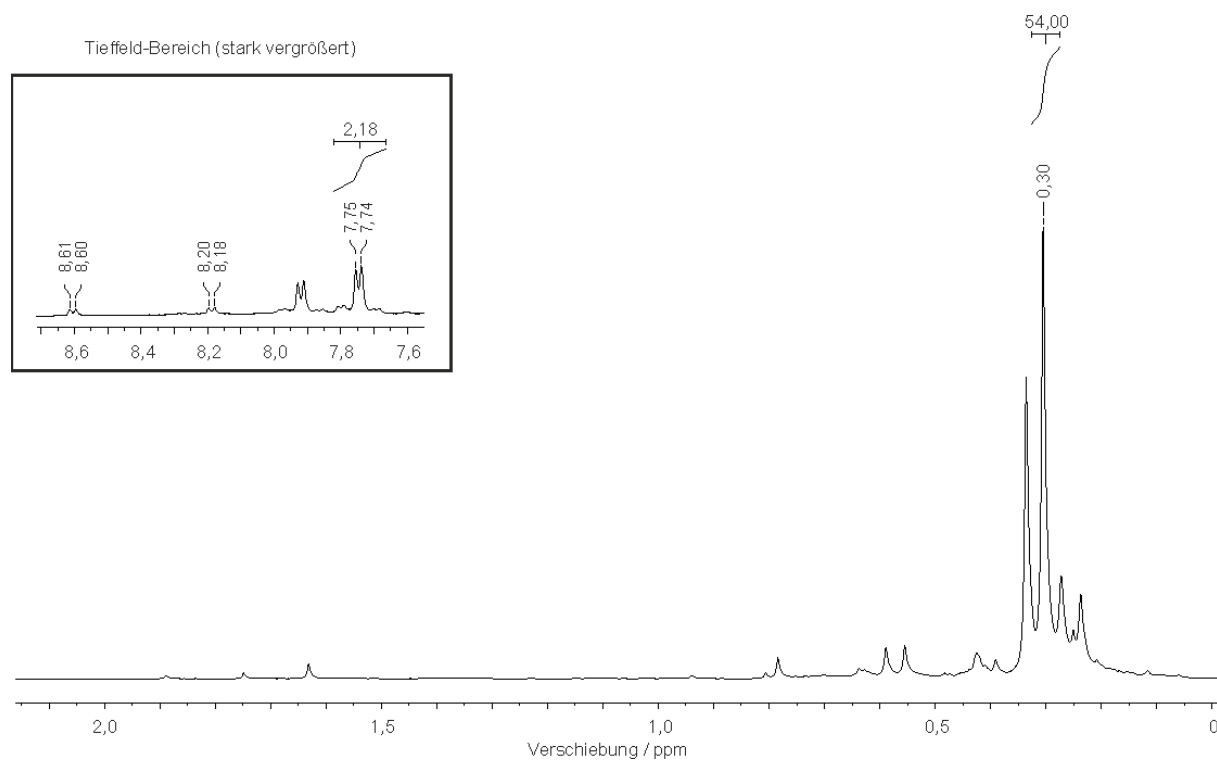
Weiterhin lässt sich via  $^1\text{H-NMR}$ -Spektroskopie die Bildung einer neuen Zinnverbindung feststellen, deren Signalintegration auf eine Phenylgruppe (chemische Verschiebung der *ortho*-Protonen im  $^1\text{H-NMR}$ : 7,75 ppm) und zwei Hypersilylgruppen ( $^1\text{H-NMR}$ : 0,31 ppm) zurückschließen lässt. Da paramagnetische Verbindungen oftmals keine kernmagnetische Resonanz zeigen, liegt die Vermutung nahe, dass es sich möglicherweise um eine zweikernige Zinnverbindung der Zusammensetzung  $\text{Sn}_2\text{Hyp}_4\text{Ph}_2$  handelt, die aus zwei Radikalen rekombiniert worden sein könnte.

Um die Umsetzung zu beschleunigen, wurde die Reaktionslösung mehrmals erwärmt (eine Stunde bei 60 °C, drei Stunden bei 40 °C). Dabei entstanden mit der Zeit geringe Mengen an Hypersilan (Hyp-H) sowie zwei weitere phenylhaltige Zinnverbindungen unbekannter Zusammensetzung. Eine davon zeigt im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ein für *ortho*-Protonen charakteristisches Dublett mit der Verschiebung von 8,19 ppm, die andere eine Resonanz bei 8,60 ppm (**Abb. B.41**).

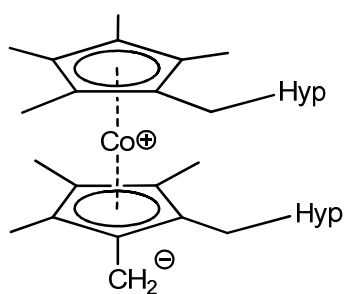
Weiterhin wurden nach Einengen des Reaktionsfiltrates geringe Mengen einer orangefarbenen, kristallinen Substanz erhalten, die zwar röntgendiffraktometrisch analysiert wurde, deren Struktur aber nicht vollständig aufgeklärt werden konnte. Es handelte sich um eine hypersilylsubstituierte Decamethylcobaltocen-Verbindung. Die Farbe der Substanz deutet darauf hin, dass es sich nicht um eine Co(II)-Verbindung

## B. Gang der Untersuchung

handelt, sondern um ein Cobaltocenium-Ion. Möglicherweise könnte es sich – einhergehend mit der beobachteten starken Fehlordnung im Ligandenbereich – um eine zwitterionische Spezies handeln (**Abb. B.42**).



**Abb. B.41:**  $^1\text{H-NMR}$  der abfiltrierten Reaktionslösung.



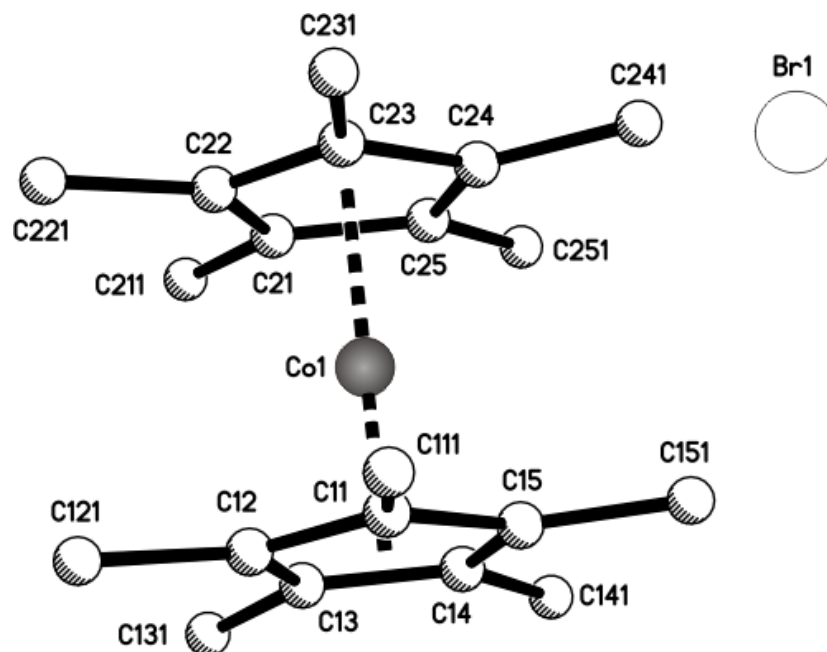
**Abb. B.42:** Zwitterionische  $\text{Co(III)}$ -Verbindung

## Kristallstrukturanalyse von Verbindung 5a

|                         |  |                        |                 |
|-------------------------|--|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>24</sub> H <sub>36</sub> CoBrN <sub>2</sub> | <b>Z</b>               | 4               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 491,40 g/mol                                       | <b>Daten/Parameter</b> | 7052 / 278      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)   | <b>GOF</b>             | 0,744           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin   | <b>R1</b>              | 0,0274 / 0,0538 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P2 <sub>1</sub> /n                                 | <b>wR2</b>             | 0,0494 / 0,0575 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |  |                        |                 |
| <b>a</b>                | 7,2786(3)  | <b>α</b>               | 90              |
| <b>b</b>                | 21,5616(10)  | <b>β</b>               | 99,2310(10)     |
| <b>c</b>                | 15,6753(6)   | <b>γ</b>               | 90              |

**Tab. B.19:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 5a.

Verbindung 5a kristallisiert mit zwei Molekülen Acetonitril in der Raumgruppe P2<sub>1</sub>/n des monoklinen Kristallsystems. Die Züchtung des Einkristalls gelang in einer Acetonitril-Lösung bei -30 °C (**Abb. B.43**).



|          |                           |              |                         |
|----------|---------------------------|--------------|-------------------------|
| Co1-C??  | 2,0485(15) – 2,0533(14)   | C1?-Co1-C2?  | 106,23(6) – 160,42(6)   |
| C??-C??  | 1,428(2) – 1,435(2)       | C??-C??-C??  | 107,77(13) – 108,29(13) |
| C??-C??? | 1,491(2) – 1,502(2)       | C??-C??-C??? | 125,15(14) – 129,22(12) |
| Co1-Br1  | 5,669 (ohne Fehlerangabe) |              |                         |

**Abb. B.43:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung 5a.

Die Abstände zwischen dem Cobalt und den Kohlenstoffen des Aromaten liegen durchschnittlich bei 2,0508 Å und sind aufgrund der dreifachen positiven Ladung des Metalls erwartungsgemäß kürzer als die des Decamethylcobaltocens <sup>[73]</sup>. Sie entsprechen denen an anderen Decamethylcobaltocenium-Salzen bestimmten Längen, wie z.B. dem Oxalat <sup>[74]</sup>. Entsprechendes gilt ebenso auch für die C-C-Abstände innerhalb des Aromaten sowie zu den Methylgruppen. Die lange Co-Br-Distanz mit ca. 5,669 Å spricht für eine rein elektrostatische Wechselwirkung zwischen Cobaltocenium-Ion und dem Bromid-Ion.

Die Bindungswinkel im Allgemeinen weisen keine Besonderheiten auf, die C-C-C-Winkel innerhalb des Aromaten variieren zwischen 107,5 und 108,3 ° und die Winkel zu den Methylgruppen zwischen 125,2 und 129,2 °.

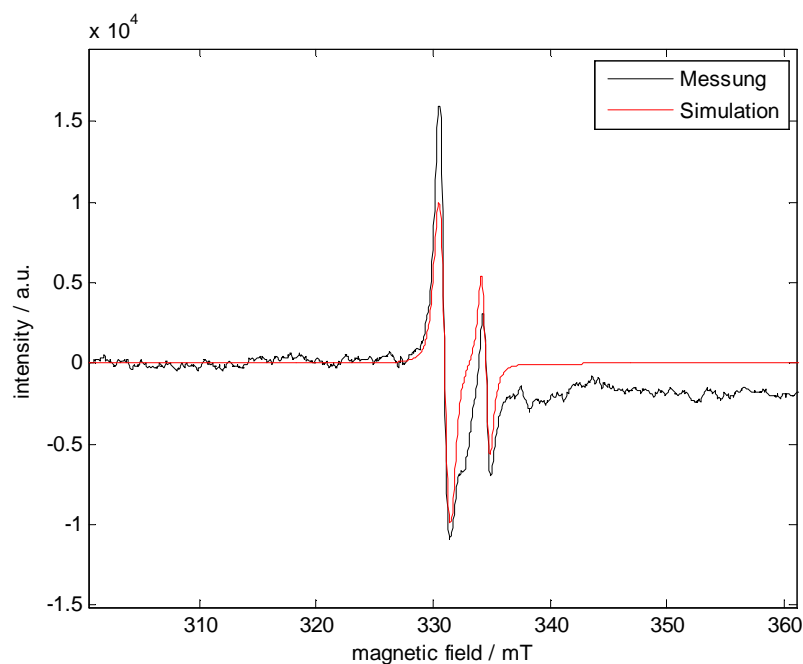
### B.3.1.2 Reaktion von $\text{ISn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2\text{Ph}$ mit $\text{CoCp}^*_2$

Bei der Zugabe von Decamethylcobaltocen zu einer Lösung aus  $\text{PhSnSip}_2\text{I}$  ( $\text{Sip} = [\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]$ ) in Benzol bei Raumtemperatur fällt rasch ein gelber Feststoff aus, bei dem es sich um das erwartete Decamethylcobaltocenium-Salz  $\text{CoCp}_2^*\text{I}$  (**5b**) handelt. Von der Reaktionslösung wurde nach 20 min eine Probe entnommen, die ESR-spektroskopisch bei Raumtemperatur untersucht wurde. Demnach enthält die Probe zwei Radikalspezies mit den jeweiligen isotropen g-Werten  $g_1 = 2,0127$  und  $g_2 = 2,0341$ , wobei die Intensität von  $g_2$  deutlich höher ist (**Abb. B.44**).

Der Wert für  $g_2$  liegt in dem Bereich, in dem homoleptische Stannyradikale, wie z.B.  $\text{SnHyp}_3$  <sup>[13]</sup> oder  $\text{Sn}(\text{SiMe}_2^t\text{Bu})_3$  <sup>[75]</sup> eine Resonanz zeigen und könnte tatsächlich dem  $\cdot\text{SnSip}_2\text{Ph}$  zuzuordnet werden. Das zweite Radikal weist gegenüber dem Stannyradikal eine Verschiebung zum hohen Feld hin und verliert nach 2 h deutlich an Intensität. Dessen Identität bleibt ungeklärt.

Es gelang jedoch nicht, das gewünschte Stannyradikal zu isolieren, allerdings deuten die Bildung des Cobaltocenium-Salzes und die ESR-Signale darauf hin, dass die gewünschte Reaktion eingetreten ist.

## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.44:** ESR-Spektrum der Reaktionslösung. Das Signal mit der größeren Intensität besitzt den isotropen  $g_2 = 2,0341$ , das andere den  $g_1 = 2,0127$ .

## Kristallstrukturanalyse von Verbindung **5b**

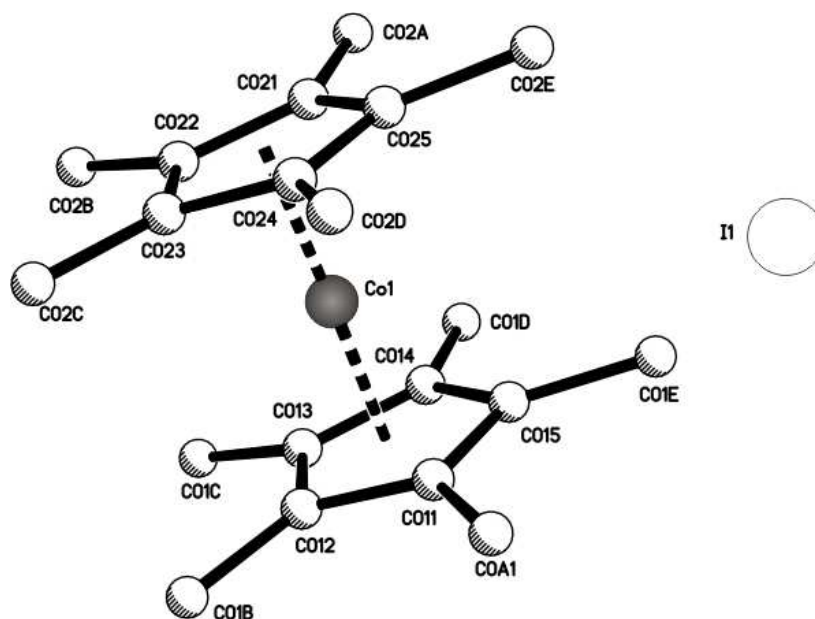
|                         |                      |                            |                 |
|-------------------------|----------------------|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | $C_{24}H_{36}CoIN_2$ | <b>Z</b>                   | 6               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 538,40 g/mol         | <b>Daten/Parameter</b>     | 6034 / 254      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)               | <b>GOF</b>                 | 1,011           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin             | <b>R1</b>                  | 0,0376/ 0,0935  |
| <b>Raumgruppe</b>       | $P2_1/n$             | <b>wR2</b>                 | 0,0438 / 0,0972 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |                      |                            |                 |
| <b>a</b>                | 7,3646(3)            | <b><math>\alpha</math></b> | 90              |
| <b>b</b>                | 22,1352(9)           | <b><math>\beta</math></b>  | 97,2260(10)     |
| <b>c</b>                | 15,6017(6)           | <b><math>\gamma</math></b> | 90              |

**Tab. B.20:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5b**.

Die Kristallisation von Verbindung **5b** erfolgt auf gleiche Art und Weise wie die von Verbindung **5a** (**Abb. B.45**). Es kokristallisieren zwei Moleküle Acetonitril.

Im Vergleich zu **5a** entsteht aufgrund der elektrostatischen Wechselwirkung mit dem größeren Iodidion ein längerer Co-I-Abstand (ca. 5,798 Å) und die Co-C-Länge

vergrößert sich geringfügig. Die Bindungswinkel zeigen keine Auffälligkeiten und entsprechen denen von **5a**.



|          |                           |               |                         |
|----------|---------------------------|---------------|-------------------------|
| Co1-C??? | 2,056(3) – 2,062(3)       | C01? Co1-C02? | 106,99(11) – 160,99(11) |
| C??-C??? | 1,433(4) – 1,439(4)       | C??-C??-C??   | 107,5(2) – 108,3(2)     |
| C??-C??# | 1,493(2) – 1,504(2)       | C??-C??-C??#  | 125,2(3) – 129,4(2)     |
| Co1-I1   | 5,798 (ohne Fehlerangabe) |               |                         |

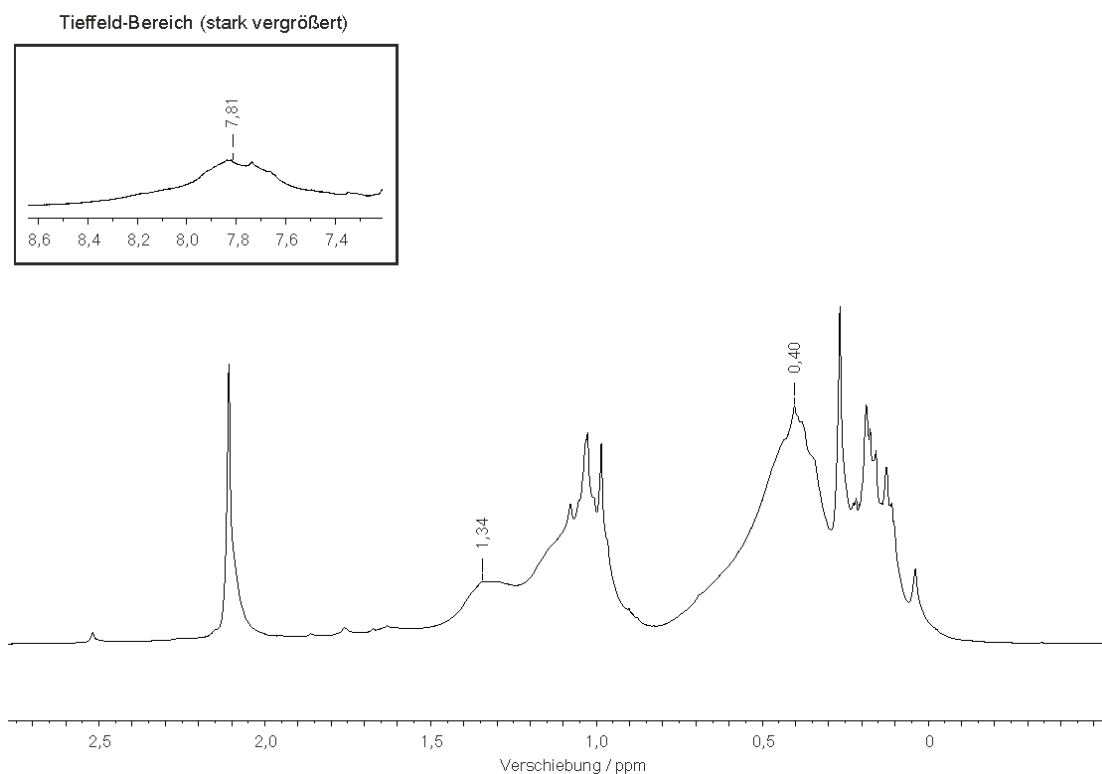
**Abb. B.45:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **5b**.

## B.3.2 Umsetzung von Dihalodistannanen mit $\text{CoCp}^*_2$

### B.3.2.1 Reaktion von $\text{ISit}_2\text{Sn}(1,4\text{-C}_6\text{H}_4)\text{SnSit}_2\text{I}$ mit $\text{CoCp}^*_2$

Gibt man zu einer auf  $5^\circ\text{C}$  gekühlte Lösung aus  $\text{Sit}_2\text{ISnC}_6\text{H}_4\text{SnISit}_2$  in Benzol festes Decamethylcobaltocen, so beobachtet man einen Farbwechsel von braun zu intensiv grün. Gleichzeitig fällt ein gelber Feststoff aus, bei dem es sich um das infolge einer Ein-Elektronen-Übertragung entstehende Decamethylcobaltoceniumsalz  $[\text{CoCp}_2^*]^+$  (**5b**) handelt. Eine  $^1\text{H-NMR}$ -Messung zeigt deutlich verbreiterte Signale, die auf die Anwesenheit einer Radikalspezies hinweist (**Abb. B.46**)

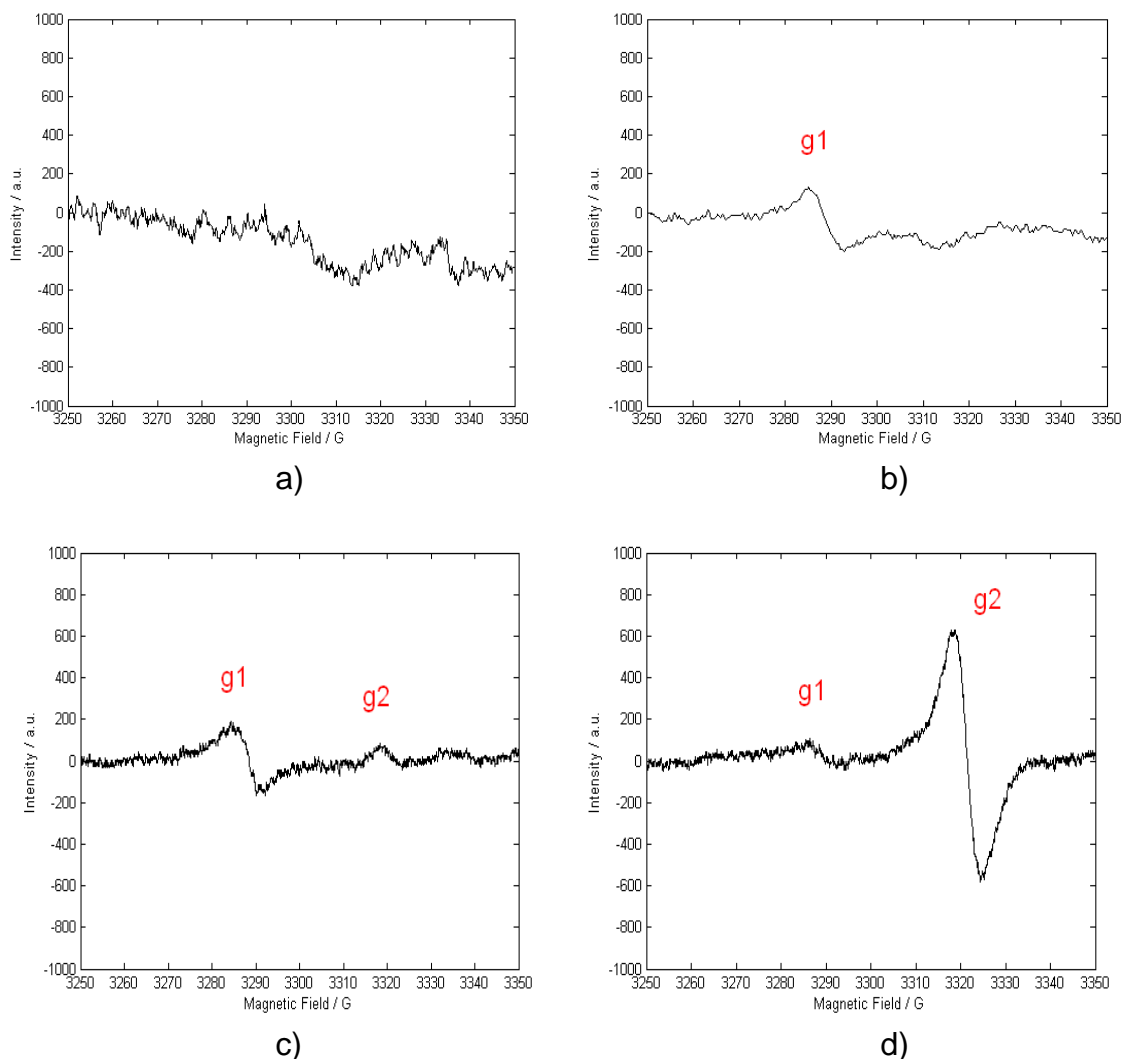
## B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.46:**  $^1\text{H-NMR}$  der Reaktionslösung.

Es wurde eine ESR-Probe durch Einengen der Reaktionslösung und Aufnahme in *n*-Heptan präpariert. Bei der ESR-spektroskopischen Untersuchung mit Variation der Proben­temperatur können folgende Beobachtungen gemacht werden (siehe **Abb. B.47**): Kühlt man die ESR-Probe auf  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  ab, so ist keine ESR-Resonanz beobachtbar. Beim Erwärmen auf  $0\text{ }^\circ\text{C}$  taucht zunächst bei einem isotropen  $g$ -Wert von  $g_1 = 2,240$  ein Signal auf. Bei Raumtemperatur stellt man zusätzlich die Anwesenheit einer zweiten Resonanz bei  $g_2 = 2,044$  mit geringerer Intensität fest, wobei sich zunächst die Intensität des anderen Signals nicht sichtbar verändert (**c**). Durch weitere Erhöhungen der Temperatur in  $20\text{ }^\circ\text{C}$ -Intervallen nimmt die Intensität der Resonanz bei  $g_2$  zu, während die bei  $g_1$  leicht abnimmt. Beim Erreichen der Proben­temperatur von  $80\text{ }^\circ\text{C}$  ist das Signal bei  $g_1$  nicht mehr zu erkennen, und oberhalb davon nimmt auch die Intensität der zweiten Resonanz deutlich ab, was offenbar mit der Zersetzung der Probe zusammenhängt. Interessanterweise sind diese Beobachtungen bis  $80\text{ }^\circ\text{C}$  (vor der Zersetzung) reversibel, d.h. bei erneutem Abkühlen findet man die gleichen Intensitätsverteilungen wieder. Zwar konnte aus der Reaktionslösung keine Verbindung isoliert werden, dennoch lassen die o.g. Beobachtungen darauf zurückschließen, dass es sich hierbei um ein Bisstannylnradikal handelt.

## B. Gang der Untersuchung

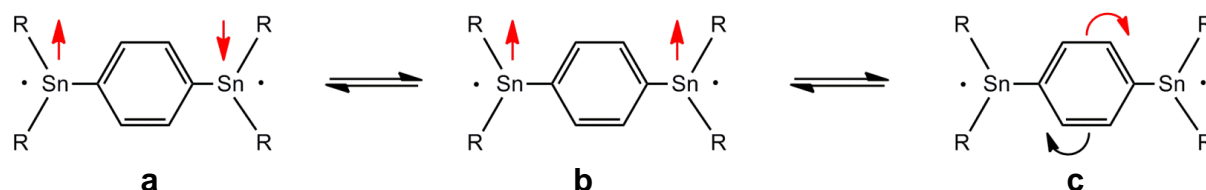


**Abb. B.47:** ESR-Messung in *n*-Heptan bei verschiedenen Temperaturen: a) bei  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , b) bei  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , c) bei  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  und d) bei  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Betrachtet man die Spinzustände des vermuteten Bisstannylradikals, so sind drei Möglichkeiten denkbar, die mit den gemessenen ESR-Spektren in Einklang stehen (**Abb. B.48**): Bei tiefen Temperaturen liegt die Verbindung vorwiegend im thermodynamisch stabilen Singulett-Zustand vor (**a**), es kann folglich keine ESR-Resonanz detektiert werden. Mit zunehmender Temperatur wird gemäß der Boltzmann-Verteilung der ungünstige Triplett-Zustand zunehmend populiert (**b**), dementsprechend tritt eine ESR-Resonanz auf, die sich bezüglich ihres  $g$ -Faktors von  $g_1 = 2,240$  aber deutlich von den bislang bekannten einkernigen Dublett-Radikalen unterscheidet ( $g: 2,042 - 2,053$ )<sup>[39]</sup>. Bei noch höherer Temperatur beginnt sich die Rotation der Phenylenbrücke bemerkbar zu machen und die elektronische Kopplung der beiden spintragenden Zinnatome wird unterbrochen, so dass die



Resonanz zweier äquivalenter, voneinander nahezu unabhängige Dublett-Radikale beobachtet werden kann (c).

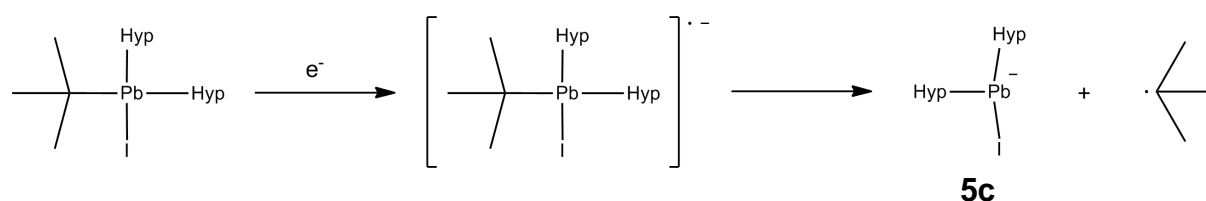


**Abb. B.48:** Verschiedene Besetzungszustände des Bisstannylradikals in Abhängigkeit der Temperatur.

### B.3.3 Umsetzung von Halogenplumbanen mit $\text{CoCp}^*_2$

#### B.3.3.1 Reaktion von $\text{IPbHyp}_2^t\text{Bu}$ mit $\text{CoCp}^*_2$

Diese Reaktion wurde sowohl in Benzol bei Raumtemperatur als auch in *n*-Pentan bei  $-50^\circ\text{C}$  durchgeführt. In beiden Fällen fällt nach Zugabe von Decamethylcobaltocen zu einer Lösung aus  $^t\text{BuPbHyp}_2\text{I}$  rasch ein purpurner Feststoff aus, welcher abgetrennt und als  $[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2\text{I}]$  (**5c**) identifiziert werden konnte. Die Bildung des Cobaltoceniumplumbats kann durch den Ein-Elektronentransfer auf das eingesetzte Plumban aufgefasst werden, wobei als Intermediat ein kurzlebiges Radikalanion angenommen werden kann (**Abb. B.49**).

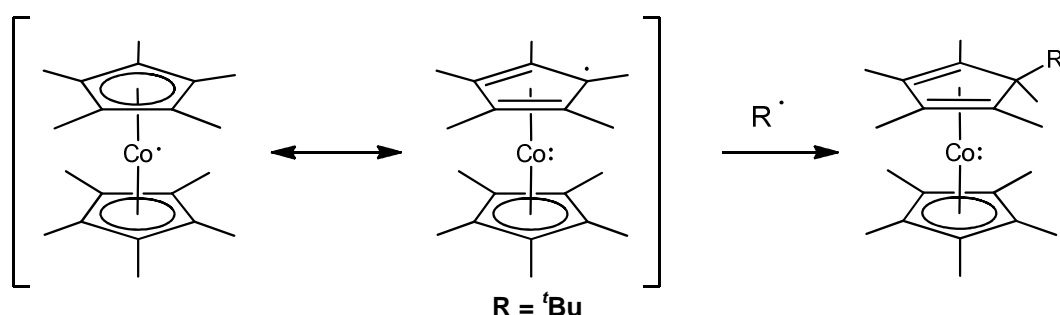


**Abb. B.49:** Bildung des Plumbats  $[\text{PbHyp}_2\text{I}]^-$  (**5c**).

Offensichtlich findet jedoch – anders als erwartet – keine homolytische Spaltung der Pb-I-Bindung, sondern der Pb-C-Bindung statt.

ESR-spektroskopische Untersuchungen lieferten dementsprechend auch keinen Hinweis auf Bleiradikale. Das postulierte *tert.*-Butylradikal konnte zwar ebenfalls nicht direkt nachgewiesen werden, allerdings gelingt bei der in *n*-Pentan

durchgeführten Reaktion der indirekte Nachweis über die beobachtete Bildung einer orangefarbenen, *tert.*-butylsubstituierten Co(I)-Verbindung (6). Diese wird höchstwahrscheinlich durch einen radikalischen Angriff von *tert.*-Butylradikalen auf Decamethylcobaltocen gebildet (**Abb B.50**). Reaktive Organylradikale addieren bekanntermaßen an Cobaltocenen und deren Derivate, wodurch einer der Cyclopentadienid-Liganden in einen 4-Elektronen-Liganden umgewandelt wird, so dass der gebildete Komplex eine 18-Elektronenkonfiguration einnimmt [76].



**Abb. B.50:** Radikalische Addition von Organylen an Decamethylcobaltocen [5].

Dies kann somit als indirekter Beweis für den in **Abb. B.49** aufgeführten Bildungsmechanismus angeführt werden. Weiterhin konnte spektroskopisch die Bildung von Hypersilyliodid festgestellt werden, welches durch nicht geklärte Zerfallsreaktionen entsteht.

Bei der Reaktion in Benzol konnte von der Lösung ein LIFDI-Massenspektrum [77] aufgenommen werden (**Abb. B.51**), welches ebenso die Bildung der Co(I)-Verbindung bekräftigt. Darin erkennt man, dass die Reaktion einen ähnlichen Verlauf annimmt wie in *n*-Pentan bei  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Neben den o.g. Produkten entstehen auch Anteile an Dihypersilylplumbylen, welche in den NMR-Spektren festgestellt wurden. Ferner finden sich verschiedene, dreiwertige Bleispezies:  $m/z = 569,6$  entspricht der Verbindung  $[\text{PbHyp}^t\text{Bu}_2]$ ;  $m/z = 639,5$  entspricht der Verbindung  $[\text{IPbHyp}^t\text{Bu}]$ . Ob es sich dabei um Radikale in der Lösung oder aber um Fragmente handelt, die durch Ionisation der Probe im Massenspektrometer gebildet werden, bleibt Spekulation.

Das aus der Reaktionslösung abgetrennte Plumbat löst sich sehr gut in organischen Solvenzien, wie z.B. THF oder Acetonitril, ist jedoch in Lösungen bei Raumtemperatur unbeständig (mehr dazu in Kapitel **B.5**). Außerdem entzündet sich die Verbindung in Anwesenheit von Sauerstoff.

Die Co(I)-Verbindung ist bei Raumtemperatur in Lösung beständig und nicht sehr luftempfindlich.

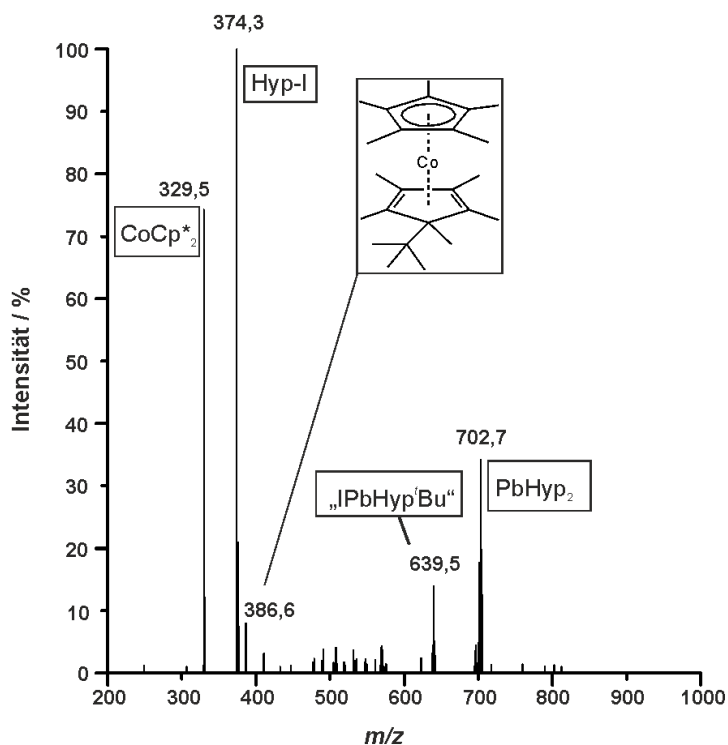


Abb. B.51: LIFDI-Massenspektrum der Reaktionslösung.

## Einkristallstrukturanalyse von **6**

|                  |                  |                 |                 |
|------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Summenformel     | $C_{24}H_{39}Co$ | Z               | 4               |
| Molmasse [g/mol] | 386,48           | Daten/Parameter | 5529 / 239      |
| Temperatur [K]   | 173(2)           | GOF             | 0,986           |
| Kristallsystem   | monoklin         | R1              | 0,0363 / 0,0858 |
| Raumgruppe       | $P2_1/c$         | wR2             | 0,0668 / 0,0987 |
| Metrik [Å, °]    |                  |                 |                 |
| a                | 15,320(3)        | $\alpha$        | 90              |
| b                | 9,5755(19)       | $\beta$         | 101,93(1)       |
| c                | 15,113(3)        | $\gamma$        | 90              |

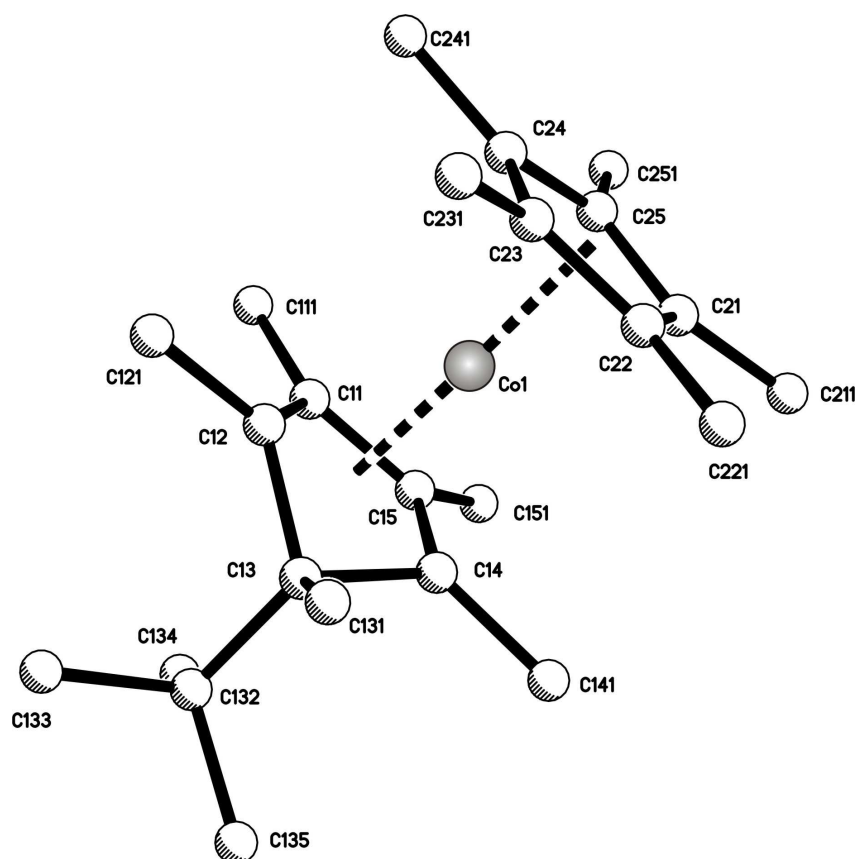
Tab. B.21: Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **6**.

Verbindung **6** kristallisiert bei  $-85^\circ\text{C}$  aus der Reaktionslösung in *n*-Pentan in Form orangener Plättchen aus (Abb. B.52).

## B. Gang der Untersuchung

Man erkennt, dass der Abstand des Metallatoms zum Aromaten größer ist als zu den koordinierenden Kohlenstoffatomen des neutralen Liganden. Grund hierfür könnte der größere sterische Anspruch der am quartären C-Atom gebundenen Methylgruppe liefern. Da der Ligand nicht mehr planar ist, ragt am quartären Kohlenstoff die Gruppe mit dem sterisch geringsten Anspruch, in diesem Fall die Methylgruppe, aus der Ebene in Richtung Metallatom hinaus.

Der Bindungswinkel am quartären Kohlenstoffatom beträgt zwischen der Methyl- und der *tert.*-Butylgruppe 110,6 °, während der Winkel zu den benachbarten Kohlenstoffatomen im Ring mit 93,7 ° deutlich spitzer ausfällt. Die C-C-Abstände von bis 1,49 bis 1,59 Å entsprechen C-C-Einfachbindungen, die von 1,42 bis 1,43 Å den C-C-Doppelbindungen.



|         |                       |               |                         |
|---------|-----------------------|---------------|-------------------------|
| Co1-C2? | 2,0713(19) – 2,094(2) | C2?-C2?-C2?   | 107,50(19) – 108,34(18) |
| Co1-C15 | 1,962(2)              | C2?1-C2?-C2?  | 125,3(2) – 126,9(2)     |
| Co1-C11 | 1,9691(19)            | C1?-C13-C1?   | 93,72(15)               |
| Co1-C14 | 2,0455(19)            | C131-C13-C132 | 110,55(17)              |
| Co1-C12 | 2,0569(19)            |               |                         |
| C-C     | 1,493(3) – 1,598(3)   |               |                         |
| C=C     | 1,417(3) – 1,436(3)   |               |                         |

**Abb. B.52:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ , °] von Verbindung **6**.

### B.3.3.2 Reaktion von $\text{IPbHyp}_2\text{Ph}$ mit $\text{CoCp}^*_2$

Gibt man Decamethylcobaltocen zur einer auf  $-50^\circ\text{C}$  gekühlten Lösung aus  $\text{PhPbHyp}_2\text{I}$  in *n*-Pentan hinzu, so beobachtet man nach einigen Minuten die Bildung eines gelben Niederschlages und eine Rotfärbung der Reaktionslösung. In Lösung bildet sich als Hauptprodukt neben Hypersilyliodid ein Plumban der Zusammensetzung  $\text{Ph}_2\text{PbHyp}_2$  (**3b**), welches auch mit Hilfe der Einkristallstrukturanalyse identifiziert werden konnte.

Bei dem ausgefallenen Feststoff handelt es sich im Gegensatz zu den vorher untersuchten Reaktionen mit analogen alkylsubstituierten Plumbanen (siehe **B.3.3.1**) um Decamethylcobaltoceniumiodid (**5b**), welches ein Hinweis auf das Stattfinden einer Ein-Elektronen-Übertragung liefert. Auch die Bildung von  $\text{Ph}_2\text{PbHyp}_2$  muss über einen radikalischen Zwischenschritt initiiert worden sein, bei dem das eingesetzte Plumban an der Blei-Aryl-Bindung homolytisch gespalten wurde. Jedoch konnte eine ESR-spektroskopische Messung der Reaktionslösung nach Reaktionsstart die Anwesenheit von Radikalen nicht bestätigen; offenbar sind diese sehr kurzlebig. Die Bildung des Plumbats **5c** (Vergl. **B.3.3.1**) fand nicht statt. Womöglich verlaufen die Reaktionen von arylsubstituierten Plumbanen mit Decamethylcobaltocen über einen anderen Reaktionskanal wie die der alkylsubstituierten Vertreter.

Verbindung **3b** ist mäßig luftstabil, reagiert mit der Luftfeuchtigkeit unter Bildung von Hydrosilan  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_3$ . Weiterhin zersetzt sich **3b** in Lösung unter Lichteinfluss zu elementarem Blei sowie zu weiteren, nicht identifizierbaren silylhaltigen Produkten.

#### *Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 3b*

Verbindung **3b** kristallisiert mit einem Lösungsmittelmolekül (*n*-Pentan) bei  $-85^\circ\text{C}$  in Form von farblosen Quadern aus (**Abb. B.53**).

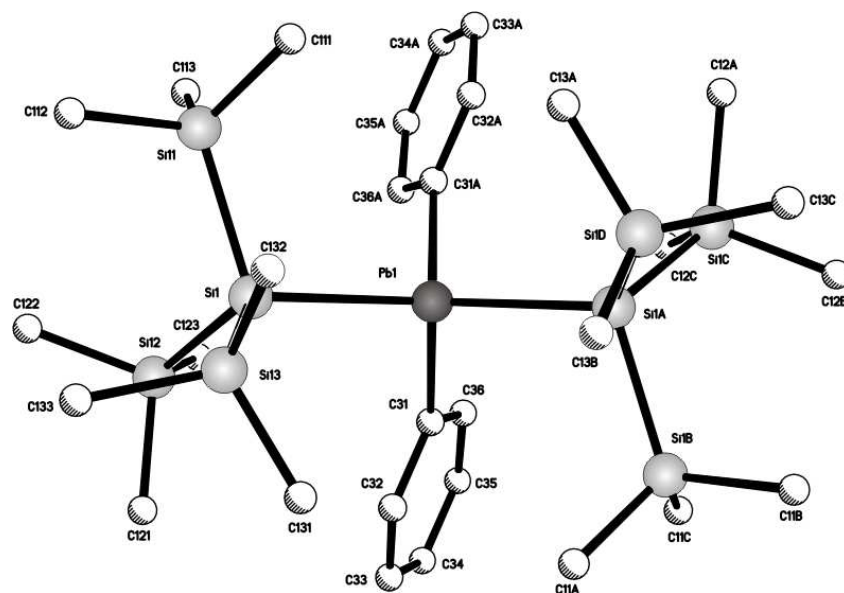
Die Pb-Si-Bindungslängen sowie die Pb-C-Bindungslängen liegen mit durchschnittlich 2,65 bzw. 2,24 Å im erwarteten Bereich. Sie stimmen mit denen im von Becker synthetisierten Plumban  $(\text{C}_6\text{F}_5)_2\text{PbHyp}_2$  überein <sup>[18]</sup>.

Betrachtet man die Bindungswinkel, so stellt man hingegen Abweichungen fest: Der C-Pb-C-Winkel ist bei **3b** mit ca.  $103^\circ$  ungefähr  $5^\circ$  größer und der Si-Pb-Si-

Bindungswinkel um ca. 5° kleiner als bei  $(C_6F_5)_2PbHyp_2$ . Die Fluoratome im Hexafluorphenylrest mit jeweils drei freien Elektronenpaaren nehmen wesentlich mehr Raum ein als die Protonen in einem unsubstituierten Phenylrest, so dass die Silylgruppen dem sterischen Zwang ausweichen, was den kleineren Si-Pb-Si in  $(C_6F_5)_2PbHyp_2$  erklärt.

|                         |                  |                        |                 |
|-------------------------|------------------|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | $C_{24}H_{39}Co$ | <b>Z</b>               | 4               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 386,48           | <b>Daten/Parameter</b> | 5529 / 239      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)           | <b>GOF</b>             | 0,986           |
| <b>Kristallsystem</b>   | monoklin         | <b>R1</b>              | 0,0363 / 0,0858 |
| <b>Raumgruppe</b>       | $P2_1/c$         | <b>wR2</b>             | 0,0668 / 0,0987 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |                  |                        |                 |
| <b>a</b>                | 15,320(3)        | <b>α</b>               | 90              |
| <b>b</b>                | 9,5755(19)       | <b>β</b>               | 101,93(1)       |
| <b>c</b>                | 15,113(3)        | <b>γ</b>               | 90              |

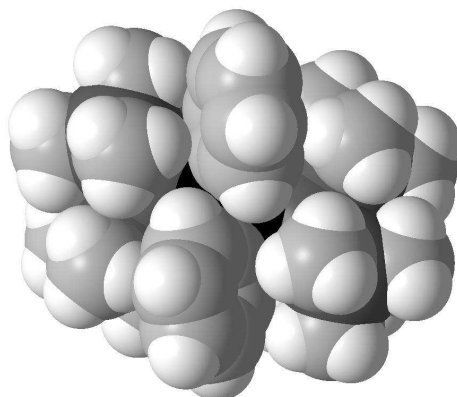
**Tab. B.22:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **3b**.



|           |                         |               |                         |
|-----------|-------------------------|---------------|-------------------------|
| Pb1-Si?   | 2,6505(11)              | C3?-Pb1-C3?#  | 102,8(2)                |
| Pb1-C3??  | 2,241(4)                | C3??-Pb1-Si?  | 103,28(10) – 104,73(10) |
| Si?-Si??  | 2,3518(17) – 2,3664(16) | Si1-Pb1-Si1A  | 134,35(5)               |
| Si??-C??? | 1,862(6) – 1,895(5)     | Si??-Si?-Pb1  | 107,67(5) – 113,99(6)   |
|           |                         | Si??-Si?-Si?? | 107,13(6) – 109,58(7)   |

**Abb. B.53:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung **3b**. Die Atombezeichnungen C31A – C36A, Si1A – Si1D und deren Kohlenstoffatome wurden mit der Symmetrieeoperation (-x; -y; -z) erzeugt.

Die räumliche Anordnung der Phenylreste in Verbindung **3b** lassen sich in einem Kalottenmodell veranschaulichen: Man sieht sehr deutlich, dass die Phenylringe nicht in einer Ebene, sondern verdrillt zueinander stehen (**Abb. B.54**). Diese Verdrillung ist stärker ausgeprägt als bei  $(C_6F_5)_2PbHyp_2$ .

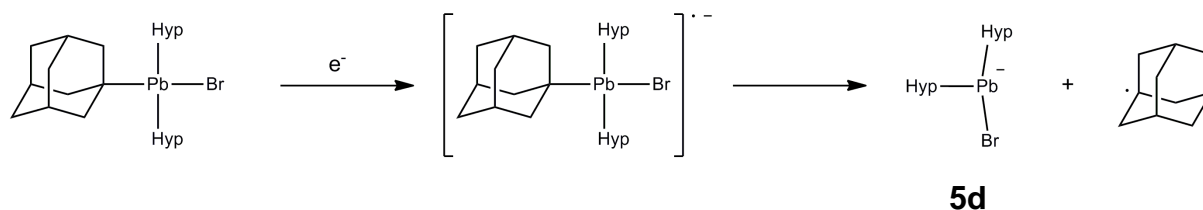


**Abb. B.54:** Kalottenmodell von Verbindung **3b**.

### B.3.3.3 Reaktion von $BrPbHyp_2(1-Ad)$ mit $CoCp^*_2$

Um zu zeigen, dass alkylsubstituierte Plumbane mit Decamethylplumbanen anders reagieren als ihre arylsubstituierten Verwandten, wurde die Reaktion an dem sperrigen Adamantylidihypersilyliodplumban  $BrPbHyp_2(1-Ad)$  (1-Ad = 1-Adamantyl,  $C_{10}H_{15}$ ) durchgeführt.

Nach Zugabe des Reduktionsmittels zu einer auf  $-50\text{ °C}$  gekühlten Lösung aus  $AdPbHyp_2I$  in *n*-Pentan fiel nach und nach ein rotvioletter Feststoff aus, um welchen es sich laut  $^1H$ -NMR-spektroskopischen Daten um das Bromplumbat **5d** handelt, dessen Bildung auf gleichem Weg erfolgt wie das iodierte Pendant **5c** (**Abb. B.55**)



**Abb. B.55:** Bildung des Pumbats  $[PbHyp_2Br]^-$  (**5d**).

## B. Gang der Untersuchung

ESR-spektroskopische Untersuchungen konnten allerdings keine Anwesenheit von Radikalen feststellen. NMR-Spektroskopische Untersuchung zufolge hat sich das eingesetzte Plumban vollständig umgesetzt, es finden sich im Adamantylbereich neue Resonanzen, die allerdings nicht zugeordnet werden können. Ob das entstehende Adamantylradikal – analog zum *tert.*-Butylradikal aus der Reduktion des *tert.*-Butylderivates – mit Decamethylcobaltocen eine Cobalt(I)-Verbindung gebildet hat, ist fragwürdig, konnte nicht geklärt werden.

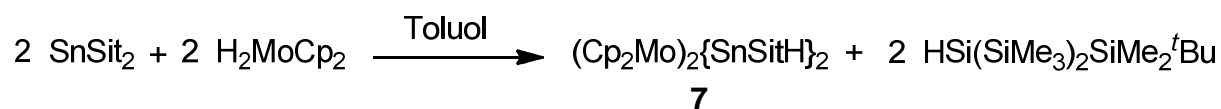


## B.4 Umsetzung von Tetrylenen mit Metallhydrid-Komplexen

### B.4.1 Reaktionen von Metallhydrid-Komplexen mit Stannylenen

#### B.4.1.1 Reaktion von $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$ mit $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$

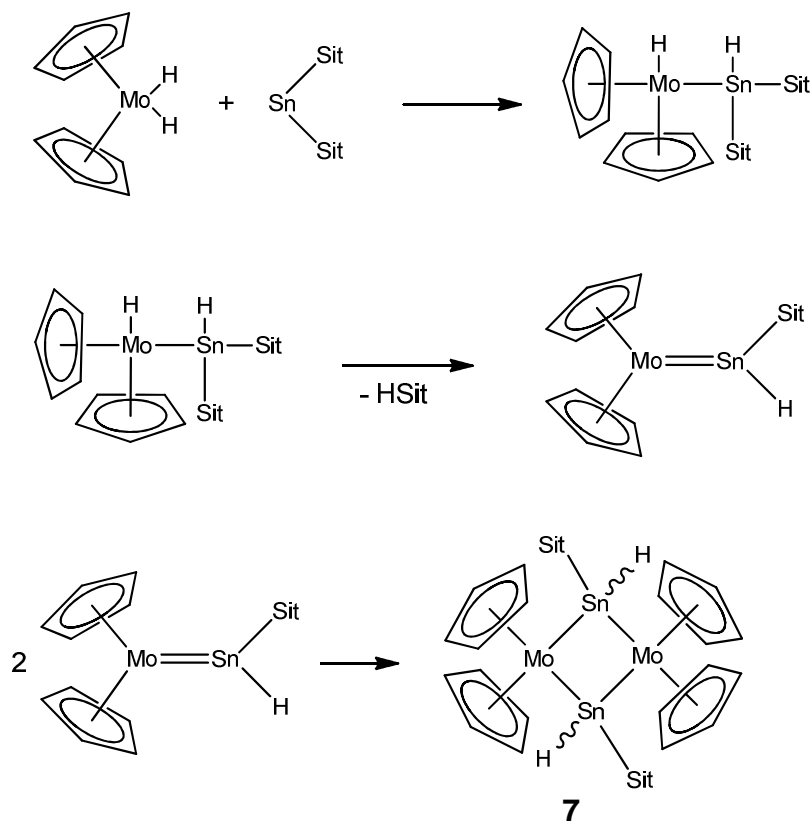
Die Reaktion von  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  mit  $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$  in Toluol bei Raumtemperatur liefert nach 20 h große Mengen des Silans  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$ . Nach Einengen der dunkelroten Reaktionslösung, Aufnahme in einer Mischung aus *n*-Pentan und wenig THF und langsamen Abkühlen auf  $-80\text{ }^\circ\text{C}$  fiel nach zwei Tagen ein rotbrauner Feststoff aus, welcher mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie sowie der NMR-Spektroskopie als  $(\text{MoCp}_2)_2(\text{SnHSit})_2$  identifiziert wurde (**7**). Die Reaktionsgleichung lässt sich folgendermaßen aufstellen (**Abb. B.56**):



**Abb. B.56:** Reaktionsgleichung zur Bildung von Verbindung **7**.

Laut NMR-spektroskopischen Untersuchungen verläuft die Reaktion nahezu quantitativ ab. Die Entstehung des Silans  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$  sowie die vorhandene Zinn-Wasserstoff-Bindung in Verbindung **7** lassen – in Analogie der von *Knuth* durchgeführten Reaktion von  $\text{SnHyp}_2$  mit  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  <sup>[50]</sup> – vermuten, dass zunächst eine  $\alpha$ -Addition stattgefunden haben muss (**Abb. B.57**). Für ein solches Addukt erwartet man im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum ein stark hochfeldverschobenes Signal für das Proton am Molybdän (im Bereich von etwa  $-8$  bis  $-9$  ppm), welches im Verlauf der Reaktion jedoch nicht festgestellt werden konnte. Möglicherweise ist dieses Addukt sehr kurzlebig und eliminiert schnell  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$ . Das daraus entstehende Intermediat, welches eine Mo-Sn-Doppelbindung enthält, würde schließlich zu Verbindung **7** dimerisieren.

## B. Gang der Untersuchung



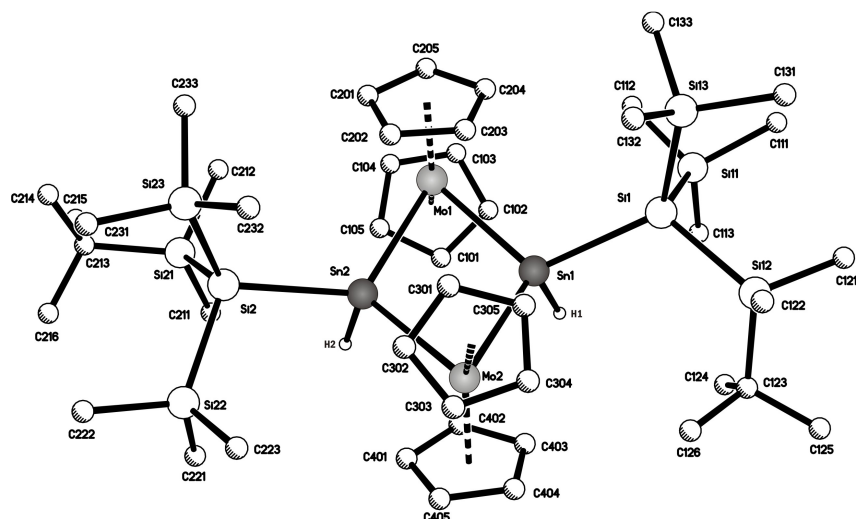
**Abb. B.57:** Möglicher Reaktionsmechanismus zur Bildung von **7**.

Interessanterweise findet man im Protonen-NMR-Spektrum zwei Signalsätze für jede auftretende Resonanz von Verbindung **7**. Es handelt sich hierbei um ein Gemisch aus einem *cis*-/*trans*-Isomer, beide Formen konnten röntgendiffraktometrisch nachgewiesen werden. Allerdings gelang es nicht, die Isomerenmischung aufzutrennen. Die NMR-spektroskopische Unterscheidung erfolgt über Bestrahlung der Probe mit einer UV-Lampe. Man beobachtet erwartungsgemäß eine Abnahme der Resonanzen des *cis*-Isomers. An der Luft zersetzen sich beide Isomere im festen Aggregatzustand nur langsam, in Lösung läuft der Zersetzungsprozess jedoch wesentlich schneller ab.

### Kristallstrukturanalyse von *cis*- $[(\text{SnHSit})_2(\text{MoCp}_2)_2]$ (*cis*-**7**)

Verbindung *cis*-**7** kristallisiert bei langsamem Verdampfen von Benzol- $d_6$  bei Raumtemperatur in Form von orange-braunen Plättchen aus. Die Kristalle enthalten zusätzlich noch ein Äquivalent Lösungsmittel ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ). Die Struktur weist keine

Lagefehlordnung auf, es ist sogar möglich, die an beiden Zinnatomen gebundenen Wasserstoffatome zu lokalisieren (**Abb B.58**).



|           |                         |              |                          |
|-----------|-------------------------|--------------|--------------------------|
| Mo?-Sn?   | 2,8603(4) – 2,8747(4)   | Sn1-Mo1-Sn2  | 71,415(10)               |
| Mo?-C?    | 2,231(4) – 2,351(3)     | Mo?-Sn?-Mo?  | 107,732(12); 107,915(12) |
| Sn?-H?    | 1,67(3) – 1,69(3)       | Mo?-Sn?-H?   | 102,4(10) – 105,8(11)    |
| Sn?-Si?   | 2,7123(10) – 2,7209(10) | Mo?-Sn?-Si?  | 116,15(2) – 123,56(2)    |
| Si?- Si?? | 2,3695(14) – 2,3996(14) | Sn?-Si?-Si?? | 102,26(4) – 123,12(5)    |

**Abb. B.58:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung *cis-7*.

|  |   |                            |                 |
|--|---|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{50}\text{H}_{94}\text{Mo}_2\text{Si}_8\text{Sn}_2$ | <b>Formeleinheiten</b>     | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b>                                      | 1349,24   | <b>Daten/Parameter</b>     | 15397 / 589     |
| <b>Temperatur [K]</b>  | 173(2)  | <b>GOF</b>                 | 0,836           |
| <b>Kristallsystem</b>  | triklin   | <b>R1</b>                  | 0,0358 / 0,0811 |
| <b>Raumgruppe</b>  | $P\bar{1}$  | <b>wR2</b>                 | 0,0536 / 0,0594 |
| <b>Metrik [<math>\text{\AA}</math>, <math>^\circ</math>]</b> |   |                            |                 |
| <b>a</b>   | 10,0072(3)  | <b><math>\alpha</math></b> | 96,1308(11)     |
| <b>b</b>   | 15,7010(5)  | <b><math>\beta</math></b>  | 96,5770(11)     |
| <b>c</b>   | 20,5783(6)  | <b><math>\gamma</math></b> | 103,6780(11)    |

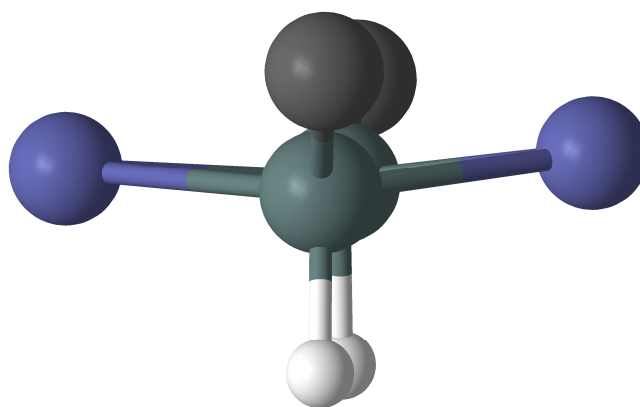
**Tab B.23:** Ausgewählte Parameter [ $^\circ$ ,  $\text{\AA}$ ] von Verbindung *cis-7*.

Die Sn-Mo-Bindungsabstände sind mit durchschnittlich 2,86 und 2,87  $\text{\AA}$  ähnlich denen in dem von *Knuth* isoliertem Dimer  $[(\text{Cp}_2\text{Mo})_2(\text{HSnHyp})_2]$ . Die Sn-H-Abstände liegen mit ungefähr 1,68  $\text{\AA}$  im erwartetem Bereich, verglichen mit einigen literaturbekannten Zinn-Wasserstoff-Verbindungen <sup>[78,79,80]</sup>. Allerdings muss angemerkt werden, dass sich die Positionen von Wasserstoffatomen mittels

Röntgendiffraktometrie nur sehr ungenau bestimmen lassen und die ermittelten Werte für E-H-Abstände mit großen Fehlern behaftet sind.

Erwartungsgemäß spitz fallen die Sn-Mo-Sn-Bindungswinkel aufgrund des sterisch stark überladenen Molybdäns mit durchschnittlich  $71,4^\circ$  aus, wenn auch etwas größer als die des Dimers  $[(\text{Cp}_2\text{Mo})_2(\text{HSnHyp})_2]$ . Dies hängt damit zusammen, dass die am Zinn gebundene Silylgruppe mehr Raum in Anspruch nimmt als der Hypersilylrest. Dies erklärt auch, weshalb die Mo-Sn-Mo-Bindungswinkel mit  $107,8^\circ$  im Mittel stärker vom Tetraederwinkel abweichen.

Weiterhin kann man erkennen, dass das  $\text{Mo}_2\text{Sn}_2$ -Gerüst, welche von den Molybdän- und Zinnatomen aufgespannt wird, nicht planar ist, sondern durch die sperrigen Silylgruppen leicht gefaltet wird (**Abb. B.59**).



**Abb. B.59:** Blick entlang der Sn1-Sn2-Achse auf das gefaltete  $\text{Mo}_2\text{Sn}_2$ -Gerüst von Verbindung *cis-7*.

### *Kristallstrukturanalyse von trans- $[(\text{SnHSit})_2(\text{MoCp}_2)_2]$ (*trans-7*)*

Verbindung *trans-7* kristallisiert ebenfalls in Form von orange-braunen Plättchen aus, allerdings im Vergleich zum *cis*-Isomer ohne kokristallisiertes Lösungsmittel. Pro Elementarzelle finden sich zwei unabhängige Moleküle, von denen eines eine Lagefehlordnung der Silylsubstituenten sowie der Zinnatome aufweist. Zur Diskussion der Bindungslängen und -abstände wird im Anschluss nur auf das nicht fehlgeordnete Molekül eingegangen. Auch die am Zinn gebundenen Wasserstoffatome konnten lokalisiert werden, so dass die *trans*-Isomerie deutlich wird (**Abb. B.60**).

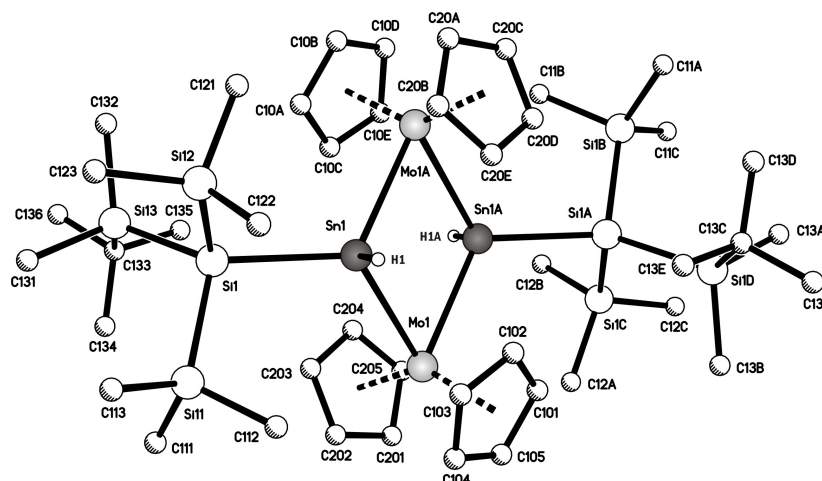
B. Gang der Untersuchung

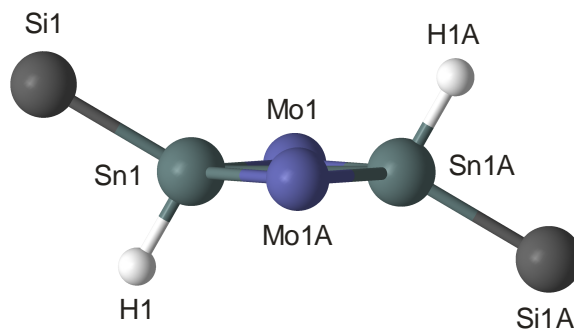
|                         |   |                        |                 |
|-------------------------|---|------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>44</sub> H <sub>88</sub> Mo <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> Sn <sub>2</sub> | <b>Formeleinheiten</b> | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 1271,12   | <b>Daten/Parameter</b> | 13613 / 585     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>             | 1,033           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin   | <b>R1</b>              | 0,0374 / 0,0597 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P $\bar{1}$   | <b>wR2</b>             | 0,0859 / 0,0912 |

**Metrik [Å, °]**

|          |             |          |            |
|----------|-------------|----------|------------|
| <b>a</b> | 10,0368(14) | <b>α</b> | 102,965(5) |
| <b>b</b> | 17,185(2)   | <b>β</b> | 102,249(4) |
| <b>c</b> | 17,283(3)   | <b>γ</b> | 91,529(3)  |

**Tab. B.24:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung *trans-7*.





**Abb. B.61:** Ausschnitt der Kristallstruktur von *trans*-**7**.

### B.4.1.2 Reaktion von $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$ mit $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$

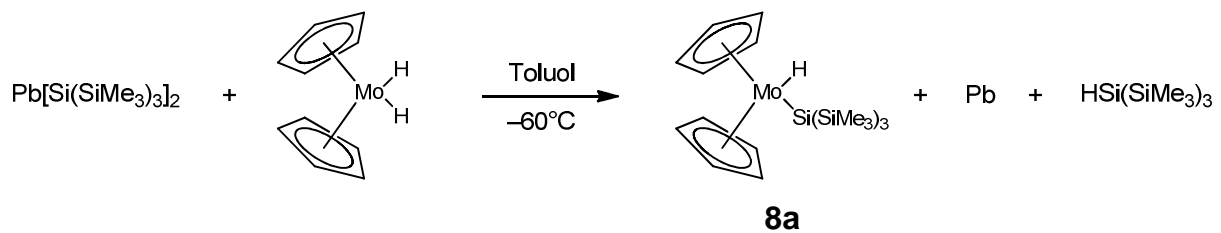
Eine Lösung aus  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  in Toluol wird bei Raumtemperatur zu einer Lösung aus  $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$  in Toluol zugegeben. Nach 3 Stunden Rühren und 15 stündigem Lagern bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  konnte anhand  $^1\text{H}$ -NMR-spektroskopischer Untersuchung festgestellt werden, dass sich lediglich 50% der Ausgangsverbindungen umgesetzt haben. Allerdings haben sich in dieser Zeit geringe Mengen von zwei hydridhaltigen Spezies gebildet. Die Hauptkomponente ist auch hier das Silan  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3$ .

Allerdings liefern die  $^1\text{H}$ -NMR-Daten keine Hinweise darauf, dass sich ein im Vergleich zu Verbindung **7** analoges Dimer gebildet hat. Im erwarteten Verschiebungsbereich für die Wasserstoffatome am Zinnkern treten keine Resonanzen auf. Möglich wäre, dass aufgrund des hohen sterischen Anspruchs der Silylgruppen die Bildung einer solchen vierkernigen Verbindung nicht möglich ist.

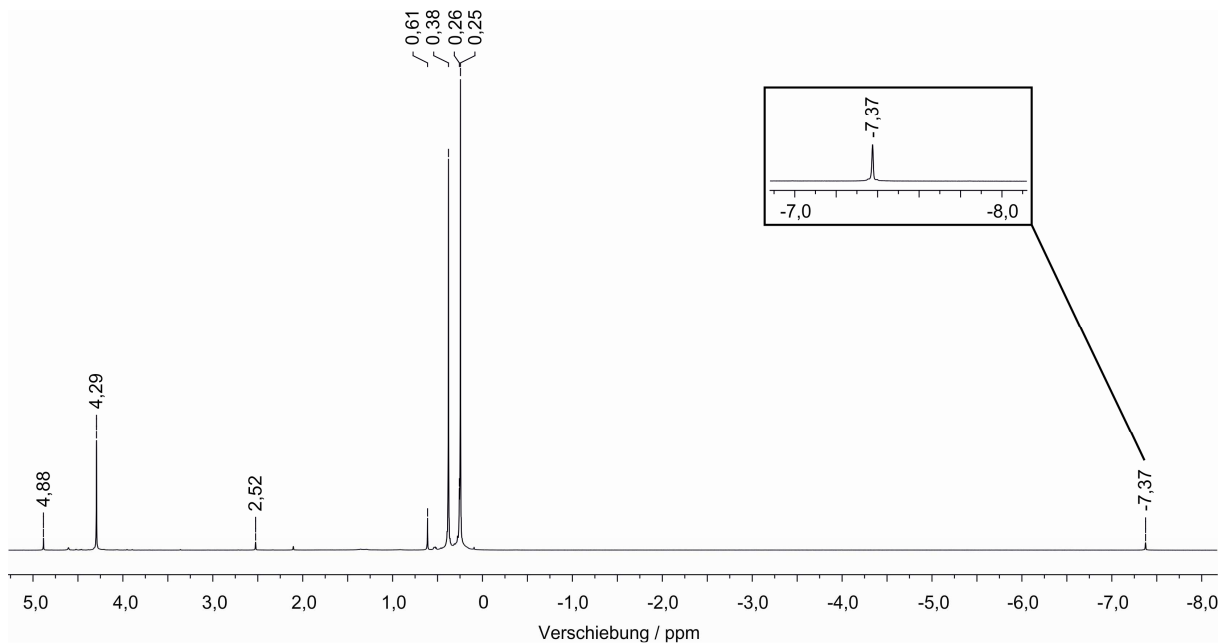
## B.4.2 Reaktionen von Metallhydrid-Komplexen mit Plumbylenen

### B.4.2.1 Reaktion von $\text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3]_2$ mit $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$

Bei dem Versuch, ein Additionsprodukt aus  $\text{PbHyp}_2$  und  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  zu synthetisieren, erhält man stattdessen nahezu quantitativ das Substitutionsprodukt  $\text{Cp}_2\text{Mo}(\text{H})\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3$  (**8a**). Weitere Produkte der Reaktion, welche in Toluol bei  $-60^\circ\text{C}$  durchgeführt wurde, sind große Mengen des Silans  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_3$  sowie elementares Blei (**Abb. B.62**).



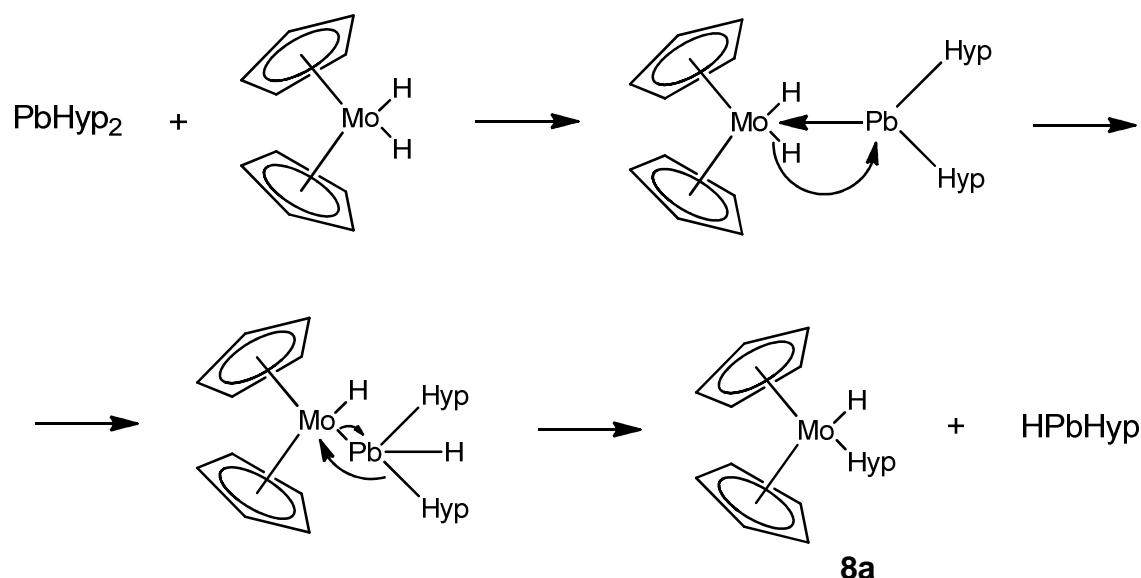
**Abb. B.62:** Reaktion von Dihypersilylplumbylen mit  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$ .



**Abb. B.63:**  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum der Reaktionslösung nach 18 h Reaktionszeit.

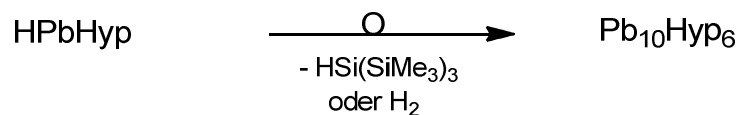
Die Reaktionsverfolgung via NMR-Spektroskopie (**Abb.B.63**) zeigt allerdings, dass neben  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_3$  auch geringe Menge an Tetrakis(trimethylsilyl)silan entstehen

(Verschiebung in Benzol- $d_6$  0,26 ppm). Die Bildung von Verbindung **8a** könnte über den in **Abb. B.64** dargestellten Mechanismus ablaufen:



**Abb. B.64:** Hypothetischer Mechanismus zur Bildung von Produkt **8a**.

Nach initialer Bildung eines Lewis-Säure-Base-Adduktes, anschließende  $\alpha$ -Addition und Eliminierung entstehen Verbindung **8a** und  $\text{HPbHyp}$ . Das so gebildete Hydridoplumbylen ist jedoch bekanntermaßen unbeständig und reagiert unter Extrusion von  $\text{H}_2$  oder  $\text{H-Si}(\text{SiMe}_3)_3$  weiter zu hypersilylierten molekularen Bleiclustern (**Abb. B. 65**) <sup>[A.49a,b]</sup>. Tatsächlich wird auch nach der Umsetzung von  $\text{PbHyp}_2$  mit  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum der Reaktionslösung dieses Signal aufgefunden. Die Bildung derartiger Cluster wurde erstmals von Yao mit anderen hydridhaltigen Verbindungen, wie z.B. mit  $[\text{CuHPPh}_3]_6$ , nachgewiesen



**Abb. B. 65:** Bildung eines Bleiclusters der Zusammensetzung  $\text{Pb}_{10}\text{Hyp}_6$  <sup>[A49a,b]</sup>.

Der thermisch beständigste Cluster dieser Art ist die Verbindung  $\text{Pb}_6\text{Hyp}_{10}$ . Diese gibt sich durch ein charakteristisches  $^1\text{H-NMR}$ -Signal bei 0,61 ppm zu erkennen (**Abb. B.63**), welches innerhalb weniger Stunden aufgrund der fortschreitenden Zersetzung deutlich an Intensität verliert.

Verbindung **8a** ist auch bei Raumtemperatur beständig und ist gut löslich in Solvenzien, wie z.B. Benzol. Sie zersetzt sich jedoch unter Lichteinwirkung in einen

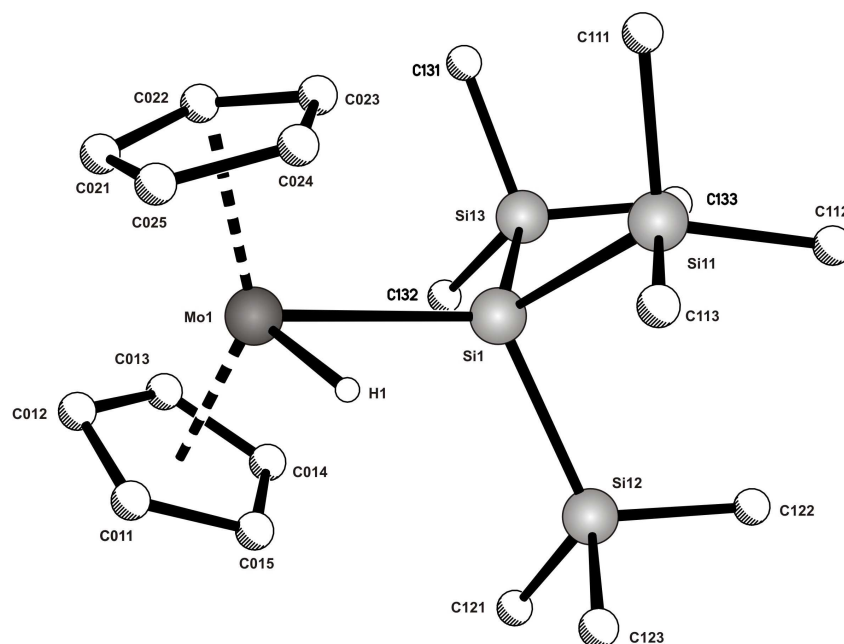


schwarzen Feststoff, welcher in unpolaren sowie in den meisten polaren Lösungsmitteln unlöslich ist, mit Ausnahme von N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP). Dessen Zusammensetzung konnte bislang nicht geklärt werden.

### Kristallstrukturanalyse von **8a**

Verbindung **8a** kristallisiert nach Einengen der Lösung, Aufnahme des Feststoffes in *n*-Pentan und Abtrennen der Bleipartikel bei  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  in Form rotbrauner Quadern, welche sich für eine Einkristallstrukturanalyse eignen (**Abb. B.66**).

Der Mo-Si-Bindungsabstand in Verbindung **8a** beträgt  $2,65\text{ \AA}$  und ist verglichen mit denjenigen in verwandten Molekülen, wie etwa  $\text{Cp}_2\text{MoHSiMe}_2\text{H}$  oder  $\text{Cp}_2\text{MoHSiMe}_2\text{Cl}$  <sup>[81]</sup>, etwas größer. Dieser Befund ist aufgrund der größeren Raumerfüllung des Hypersilylrestes zu erklären.



|           |                         |               |                       |
|-----------|-------------------------|---------------|-----------------------|
| Mo1-C0??  | 2,262(2) – 2,3450(18)   | Mo1-Si1-Si1?  | 112,45(2) – 116,29(2) |
| Mo1-Si1   | 2,6525(5)               | Si1-Mo1-H1    | 67,6(7) (geschätzt)   |
| Mo1-H1    | 1,67(2) (Schätzung)     | Si??-Si1-Si?? | 99,28(2) – 106,79(2)  |
| Si1-Si1?  | 2,3680(6) – 2,3955(6)   |               |                       |
| Si1?-C1?? | 1,8824(10) – 1,8916(11) |               |                       |

**Abb. B.66:** Struktur mit ausgewählten Parametern [ $\text{\AA}$ ,  $^{\circ}$ ] von Verbindung **8a**.

|                         |   |                            |                 |
|-------------------------|---|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> MoSi <sub>4</sub> | <b>Formeleinheiten</b>     | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 474,79  | <b>Daten/Parameter</b>     | 6386 / 266      |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>                 | 1,051           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin   | <b>R1</b>                  | 0,0268 / 0,0333 |
| <b>Raumgruppe</b>       | P $\bar{1}$                                       | <b>wR2</b>                 | 0,0654 / 0,0679 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                            |                 |
| <b>a</b>                | 10,0582(2)  | <b><math>\alpha</math></b> | 91,8560(10)     |
| <b>b</b>                | 10,5443(3)  | <b><math>\beta</math></b>  | 90,8880(10)     |
| <b>c</b>                | 11,4117(3)  | <b><math>\gamma</math></b> | 96,2940(10)     |

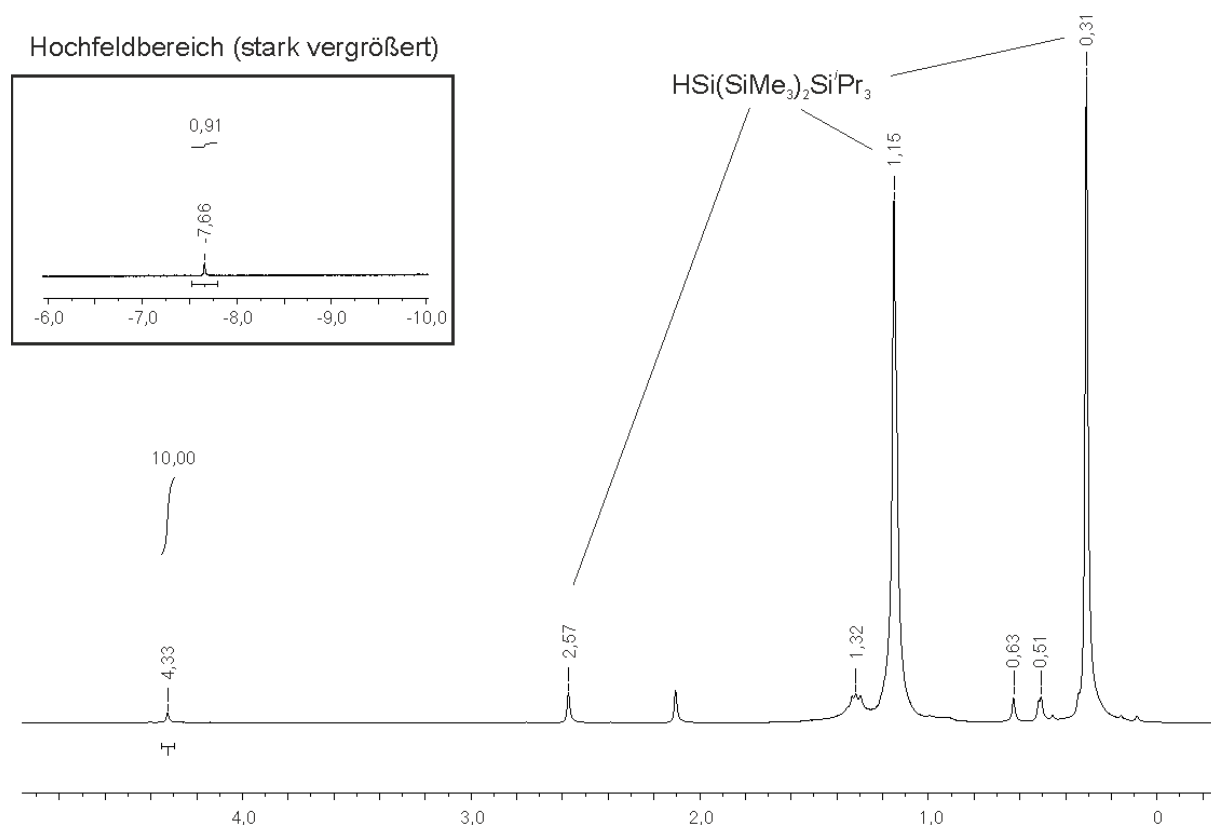
**Tab. B.25:** Ausgewählte Daten zu Kristallstrukturanalyse von Verbindung **8a**.

#### B.4.2.2 Reaktion von Pb[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> mit Cp<sub>2</sub>MoH<sub>2</sub>

Nach der erfolgreichen Synthese von Verbindung **8** wurde nun versucht, mit einem sterisch anspruchsvolleren Plumbylen ein analoges Substitutionsprodukt zu synthetisieren. Die Reaktion von Cp<sub>2</sub>MoH<sub>2</sub> und Pb[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> in Toluol bei –30 °C und anschließendes Auftauen ergibt als Hauptprodukt das Hydrosilan HSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub> und führt wieder zur Abscheidung elementaren Bleis. Das <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum der Reaktionslösung zeigt zudem ein neues Signal im Verschiebungsbereich der Cyclopentadienid-Liganden (4,33 ppm) sowie ein weiteres Signal im starken Hochfeldbereich (–7,66 ppm), welches eines Molybdänhydrid-Derivates zugeordnet werden kann (**Abb. B.67**). Die Integrale beider Signale passen auf eine Verbindung der Form CpMo(H)Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub> (**8b**), allerdings konnten die restlichen Signale nicht eindeutig zugeordnet werden. Die Resonanzen mit einer chemischen Verschiebung von 1,32 ppm könnten den Methylgruppen des Isopropylrestes entsprechen, ebenso wie die Resonanz bei 0,51 ppm von den Trimethylsilylgruppen herrühren könnte, allerdings lässt sich wegen Signalüberlagerungen keine sinnvolle Integration der Signale durchführen.

Aufgrund der großen Mengen und der schlechten Abtrennbarkeit des Hydrosilans gelang es bislang nicht, das molybdänhaltige Reaktionsprodukt zu isolieren, so dass die Aussage des Reaktionsverlaufes nur auf <sup>1</sup>H-NMR-spektroskopischen Daten basiert.

## B. Gang der Untersuchung



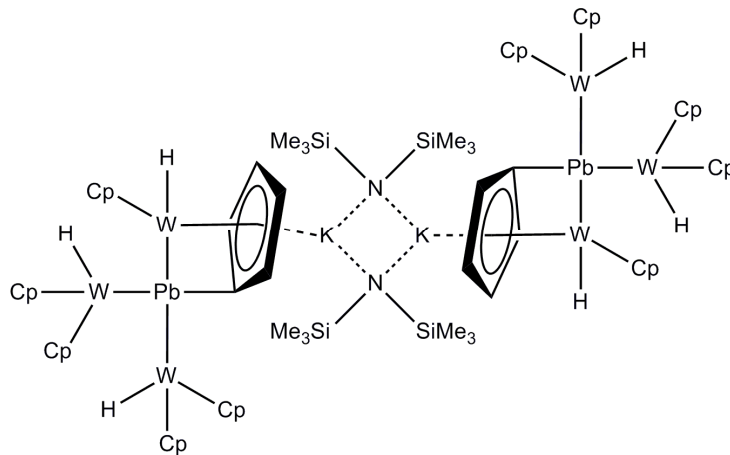
**Abb. B.67:** <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum der Reaktionslösung.

### B.4.2.3 Reaktion von Pb[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si'Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> und Cp<sub>2</sub>WH<sub>2</sub>

Man fügt zu einer Lösung aus Cp<sub>2</sub>WH<sub>2</sub> in Toluol bei -30 °C gelöstes Pb[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si'Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> in Toluol hinzu und lässt das Reaktionsgemisch unter Lichtausschluss auf Raumtemperatur kommen. Dabei ändert sich die Farbe der Reaktionslösung von Dunkelbraun nach Tiefrot. Man lässt das Reaktionsgemisch 30 min rühren, dabei entsteht zunächst als Hauptprodukt das Hydrosilan HSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si'Pr<sub>3</sub> und kleinere Mengen an elementarem Blei. Nach Abtrennen der Bleipartikel und Einengen der Reaktionslösung wurde diese bei -45 °C gelagert, dabei kristallisierte geringe Mengen eines dunkelgrünen Feststoffes aus, welcher röntgendiffraktometrisch untersucht wurde. Dabei handelt es sich um einen ungewöhnlichen Komplex der Grundeinheit [(Cp<sub>2</sub>(H)W)<sub>2</sub>PbWCp(H)C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>], bei dem ein Cyclopentadienid-Rest kovalent an das zentrale Bleiatom gebunden vorliegt. Zwei dieser Einheiten sind über Cyclopentadienid-Liganden an ein dimeres Kaliumsilylamid [KN(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> koordiniert und ergeben so Verbindung **9** (Abb. B.68).

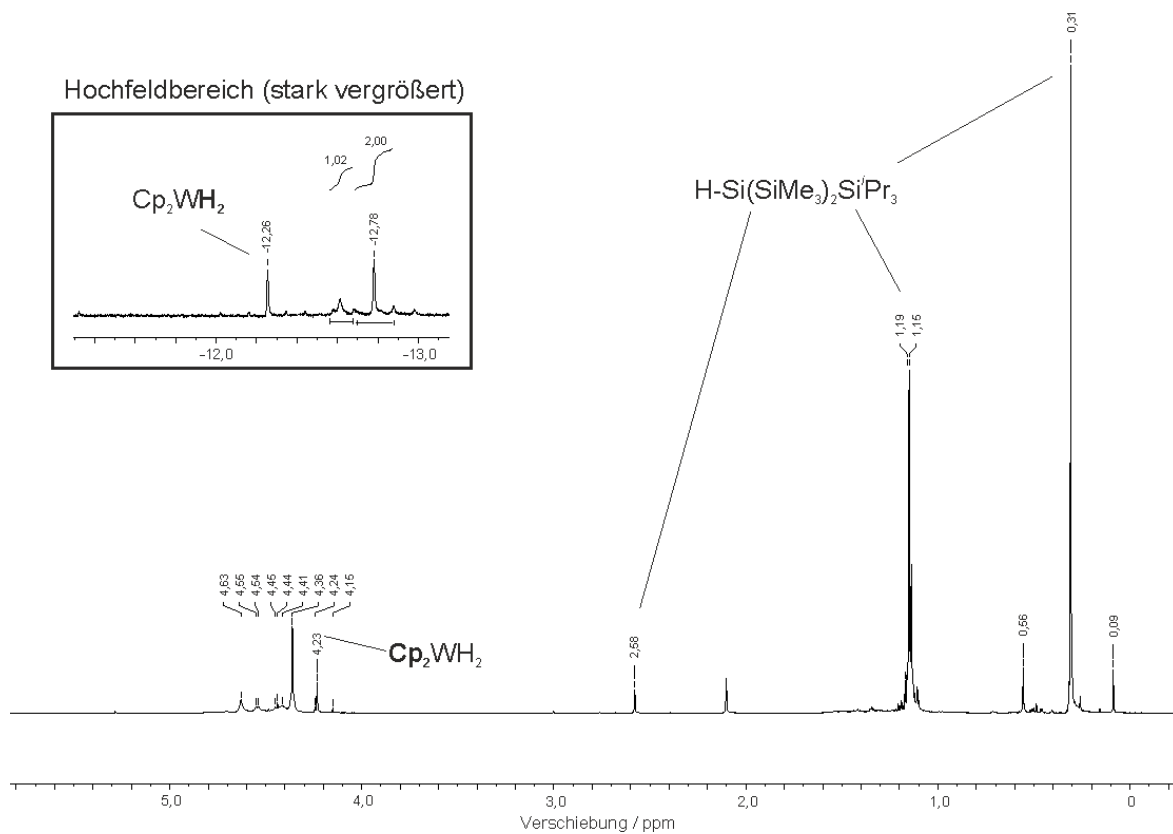
B. Gang der Untersuchung

Das Kalium-bis(trimethylsilyl)amid muss dabei aus der Synthese von Dihypersilylplumbylen stammen und aufgrund seiner merklichen Löslichkeit in den verwendeten Lösungsmitteln mitgeschleppt worden sein. Tatsächlich können in den  $^1\text{H-NMR}$ -Spektren der eingesetzten Tetrylene stets kleine Mengen des Amids nachgewiesen werden (ca. 5 %).



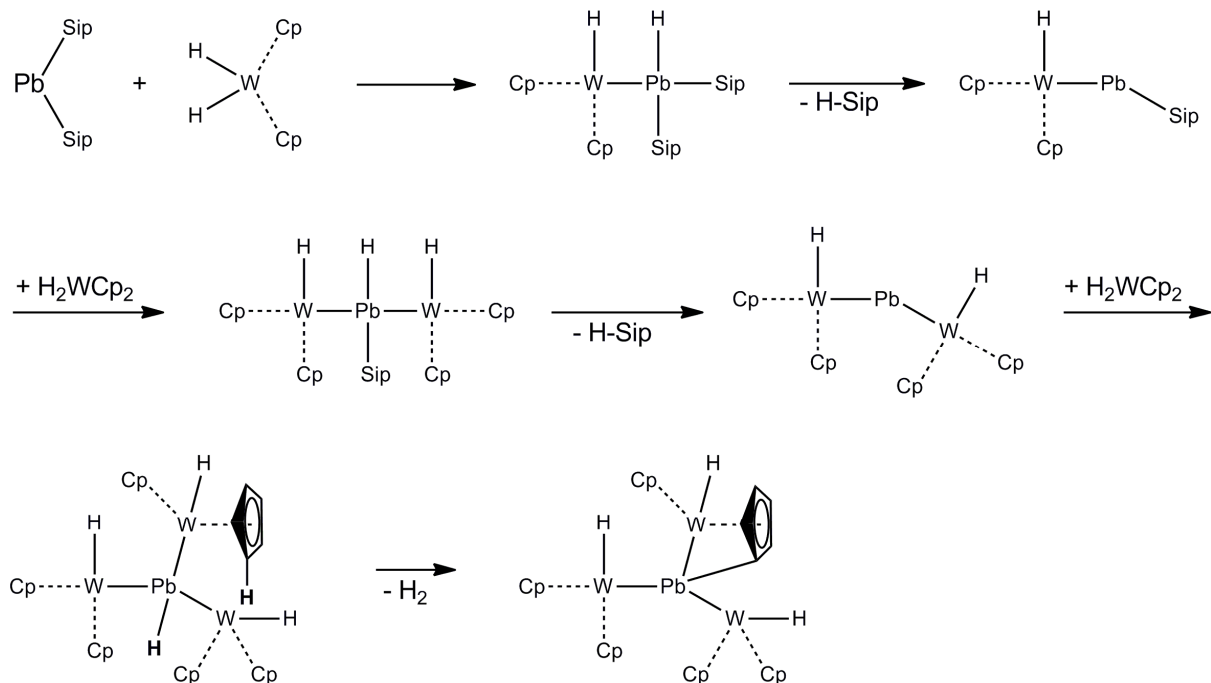
**Abb. B.68:** Molekülstruktur der auskristallisierten Verbindung (9).

Das  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum der aus der Reaktionslösung ausgefallenen Substanz ist in **Abb. B.69** wiedergegeben.



**Abb. B.69:**  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum des von Verbindung 9 mit Nebenprodukten.

Es liefert Hinweise auf die Anwesenheit von Hydridgruppen an den Wolframatomen, die mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie nicht zu detektieren sind. Hierbei handelt es sich um Signale, die bei extrem hohem Feld auftreten ( $-12,62$  und  $-12,78$  ppm). Über den Bildungsmechanismus kann zwar nur spekuliert werden, allerdings könnte folgender Weg als plausibel angesehen werden (**Abb. B.70**): Es entsteht zunächst durch eine  $\alpha$ -Addition ein vierwertiges Intermediat, dessen Pb-H-Bindung jedoch instabil ist und das Hydrosilan H-Sip eliminiert. Das entstehende Plumbylen kann wiederum mit einem weiteren Molekül des Wolframhydrid-Komplexes eine  $\alpha$ -Addition mit darauffolgender Eliminierung von Hydrosilan eingehen. Der abschließende Schritt besteht aus einer Extrusion von Wasserstoff, welche durch die instabile Pb-H-Bindung initiiert wird.



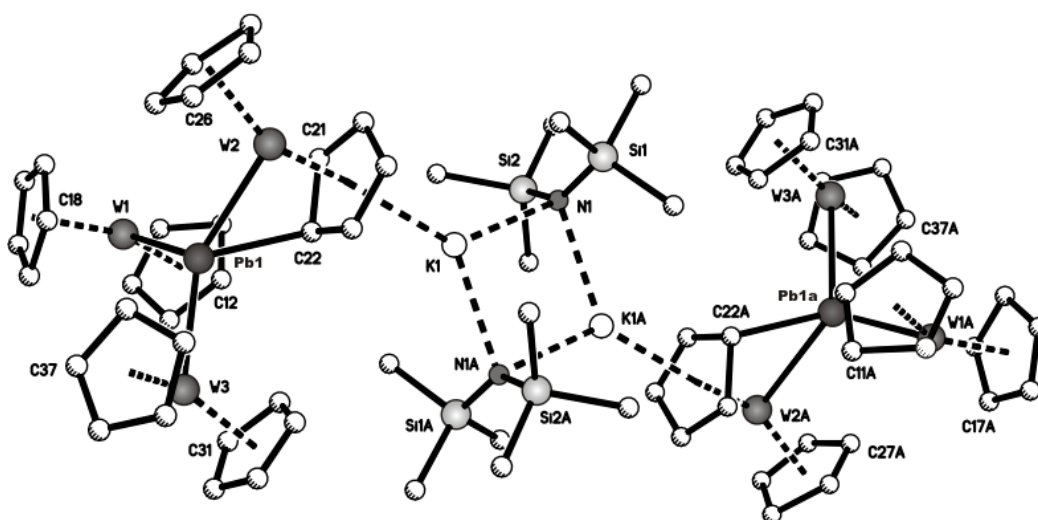
**Abb. B.70:** Möglicher Mechanismus zur Bildung von Verbindung 9 (Zur besseren Übersicht wird nur die Grundeinheit  $[(\text{Cp}_2(\text{H})\text{W})_2\text{PbCp}(\text{H})\text{C}_5\text{H}_4]$  dargestellt).

Das Zusammenbringen beider Edukte in  $\text{C}_6\text{D}_6$  in einem NMR-Röhrchen zeigt nach einstündigem Lagern bei Raumtemperatur, dass sich einige Hydridspezies gebildet haben. Dabei treten Verschiebungen bis zu  $-17,5$  ppm auf, die mit der Zeit an Intensität verlieren. Diese könnten den Zwischenprodukten in **Abb. B.70** entsprechen.

## Kristallstrukturanalyse von Verbindung 9

|                  |                                  |                 |                 |
|------------------|----------------------------------|-----------------|-----------------|
| Summenformel     | $C_{86}H_{116}K_2N_2Si_4Pb_2W_6$ | Formeleinheiten | 4               |
| Molmasse [g/mol] | 2885,92                          | Daten/Parameter | 36302 / 488     |
| Temperatur [K]   | 173(2)                           | GOF             | 0,714           |
| Kristallsystem   | monoklin                         | R1              | 0,0616 / 0,0866 |
| Raumgruppe       | $P\bar{1}$                       | wR2             | 0,1767 / 0,1055 |
| Metrik [Å, °]    |                                  |                 |                 |
| a                | 10,883(6)                        | $\alpha$        | 97,858(12)      |
| b                | 15,005(9)                        | $\beta$         | 109,840(119)    |
| c                | 15,362(9)                        | $\gamma$        | 92,546(12)      |

Tab. B.26: Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 9.



|         |                         |            |                       |
|---------|-------------------------|------------|-----------------------|
| Pb1-W?  | 2,8703(18) – 2,8907(16) | W?-Pb1-W?  | 119,39(4) – 119,98(5) |
| Pb1-C22 | 2,306(18)               | W2-Pb1-C22 | 53,3(5)               |
|         |                         | W?-Pb1-C22 | 109,1(7), 114,0(6)    |

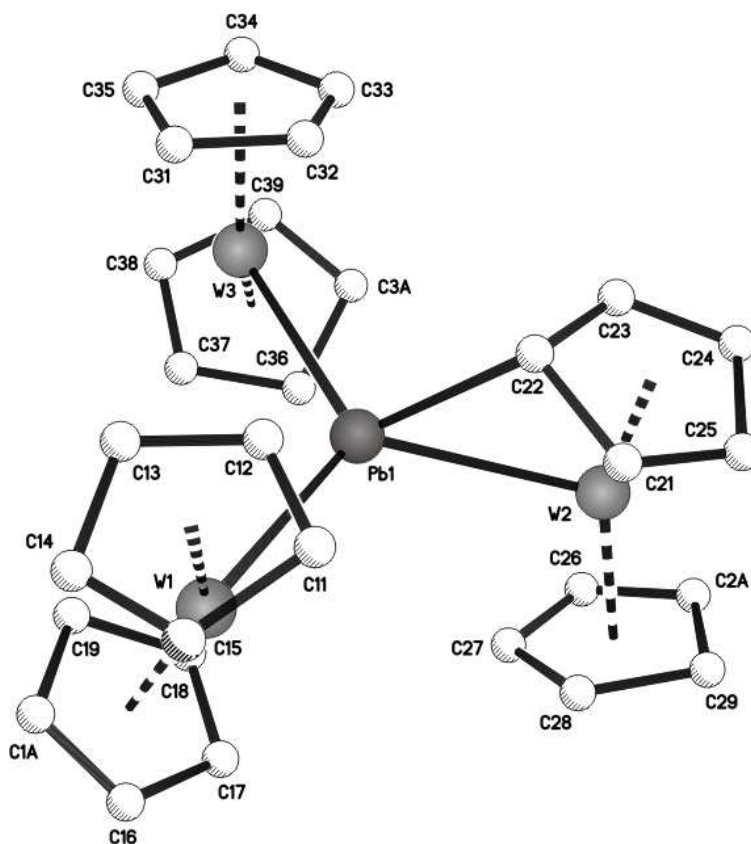
**Abb. B.71:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung 9. Die Atombezeichnungen Pb1A, W?A, C??A, K1A, Si?A, N1A wurden mit der Symmetrioperation  $(-x-2; -y+3; -z)$  erzeugt.

Verbindung 9 kristallisiert mit zwei Äquivalenten Toluol bei  $-45\text{ °C}$  aus einer Toluollösung in Form von dunkelgrünen Quadern (**Abb. B.71**). Aufgrund der starken Verwachsung und geringer Größe des Kristallindividuums sind die erhaltenen Daten fehlerbehaftet. Betrachtet wird die Grundeinheit des Moleküls (**Abb. B.72**). Zum Vergleich der an Verbindung 9 ermittelten Strukturparameter dient ein Plumbyl-

Stannyl-Wolframkomplex der Form  $\text{Cp}_2\text{W}(\text{SnPh}_3)\text{PbMe}_2\text{Cl}$ , der 1996 von *Schubert* röntgendiffraktometrisch bestimmt wurde [82].

Die Pb-W-Abstände in den symmetrieäquivalenten Plumbanfragmenten des Komplexes **9** übertreffen mit durchschnittlich 2,883 Å die Pb-W-Länge des von *Schubert* erzeugten Komplexes um fast 0,12 Å. Erklärbar ist dieser Befund mit den sterischen Ansprüchen der drei  $\text{Cp}_2\text{WH}$ -Einheiten, die durch Abstoßung untereinander eine Verlängerung des Pb-W-Abstandes verursachen. Die Bindung zwischen dem Blei und dem C-Atom des  $\text{C}_5$ -Ringes entspricht mit ca. 2,31 Å den Erwartungen.

Die W-Pb-W-Bindungswinkel betragen im Schnitt 119,7 ° und führen so zu einem planaren  $\text{W}_3\text{Pb}$ -Gerüst. Ein sehr ungewöhnliches Strukturmerkmal ist der mit nur 53,3 ° außerordentlich kleine W2-Pb1-C22-Winkel, der auf extremen Spannungen in diesem Molekülteil hinweist. Die am Wolfram gebundenen Wasserstoffatome konnte nicht lokalisiert werden, ihre Gegenwart lässt sich aber aufgrund der Kippung der wolframgebundenen Cp-Reste erkennen.



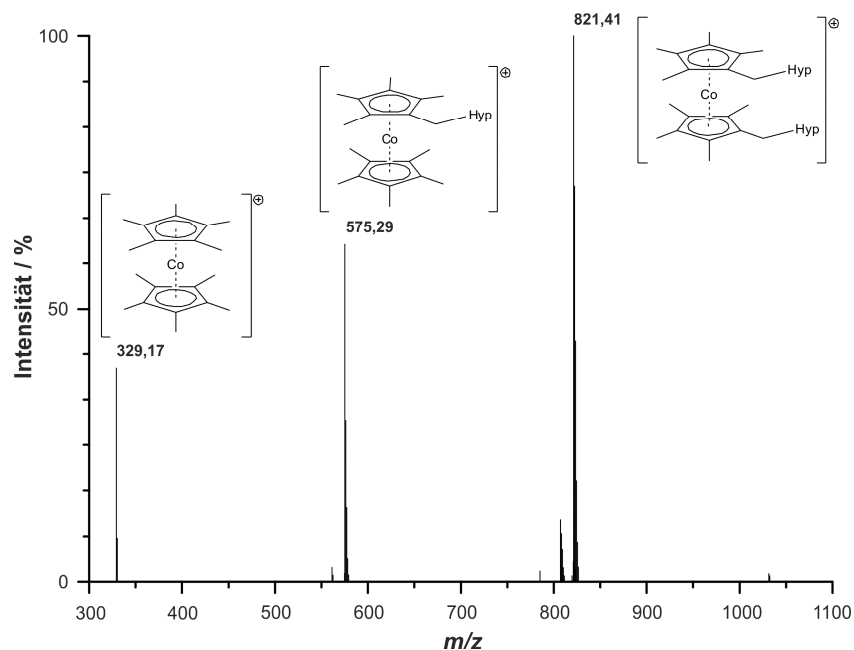
**Abb. B.72:** Grundeinheit der Kristallstruktur von Verbindung **9**.

## B.5 Weiterführende Reaktionen

### B.5.1 Zersetzung von $[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2\text{I}]$ (**5c**)

Der aus **B.4.2.1** ausgefallene Feststoff **5c** wurde in THF aufgenommen und bei Raumtemperatur unter Lichtausschluss mehrere Wochen gelagert. Die Intensität der anfangs purpurnen Lösung nahm mit der Zeit deutlich ab. Es bildete sich ein gelber kristalliner Feststoff, der hauptsächlich aus  $[(\text{C}_5\text{Me}_4\text{CH}_2\text{Hyp})_2\text{Co}]\text{I}$  (**5f**) besteht. Außerdem entstand fast quantitativ elementares Blei. Zudem konnten kleinere Mengen an Decamethylcobaltoceniumiodid (**5b**) identifiziert werden.

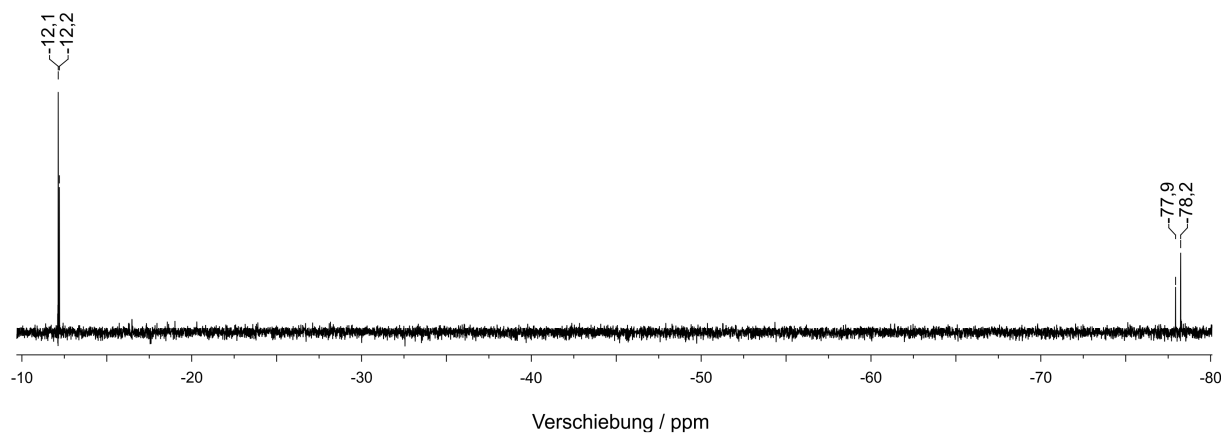
Massen- und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-spektroskopischen Untersuchungen zufolge entsteht neben der disilylierten Verbindung **5f** auch das monosilylierte Derivat  $[(\text{C}_5\text{Me}_4\text{CH}_2\text{Hyp})\text{Cp}^*\text{Co}]\text{I}$  (**5g**) (**Abb. B.73** und **Abb. B.74**). Mit Hilfe der präparativen Dünnschicht-Chromatographie (Laufmittel: Chloroform – Methanol 5:1) gelang es zwar, Verbindung **5b** größtenteils abzutrennen, jedoch nicht **5f** und **5g** voneinander. Bislang konnte Verbindung **5g** nicht in kristalliner Form erhalten werden. Alle drei Substanzen lösen sich in polaren Lösungsmitteln, wie z.B. Aceton, Methanol, Ethanol und in Acetonitril, sehr gut. Deutlich herabgesetzt ist die Löslichkeit in THF.



**Abb. B.73:** Massenspektrum (ESI positiv) des ausgefallenen, gelben Feststoffes.

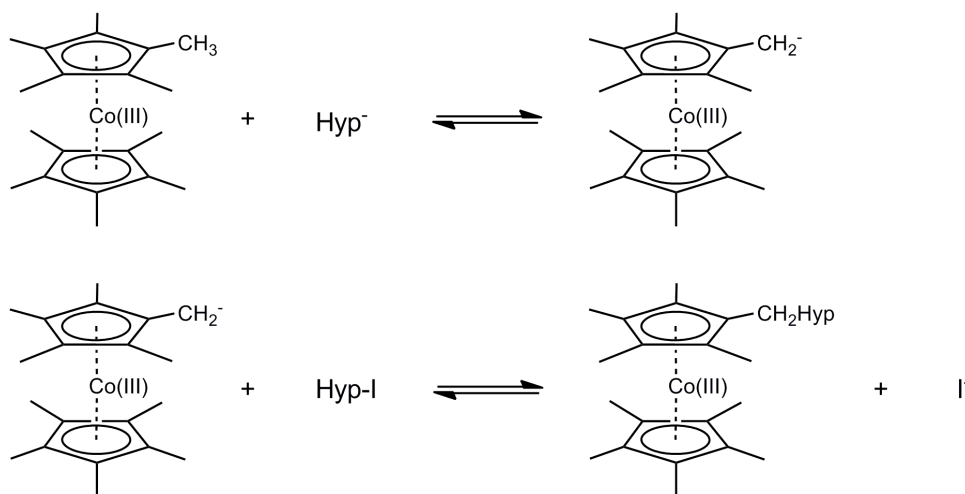


B. Gang der Untersuchung



**Abb. B.74:**  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum (dept) des ausgefallenen, gelben Feststoffes.

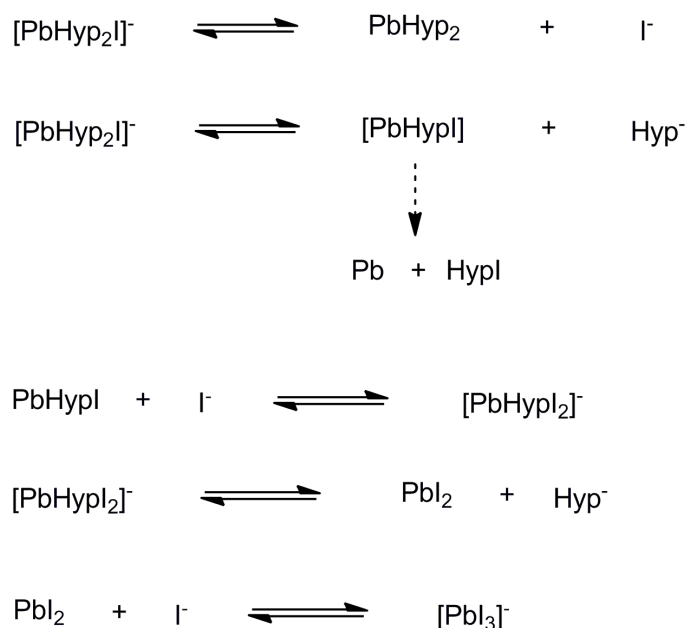
Die Tatsache, dass sowohl ein monosilyliertes als auch ein bissilyliertes Cobaltoceniumsalz entstehen, spricht für eine Protonenabstraktion an je einer Methylgruppe der Pentamethylcyclopentadienid-Liganden und anschließenden elektrophilen Angriff durch eine elektrophile Hypersilylverbindung, wie z.B. Hypersilyliodid (**Abb. B.75**).



**Abb. B.75:** Mechanismus zur Bildung des hypersilylsubstituierten Co(III)-Salzes.

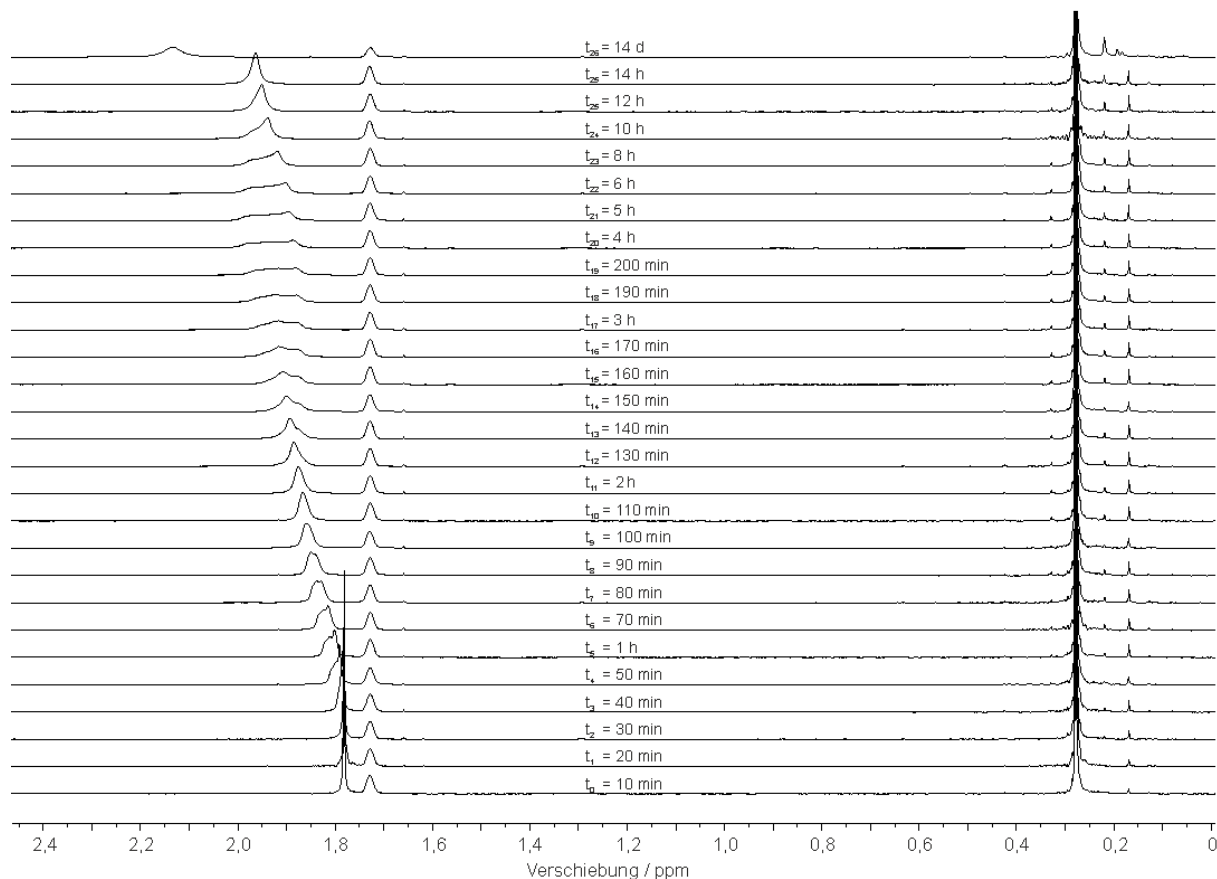
Folglich muss bei der Zersetzung von des  $\text{PbHyp}_2\text{I}$ -Anions das starke Nucleophil  $[\text{Hyp}]^-$  entstehen. Dessen Bildung kann über folgende Gleichgewichte erklärt werden (**Abb B.76**):

B. Gang der Untersuchung



**Abb B.76:** Zerfall von  $[\text{PbHyp}_2]^-$  und Entstehung möglicher Plumbate.

Eine  $^1\text{H}$ -NMR-Kinetik Messung zeigt, dass sich die Cp\*-Protonenresonanz in einer Lösung von **5c** mit der Zeit stärker zu tieferem Feld verschiebt (von  $\delta = 1,78$  bis 2,13 ppm) (**Abb. B.77**).



**Abb. B.77:** Kinetische  $^1\text{H}$ -NMR-Messung bei der Zersetzung von **5c**.

Besonders auffällig ist die deutliche Verbreiterung des Signals, während die Resonanz der Hypersilylgruppe ( $\delta = 0,28$  ppm) nahezu unverändert bleibt.

Die Bildung von Hypersilyliodid lässt sich in der Reaktionslösung durch  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Messung anhand seiner charakteristischen Verschiebungen der Siliciumatome ( $-13,9$  ppm für die peripheren Si-Atome,  $-57,8$  ppm für das zentrale Si-Atom aus einer eingeeengten Reaktionslösung in Benzol- $d_6$ ) nachweisen.

In einer parallel angesetzten Probe aus **5c** in Acetonitril konnten geringe Mengen an  $\text{CoCp}^*\text{PbI}_3$  (**5e**) röntgendiffraktometrisch identifiziert werden. In THF war die Bildung von **5e** bislang nicht festgestellt worden. Man stellt außerdem fest, dass die Zersetzung von **5c** in Acetonitril langsamer abläuft als in THF. Die erwähnten Befunde lassen darauf schließen, dass die Gleichgewichtsreaktionen abhängig vom Lösungsmittel sind.

Alle Decamethycobaltocenium-Salze und ihre Derivate sind farbige Verbindungen, **5b**, **5f**, **5g** sowie auch  $\text{CoCp}^*_2\text{PF}_6$  zeichnen sich durch einen gelben Farbton aus. Die Plumbate, **5c** bis **5e**, sind dagegen tiefrote bis purpurne Verbindungen.

Verbindung **5c** ist im festen Zustand bei Temperatur unter  $-60$  °C unbegrenzt haltbar, in Lösung dagegen tritt bei dieser Temperatur eine langsame Zersetzung ein.

### Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5f**

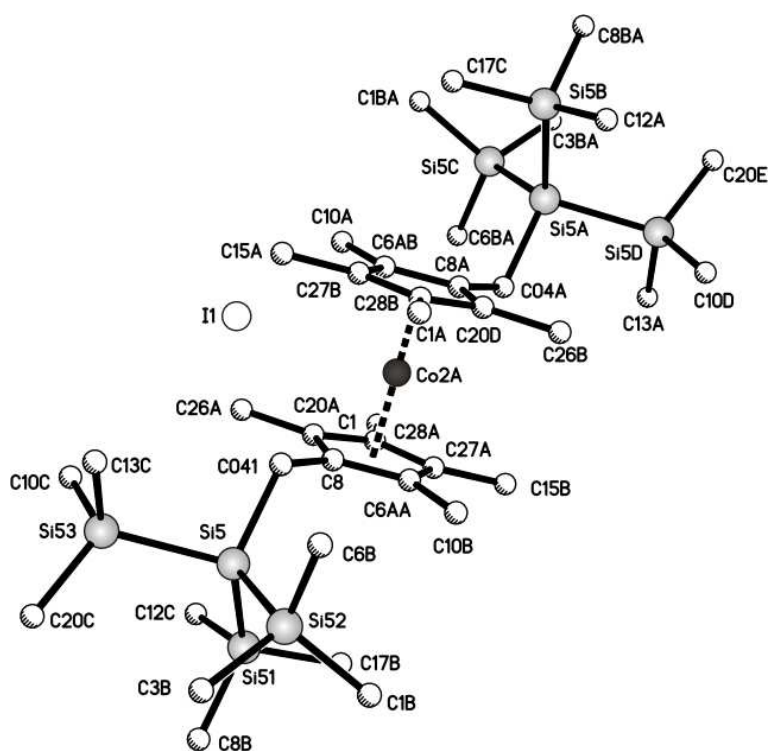
|                         |   |                            |                 |
|-------------------------|---|----------------------------|-----------------|
| <b>Summenformel</b>     | $\text{C}_{38}\text{H}_{82}\text{Si}_8\text{CoI}$ | <b>Z</b>                   | 2               |
| <b>Molmasse [g/mol]</b> | 949,59  | <b>Daten/Parameter</b>     | 12605 / 463     |
| <b>Temperatur [K]</b>   | 173(2)  | <b>GOF</b>                 | 1,031           |
| <b>Kristallsystem</b>   | triklin   | <b>R1</b>                  | 0,0454 / 0,0679 |
| <b>Raumgruppe</b>       | $P\bar{1}$  | <b>wR2</b>                 | 0,1196 / 0,1326 |
| <b>Metrik [Å, °]</b>    |   |                            |                 |
| <b>a</b>                | 9,4124(14)  | <b><math>\alpha</math></b> | 73,066(5)       |
| <b>b</b>                | 17,039(3)   | <b><math>\beta</math></b>  | 90              |
| <b>c</b>                | 17,415(3)   | <b><math>\gamma</math></b> | 90              |

**Tab. B.27**      *Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5f**.*

Verbindung **5f** kristallisiert aus einer Reaktionslösung von Verbindung **5c** in THF bei Raumtemperatur nach ca. zwei Monaten in Form von gelben Nadeln aus (**Abb. B.78**).

Die Abstände zwischen Cobaltion und den Kohlenstoffatomen des Cyclopentadienid-Rings betragen durchschnittlich 2,06 Å und weisen keine Besonderheiten auf. Die Kohlenstoff-Silicium-Bindungslängen liegen bei 1,96 Å und sind etwas länger als beispielsweise diejenige im von *Maitlis et al.* synthetisierten Iridium-Komplex [(1,3-C<sub>5</sub>Me<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>SiMe<sub>3</sub>)Ir(CO)Me(Cl)]<sup>[83]</sup>, was an dem erhöhten Raumbedarf der Hypersilylgruppen gegenüber den Trimethylsilylgruppen liegt.

Ähnlich verhält es sich mit den C-C-Si-Bindungswinkeln, die durchschnittlich 116,2 ° betragen. Die Hypersilylgruppen sind in dem genannten Winkel von den Ebenen der Cyclopentadienid-Ringe weggerichtet.



|          |                         |               |                         |
|----------|-------------------------|---------------|-------------------------|
| C04?-Si? | 1,957(4), 1,960(4)      | C?-C??-Si?    | 116,2(2), 116,2(3)      |
| Si?-Si?? | 2,3581(15) – 2,3971(15) | C??-Si?-Si??  | 102,06(12) – 115,87(12) |
| Co-C     | 2,053(4) – 2,077(3)     | Si??-Si?-Si?? | 108,39(6) – 111,17(6)   |

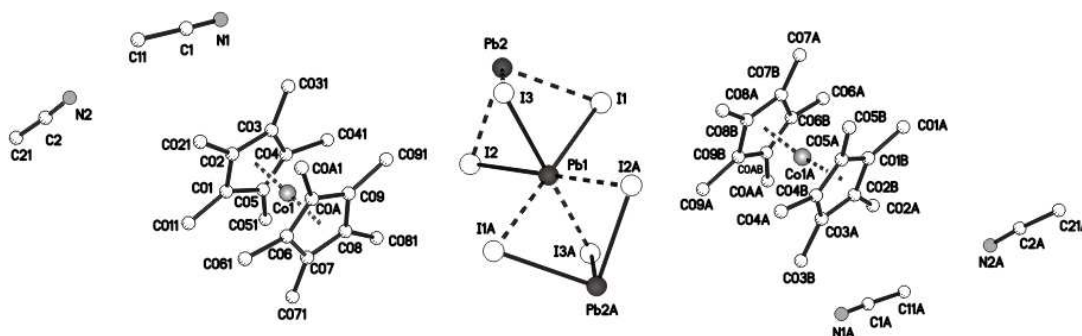
**Abb. B.78:** Struktur mit ausgewählten Parametern [Å, °] von Verbindung **5f**.

Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5e**

|                  |                          |                 |                 |
|------------------|--------------------------|-----------------|-----------------|
| Summenformel     | $C_{24}H_{36}CoI_3N_2Pb$ | Z               | 4               |
| Molmasse [g/mol] | 999,37                   | Daten/Parameter | 12605 / 463     |
| Temperatur [K]   | 173(2)                   | GOF             | 1,031           |
| Kristallsystem   | triklin                  | R1              | 0,0568 / 0,0734 |
| Raumgruppe       | $P\bar{1}$               | wR2             | 0,3069 / 0,1236 |
| Metrik [Å, °]    |                          |                 |                 |
| a                | 7,777(2)                 | $\alpha$        | 90              |
| b                | 24,813(3)                | $\beta$         | 92,780(11)      |
| c                | 15,664(4)                | $\gamma$        | 90              |

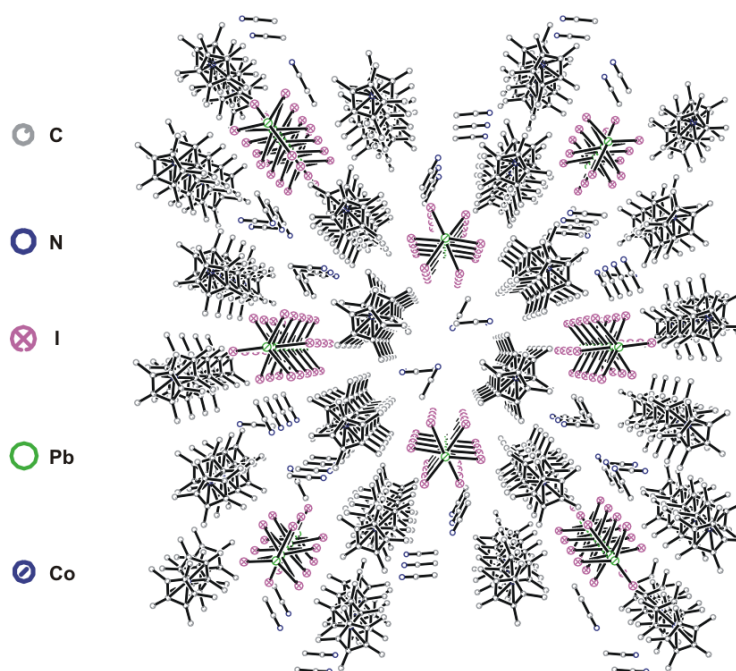
**Tab. B.28:** Ausgewählte Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5e**.

Verbindung **5e** kristallisiert aus einer Acetonitril-Lösung bei  $-30\text{ °C}$  in Form von roten Würfeln aus. Es kokristallisieren in der Einheit zwei Moleküle Acetonitril. **Abb. B.79** zeigt die räumliche Anordnung von zwei  $[CoCp^*_2(PbI_3)]$ -Einheiten mit den Lösungsmittelmolekülen. Alle Bleiatome sind insgesamt von sechs Iodatomen umgeben, was eine oktaedrische Geometrie des polymeren  $(PbI_3)_\infty$ -Anions hervorruft.



**Abb. B.79:** Anordnung von Kationen und Anionen in Verbindung **5e**. Die hier wiedergegebenen drei Blei- und sechs Iodatome sind Bestandteile eines polymeren  $(PbI_3)_\infty$ -Anions.

In der Kristallpackung sind die  $PbI_3$ -Anionen,  $CoCp^*_2$ -Kationen und die Solvenzmoleküle zu Strängen entlang der kristallographischen c-Achse angeordnet (**Abb. B.80**).



**Abb. B.80:** Projektion der Kristallpackung von Verbindung **5e** entlang der kristallographischen *a*-Achse.

Bei der Stapelung ist jeder Anionenstrang von vier Kationen und zwei Lösungsmittelsträngen umgeben, während um den Kationenstrang zwei Anionen- und drei Solvenzsträngen angeordnet sind. Eine zusätzliche Stabilisierung erfährt der Kristallverbund durch die Lösungsmittelmoleküle. Die Acetonitril-Moleküle sind so ausgerichtet, dass die Stickstoffatome mit den Wasserstoffatomen der Methylgruppen des Kations Brücken bilden können. Der Abstand des Stickstoffatoms zum nächsten Wasserstoffatom der Methylgruppen im Kation beträgt 2,74 Å.

Der Pb-I-Bindungsabstand beträgt durchschnittlich 3,224 Å und deckt sich mit den Pb-I-Längen von literaturbekannten Triiodplumbate, wie z.B.  $\text{Me}_4\text{NPbI}_3$  <sup>[84]</sup>. Der kürzeste Abstand zwischen dem Iodatome des Anions und der Methylgruppe des Kations beträgt 3,28 Å.

Die I-Pb-I-Winkel liegen durchschnittlich bei 87,2 bzw. 92,8 ° und repräsentieren die Punktsymmetrie  $\bar{3}$ . Die Pb-I-Pb-Winkel betragen im Schnitt 74,13° und weisen keine Besonderheiten auf.

# C Experimenteller Teil

## C.1 Allgemeines

Alle Experimente wurden in modifizierten Schlenk-Apparaturen in einer trockenen Argonatmosphäre (Reinheit: 99,998% - „Argon 4.8“) durchgeführt. Zur Probenpräparation für spektroskopische Untersuchungen wurde alternativ eine Glovebox der Firma M.Braun mit Stickstoff (Reinheit: 99,999% - „Stickstoff 5.0“) als Schutzgas verwendet.

### *Verwendete Chemikalien und Lösungsmittel*

Die verwendeten Lösungsmittel wurden unter wasser- und sauerstofffreien Bedingungen absolutiert. Zum Trocknen wurde für Tetrahydrofuran (THF), Toluol und Benzol Kalium, für *n*-Pentan, Diethylether und Dimethoxyethan (DME) Lithiumaluminiumhydrid, für Ethanol Magnesium und für chlorierte Aliphaten und Nitrile, wie z.B. Chloroform oder Acetonitril, Calciumhydrid verwendet.

Die zur Synthese eingesetzten Chemikalien, wie z.B. Halogensilane oder halogensubstituierte Aryle, wurden über den kommerziellen Chemikalienhandel bezogen, ihre Reinheitsgrade betragen mindestens 97%. Chemikalien im flüssigen Aggregatzustand wurden bei Bedarf mittels der *Freeze-Pump-Thaw*-Methode vom Sauerstoff befreit und zum Trocknen über ausgeheiztes Molekularsieb (Porengröße 3 Å oder 4 Å) gelagert.

Wasserfreies Cobalt(II)chlorid für die Darstellung von Decamethylcobaltocen wurde durch Trocknung von Cobalt(II)chlorid Hexahydrat mit Thionylchlorid dargestellt <sup>[85]</sup>.

### *NMR-spektroskopische Untersuchungen*

Die NMR-spektroskopischen Messungen in Lösungen wurden nach der Fourier-Transform-Methode mit dem Spektrometer DRX 400 der Firma Biospin durchgeführt. Durch eine technische Umstellung der Larmorfrequenzen wurden pro Kern (mit

Ausnahme von  $^{119}\text{Sn}$ ) – abhängig vom Messdatum – zwei verschiedene Messfrequenzen verwendet:

|                     |                            |
|---------------------|----------------------------|
| $^1\text{H}$ :      | 400,31 MHz bzw. 400,13 MHz |
| $^{13}\text{C}$ :   | 100,66 MHz bzw. 100,61 MHz |
| $^{19}\text{F}$ :   | 376,67 MHz bzw. 376,50 MHz |
| $^{29}\text{Si}$ :  | 79,53 MHz bzw. 79,79 MHz   |
| $^{31}\text{P}$ :   | 162,05 MHz bzw. 161,97 MHz |
| $^{119}\text{Sn}$ : | 149,28 MHz                 |

Ein positives Vorzeichen für  $\delta$  steht für eine Verschiebung zu tiefem Feld. Als Referenzsubstanz für die chemischen Verschiebungen in den  $^1\text{H}$  und  $^{13}\text{C}$ -Spektren wurde – wenn nicht anders angegeben – Hexadeuterobenzol  $\text{C}_6\text{D}_6$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 7,15$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 128,02$  ppm, bezogen auf Tetramethylsilan (TMS) mit  $\delta = 0$  ppm) verwendet<sup>[86]</sup>. In Fällen, bei denen sich Substanzen nicht in Benzol lösten, wurde auf andere deuterierte Lösungsmittel zurückgegriffen, wie z.B. Aceton- $\text{d}_6$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 2,05$  ppm,  $^{13}\text{C} = 30,83$  ppm), DMSO- $\text{d}_6$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 2,50$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 39,43$  ppm), THF- $\text{d}_8$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 1,73$ ;  $3,58$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 25,2$ ;  $67,4$  ppm), Acetonitril- $\text{d}_3$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 1,94$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 1,39$ ;  $118,4$  ppm) oder auch Methanol- $\text{d}_4$  ( $^1\text{H}$ :  $\delta = 3,31$ ;  $4,87$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $49,15$  ppm). Für Messung von  $^{29}\text{Si}$ -Spektren wurde TMS, für  $^{119}\text{Sn}$ -Spektren Tetramethylzinn als externe Standardreferenz benutzt.

Für die Multiplizität der Resonanzsignale wurden folgende Abkürzungen benutzt: s = Singulett, d = Dublett, t = Triplett, br = breites Signal. Des Weiteren beobachtet man in einigen Fällen Hyperfeinkopplungen, wie z.B. dd = Dublett vom Dublett (Hyperfeinaufgespaltenes Triplett). Für höhere oder nicht klar definierbaren Multiplizitäten wurde die Abkürzung m = Multiplett verwendet. Zur Charakterisierung der Protonen bzw. Kohlenstoffatomen von Aromaten werden folgende Termini verwendet:  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}$  für Protonen in ortho-Stellung,  $m\text{-CH}_{\text{Ph}}$  für Protonen in metha-Stellung,  $p\text{-CH}_{\text{Ph}}$  für Protonen in para-Stellung. Die Kopplungskonstanten ( $^X J_{Y-Z}$ ) werden in Herz (Hz) angegeben ( $X = 1,2,3,4$ ;  $Y,Z = \text{NMR-aktives Isotop}$ ), bei nicht bekannten Kopplungen werden die Indizes weggelassen. Protonenkoppelte Messungen erhalten die Angabe „ $\{^1\text{H}\}$ “.

Die Festkörper-NMR-Spektren (CP/MAS-NMR) wurden an einem Bruker Avance DSX 400 MHz mit einem 4 mm 3-Kanal-Probenkopf von Bruker gemessen. Es wurden folgende Messfrequenzen verwendet:



|                     |            |
|---------------------|------------|
| $^1\text{H}$ :      | 399,87 MHz |
| $^{13}\text{C}$ :   | 100,55 MHz |
| $^{29}\text{Si}$ :  | 79,44 MHz  |
| $^{119}\text{Sn}$ : | 149,12 MHz |

Die Proben wurden fein gemörsert und in einem 4mm Teflonrotor abgefüllt, welche auf eine Rotationsgeschwindigkeit bis zu 10 kHz beschleunigt wurden. Für  $^{13}\text{C}$ -CP/MAS-NMR-Spektren wird als sekundärer Standard Adamantan ( $\delta = 29,5; 38,5$  ppm), für  $^{29}\text{Si}$ -CP/MAS-NMR Tetrakis(trimethylsilyl)silan ( $\delta = -9,7$  ppm für das zentrale Siliciumatom) und für  $^{119}\text{Sn}$ -CP/MAS-NMR Tetracyclohexylstannan ( $\delta = 97,0$  ppm) verwendet.

Zur Auswertung der NMR-Spektren wurde die Software MestReNova der Firma Mestrelab Research S.L. herangezogen.

## Kristallstrukturanalyse

Die Vorbereitung der zu analysierenden Kristalle erfolgte mithilfe einer Tieftemperatureinheit X-Temp 2 <sup>[87]</sup> bei  $-10$  °C bis  $-70$  °C unter Verwendung von Polyfluoralkylether der Viskosität 7 cStokes (Firma ABCR). Bei Temperaturen über  $0$  °C wurde Parathon-N mit der Viskosität 637 cStokes (Firma Hampton Research) verwendet.

Die Messungen wurden mit einem Bruker SMART CCD Drei-Kreis-Diffraktometer, ausgerüstet mit einem CCD Detektor des Typs Bruker SMART CCD 1k bzw. Bruker APEX II und Tieftemperatureinheit ( $-100$  °C), ausgeführt. Für Messungen mit dem letztgenannten Detektor wurden immer vier CCD-Elemente (d.h. zwei horizontal und zwei vertikal) zu einer virtuellen Zelle zusammengefasst. Somit konnten Belichtungs-/ Messzeiten ohne signifikante Ortsauflösungsverluste deutlich verkürzt werden. Als Messstrahlung diente eine  $\text{Mo}/\text{K}_\alpha$ -Strahlung mit einer Wellenlänge von  $\lambda = 71,073$  nm. Die Intensitätsdaten konnten mithilfe der Programmpakete SMART <sup>[88]</sup> und SAINT 6.1 <sup>[89]</sup> (CCD 1k) bzw. APEX II <sup>[90]</sup> gesammelt und ausgewertet werden.

Die Kristallstrukturen wurden nach Durchführung von Lorentz- und Polarisationskorrektur mit direkten Methoden sowie Differenz-Fourier-Analyse und Verfeinerung der Orts- und Auslenkungsparameter gegen  $F_0^2$  (SHELXTL-

Programmpaket [91]) gelöst. Das Programm MULABS führte die empirischen Absorptionskorrekturen über Intensitäten symmetrieäquivalenter Reflexe.

Die Gütefaktoren berechnen sich wie folgt:

$$R1 = \frac{\sum |F_o - F_c|}{\sum |F_o|}; \quad wR2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}} \quad \text{mit} \quad w^{-1} = \sigma^2(F_o^2) + (a \cdot P)^2 + b \cdot P$$

$$\text{und} \quad P = \frac{1}{3} \max(0, F_o^2) + \frac{2}{3} F_c^2 \quad a, b \text{ wurden verfeinert.}$$

$$GOF = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{N_o - N_P}}; \quad N_o: \text{Anzahl der zur Verfeinerung verwendeten Reflexe.}$$

$N_P$ : Anzahl der Parameter.

Es werden jeweils die  $R1$ - und  $wR2$ -Werte für alle Reflexe und für Reflexe, die dem Kriterium  $F_o > 2\sigma(F_o)$  genügen, angegeben. Sofern nichts Abweichendes angegeben wird, wurden die Schweratome anisotrop, frei verfeinert und die Wasserstoffatome isotrop, reitend verfeinert. Bei der Verfeinerung von Lagefehlordnungen mittels Splitt-Modellen wurden in der Regel Restriktionen wie SAME, SADI, DELU, SIMU etc. verwendet. Die verwendeten anisotropen Auslenkungsparameter (siehe Abschnitt **E.4**) beziehen sich auf folgenden Ausdruck:

$$\exp(-2\pi(U_{11} \cdot h_*^2 + \dots + 2 \cdot U_{23} \cdot k \cdot l \cdot b_* \cdot c_*))$$

Der in den Tabellen angegebene äquivalente Auslenkungsparameter  $U_{eq}$  berechnet sich als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors. Auf die Auflistungen der anisotropen Temperaturfaktoren sowie die Si- bzw. C-gebundenen Wasserstoffatomen wurde aus Platzgründen verzichtet.

## Massenspektroskopie

Für mäßig luftempfindliche bis luftunempfindliche Substanzen erfolgt die massenspektroskopische Messung (ESI) mit einem Spektrometer der Firma Finnigan MAT 8200 (Ionisierungsenergie 70 eV, Beschleunigungsspannung 5 kV). Für FD-Messung

Für die massenspektroskopischen Untersuchungen von luft- und wasserempfindlichen Substanzen bietet sich eine neuartige Erweiterung der Feld-

Desorption-Massenspektroskopie (FD-MS) an, der sogenannten LIFDI-Methode (Liquid Injection Field Desorption/Ionization) [77]. Die Probe wird mit einem geeigneten Lösungsmittel verdünnt (Größenordnung der Konzentration ca. 1 mg/mL) und durch eine Vakuumvorrichtung in das Spannungsfeld injiziert.

## *ESR-Spektroskopie*

Die ESR-Proben wurden unter Schutzgas in Quarzkapillaren (Durchschnitt 4mm) abgefüllt (Volumen ca. 100  $\mu$ l) und mit einer Abdichtmasse (Critoseal) versiegelt. Alternativ wurde die Kapillare mit einem Wasserstoff/Acetylen-Brenner abgeschmolzen.

CW-ESR-Messungen erfolgten an einem Miniscope MS300 Spektrometer (Firma Magnetech) mit Rechteckresonator (TE 102) bei Temperaturen zwischen 193 K und 393 K, welche mit einem Temperature Controller TC H02 eingestellt wurden. Die X-Band-Frequenz betrug ca. 9,4 GHz.

Zur genaueren Analyse der g- und Hyperfeintensoren wurden die Spektren mit dem MATLAB-basierten Programmpaket „EasySpin“ (ETH Zurich) simuliert [92].

## *<sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie*

Zinnhaltige Proben wurden zusätzlich mit Hilfe der <sup>119</sup>Sn-Mößbauer-Spektroskopie analysiert. Als radioaktive Zinnquelle dient <sup>119m</sup>Sn in einer kubischen Ca<sup>119m</sup>SnO<sub>3</sub>-Matrix (Perovskit-Struktur) mit einer Resonanzenergie von 23,88 keV, einer Aktivität von 10 mCi und einer Halbwertsbreite von 0,313 mm/s [93]. Die Perovskit-Struktur von Ca<sup>119m</sup>SnO<sub>3</sub> verursacht keine Quadrupolaufspaltung, die Absorption von  $\gamma$ -Strahlen ist in der kubischen Matrix klein und besitzt einen großen Debye-Waller-Faktor, d.h. eine hohe Wahrscheinlichkeit des Mößbauer-Effektes. Zur Unterdrückung des Untergrundes von 25,04 keV wurde ein Filter, bestehend aus einer 100  $\mu$ m dicken Palladium-Folie, mit einer charakteristischen Absorption von 24,35 keV eingesetzt [66]. Die Signale werden mit einem 1 mm dicken Szintillationsdetektor (NaI/Tl) erfasst. Die Kühlung auf 80 K wird mit einem Durchflusskryostat erreicht. Luftempfindliche Substanzen wurden in einer Glovebox mit inerter Atmosphäre in einem luftdichten

Probenhalter aus Plexiglas® abgefüllt. Die Proben werden – wenn nichts anderes vermerkt – im Transmissions-Modus bei 80 K vermessen.

Für die Eichung des Geräts erfolgte eine Kalibrierung mit  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$  als Mößbauerquelle und  $\alpha\text{-Fe}$  als Standardabsorber, dessen Linienparameter bekannt sind und dessen Isomeriverschiebung als 0 mm/s definiert wurde. Mit Hilfe der äußeren Sextettlinien des  $\alpha\text{-Fe}$  werden die relativen Abstände der Messkanäle bestimmt und als Eichfaktor pro Kanal in mm/s in der Auswerte-Software „Lorenzian“ verwendet. Eine zusätzliche Messung von  $\beta\text{-Sn}$  gegenüber  $\text{Ca}^{119\text{m}}\text{SnO}_3$  wurde vorgenommen ( $\delta = 2,6546$  mm/s), um den absoluten Nullpunkt mit der Literaturangabe von  $\delta = 2,56$  mm/s zu bestimmen. Als Differenz ergibt sich eine Verschiebung von 0,0946 mm/s.

Die Auswertung erfolgt der Mößbaueranalyse-Software „Recoil“ [94] Angegeben werden Isomerieverschiebungen (IS, in mm/s) sowie Quadrupolaufspaltung (QS, in mm/s). Als Standard wird Zinn(IV)-dioxid (IS = 0,00 mm/s) und metallisches Zinn (Modifikation:  $\beta\text{-Sn}$ , IS = 2,56 mm/s relativ zu  $\text{SnO}_2$ ) verwendet.

## C.2 Synthesen und spektroskopische Daten

### C.2.1 Darstellung der Vorstufen

#### C.2.1.1 Kaliumsilanide und Silane (I – V)

Kaliumsilanide und Silane werden allgemein nach Literaturvorschrift hergestellt <sup>[95]</sup>. Die Kaliumsilanide werden in einer Reaktion aus deren Silanen und Kalium-tert.-butoxid (Überschuss ca. 2 – 5%) in THF bei Raumtemperatur dargestellt. Allgemein ist die Reaktion nach ca. zwei Stunden beendet, kann aber bei sterisch anspruchsvolleren Gruppen, wie etwa  $\text{KSi}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3$  (III) bis zu fünf Tage dauern. Anschließend entfernt man das Lösungsmittel bis zur Trockne. Für den Einsatz zur Herstellung derivatisier Silane genügen THF-solvatisierte Silanide. Zur Darstellung basenfreier Silanide wird eine Modifikation der Synthesevorschrift nach *Becker* angewendet <sup>[18]</sup>. Die Lösung wird fast komplett trocken gezogen und mit wenig *n*-Pentan aufgeschlämmt. Die Suspension wird im dynamischen Vakuum fast vollständig entfernt. Diese Prozedur wird insgesamt dreimal durchgeführt. Dann wird der Feststoff mindestens drei Tage im Hochvakuum bei 38 °C getrocknet. Anschließend wird der Feststoff in *n*-Pentan aufgeschlämmt, die überstehende Lösung abpipettiert und der Rückstand im Hochvakuum für 2 h getocknet.

#### *Kaliumhypersilanid (I)*

Tetrakis(trimethylsilyl)silan (29,13 g; 90,8 mmol) und Kalium-tert.-butoxid in 200 mL THF. Entfernung des THFs: 5 Tage. Man erhält basenfreies Kaliumhypersilanid als einen grauen pyrophoren Feststoff.

Ausbeute: 21,53 g (75,2 mmol; 83% d. Th.), M = 286,75 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,57 ppm [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>].

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 7,3 ppm [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = -5,8 [\text{Si}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3], -184,6 [\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3] \text{ ppm.}$$

### *Triisopropylsilylhypersilan (II)*

Triisopropylchlorsilan (7,38g; 38,2 mmol) in 50 mL Toluol.

Kaliumsilanid (10,92 g; 38,1 mmol) in 50 mL Toluol.

Ausbeute: 14,45 g (35,6 mmol; 93% d. Th.), M = 405,01 g/mol.

**$^1\text{H}$ -NMR** (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 0,34 [\text{s}, \text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3, 27 \text{ H}], 1,19 [\text{d}, \text{CH}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2, 18 \text{ H}], 1,29 [\text{m}, \underline{\text{C}}\text{HMe}_2, 3 \text{ H}] \text{ ppm.}$$

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 4,3 [\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3], 14,9 [\text{CH}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2], 20,5 [\underline{\text{C}}\text{HMe}_2] \text{ ppm.}$$

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 14,1 [\underline{\text{Si}}^i\text{Pr}_3], -9,8 [\text{Si}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3], {}^1J_{\text{Si-C}} = 38,8 \text{ Hz}, -136,0 [\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3] \text{ ppm.}$$

### *{THF}<sub>0,15</sub>KSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub> (III)*

(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub> (16,56 g; 40,93 mmol) und Kalium-tert.-butoxid (4,63 g; 41,26 mmol) in 250 mL THF. Reaktionsdauer: 5 Tage. Man erhält einen Feststoff mit der Zusammensetzung {THF}<sub>0,15</sub>KSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>.

Ausbeute: 14,07 g (36,8 mmol), M = 381,74 g/mol.

**$^1\text{H}$ -NMR** (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 0,57 [\text{s}, \text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3, 18 \text{ H}], 1,37 [\text{m}, \text{THF}, 0,62 \text{ H}], 1,44 [\text{m}, \text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2)_3, 21 \text{ H}, \text{Signale überlagert}], 3,45 [\text{m}, \text{THF}, 0,62 \text{ H}] \text{ ppm.}$$

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (100,61 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 8,4 [\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3], 15,7 [\text{Si}\underline{\text{C}}\text{HMe}_2], 21,8 [\text{Si}(\text{CH}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2)], 25,6 [\text{THF}], 67,8 [\text{THF}] \text{ ppm.}$$

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 21,2 [\underline{\text{Si}}^i\text{Pr}_3], -6,8 [\text{Si}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3], {}^1J_{\text{Si-C}} = 38,8 \text{ Hz}, -193,9 [\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3] \text{ ppm.}$$

### *Tert.-butyldimethylsilylhypersilan (IV)*

KHyp (28,00 g; 70,9 mmol; THF-Gehalt: 1,5 eq.) in 120 mL Toluol

Tert.-butyldimethylchlorsilan (10,74 g; 71,3 mmol) in 80 mL Toluol

Ausbeute: 21,50 g (59,2 mmol; 84% d. Th.), M = 362,93 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,22 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu, 6 H], 0,31 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 27 H], 0,99 [s, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 21 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = -0,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], 3,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, J<sub>C-Si</sub> = 44,4 Hz], 18,9 [CMe<sub>3</sub>], 28,4 [C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 4,9 [SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], -9,8 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], -136,8 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

### *KSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu (V)*

Kaliumtert.-butoxid (3,67 g; 32,7 mmol) und Triisopropylhypersilan (11,86 g; 32,6 mmol) in 100 mL THF. Reaktionsdauer: Einen Tag. Man erhält einen leicht braunen Feststoff (basenfrei).

Ausbeute: 10,25 g (31,2 mmol; 95 % d. Th.), M = 328,83 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,56 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu, 6 H], 0,58 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 1,25 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 9 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 1,9 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], 7,9 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], 18,9 [SiCMe<sub>3</sub>], 29,1 [Si(C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 9,7 [SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], -5,5 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], -191,8 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] ppm.

## C.2.1.2 Organometallische Übergangsmetallhydride und ihre Liganden

### *Natriumcyclopentadienid (VI)*

Die Umsetzung von Dicyclopentadien mit Natrium erfolgt nach bekannter Synthesevorschrift <sup>[96]</sup>. Man erhält **VI** in Form eines beigefarbenen, pyrophoren Feststoff.

Ausbeute: 28,58 g (0,32 mol; 95 % d. Th.), M = 88,08 g/mol.

### *Bis(cyclopentadienido)molybdändihydrid (VII)*

Die Synthese des Molybdän-Hydridkomplexes erfolgt nach Literaturvorschrift <sup>[97]</sup>, die Aufarbeitung des Produkts erfolgt nach einer arbeitskreisinternen Modifikation <sup>[50]</sup>. Eine effektivere Abtrennung der kolloidalen Reaktionssuspension erreicht man durch Überschichtung einer G4-Fritte mit einer 3 cm hohen Celite®-Schicht. Die Isolierung **VII** gelingt durch Kristallisation einer eingeeengten Toluol-Lösung bei  $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$  und anschließender Trocknung im Hochvakuum.

Ausbeute: 0,92g (4,0 mmol; 44 % d. Th.), M = 228,14 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 4,35$  [s, C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>, 10 H, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 177,1 Hz],  $-8,78$  [s, MoH<sub>2</sub>, 2 H,] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 71,5$  [C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>] ppm.

### *Bis(cyclopentadienido)wolframdihydrid (VIII)*

Die Darstellung entspricht der von Verbindung **VII**, für hohe Reinheitsansprüche wird das Produkt bei einer Temperatur von 100°C und einem Druck von 10<sup>-2</sup> mbar sublimiert.

Aubeute: 1,10 g (3,5 mmol; 12 % d. Th.), M = 316,05 g/mol.



**<sup>1</sup>H-NMR** (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 4,23$  [s, C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>, 10 H,  $^1J_{H-C} = 179,5$  Hz],  $-12,26$  [s, WH<sub>2</sub>, 2 H,  $^1J_{W-H} = 73,1$  Hz] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 71,6$  [C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>] ppm.

### 1,2,3,4,5-Pentamethylcyclopentadien (**IX**)

Die Darstellung des 1,2,3,4,5-Pentanmethylcyclopentadiens erfolgt in zwei Stufen nach Literaturvorschrift <sup>[98]</sup>. Die abschließende Vakuumdestillation des Produktes **IX** gelingt bei einer Temperatur von 40 °C und einem Druck von 2 mbar.

Ausbeute: 66 g (0,48 mol; 87 % d. Th., ausgehend von 2-Brom-2-buten), M = 136,26 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,98$  [d, HCCH<sub>3</sub>,  $^3J_{H-H} = 7,6$  Hz, 3 H], 1,73 [s, CMeH(C(CH<sub>3</sub>))<sub>2</sub>, 6 H], 1,78 [s, CMeH(C<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>)(C<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 6 H], 2,41 [m, MeCH, 1 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 11,2$  [CMeH(C(CH<sub>3</sub>))<sub>2</sub>], 11,6 [CMeH(C<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>)(C<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)], 14,3[HCCH<sub>3</sub>], 51,8 [CMeH], 134,4 [CMeH(C<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>)(C<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>)], 137,5 [CMeH(C<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>)] ppm.

### Decamethylcobaltocen (**X**)

Die Synthese des Decamethylcobaltocens erfolgt über eine zweistufige Reaktion nach Literaturvorschrift <sup>[99]</sup>. Die Sublimation erfolgt bei 125 °C und 10<sup>-2</sup> mbar.

Ausbeute: 1,47 g (77 % d. Th.), M = 329,39 g/mol.

*Spektroskopische Daten für [CoCp\*<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub> (1. Stufe):*

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,13 MHz, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO, 25°C):

$\delta = 1,83$  ppm ( $^1J_{H-C} = 128,3$  Hz).

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO, 25°C):

$$\delta = 1,68 \text{ ppm.}$$

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR (100,66 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$ , 25 °C):

$$\delta = -7,58 \text{ [s, } \text{C}_5(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_5\text{]; } -93,89 \text{ ppm } [\underline{\text{C}}_5\text{Me}_5\text{].}$$

$^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ -NMR (376,50 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , 25°C):

$$\delta = -73,05 \text{ [d, } ^1J_{\text{F-P}} = 707 \text{ Hz]} \text{ ppm.}$$

$^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ -NMR (376,67 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$ , 25°C)

$$\delta = -70,07 \text{ [d, } ^1J_{\text{F-P}} = 712 \text{ Hz]} \text{ ppm.}$$

$^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (161,97 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , 25°C):

$$\delta = -142,28 \text{ [qi, } ^1J_{\text{P-F}} = 707 \text{ Hz]} \text{ ppm.}$$

$^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (162,05 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$ , 25°C):

$$\delta = -144,22 \text{ [qi, } ^1J_{\text{P-F}} = 712 \text{ Hz]} \text{ ppm.}$$

MS (FD, 5 kV):

$$m/z (\%) = 330,92 (1,47), 329,91 (20,07), 328,9 (100) [\text{Cp}^*_2\text{Co}^+], 327,88 (2,6).$$

## C.2.1.2 Stannylene und Plumbylene

### $\text{Sn}[N(\text{SiMe}_3)_2]_2$ (XI)

Das aminosubstituierte Stannylene lässt sich in einer Metathese-Reaktion von Lithiumbis(trimethylsilyl)amid und Zinnhalogeniden darstellen <sup>[100]</sup>. Die Reinigung erfolgt durch Vakuumdestillation bei einem Druck von  $10^{-2}$  mbar bei 86 °C. Das Destillat lässt sich mit Hilfe von flüssigem Stickstoff in den festen Aggregatzustand überführen.

Ausbeute: 26,45 g (60,0 mmol, 86 % d. Th.), M = 439,47 g/mol.

$^1\text{H}$ -NMR (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 0,29 \text{ [s, } \text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3\text{]} \text{ ppm.}$$

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR (100,61 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = 5,7 \text{ [Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3\text{]} \text{ ppm.}$$

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$$\delta = -1,7 \text{ [Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3\text{]} \text{ ppm.}$$

$^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer (80 K,  $\text{SnO}_2$ ):

$$\delta = 2,8767(11) \text{ mm/s; } \Delta = 3,4313(42) \text{ mm/s}$$

***Pb[N(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> (XII)***

Die Synthese erfolgt auf analoge Weise wie Verbindung **XI**. Das flüssige Produkt wird bei einem Druck von 10<sup>-2</sup> mbar bei 81 °C destilliert. Das Destillat lässt sich mit Hilfe von flüssigem Stickstoff in den festen Aggregatzustand überführen.

Ausbeute: 70,91 g (13,2 mmol, 86 % d. Th.), M = 527,97 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,23 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 5,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR (79,49 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = -4,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

***Sn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]<sub>2</sub> (XIII)***

Diese Verbindung wird nach der Methode von *Klinkhammer*<sup>[2]</sup> in einer modifizierten Form dargestellt. Zu einer auf -80°C vorgekühlten Suspension aus basenfreiem **I** (5,30 g; 17,44 mmol) in 50 mL *n*-Pentan wird eine ebenfalls auf -10°C gekühlte Lösung aus **XI** (4,05 g; 9,22 mmol) in 75 mL *n*-Pentan unter starkem Rühren tropfenweise zugegeben. Das dunkelgrün gewordene Reaktionsgemisch wird 1,5 h unter -60 °C und anschließend 30 min bei -40°C gerührt. Die erhaltene, purpurne Lösung wird bei RT rasch vom unlöslichen Rückstand mittels einer G4-Fritte abfiltriert. Das Filtrat wird bei -30 °C auf etwa 20% des Volumens eingengt. Nach 16 h fallen braunschwarze Kristalle aus.

Ausbeute: 3,80 g (6,18 mmol; 67 % d. Th.), M = 614,00 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,42 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 4,0 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

<sup>119</sup>Sn-Mößbauer (80 K, SnO<sub>2</sub>):

δ = 2,263(11) mm/s; Δ = 1,587(20) mm/s

### $Pb[Si(SiMe_3)_3]_2$ (XIV)

Die Synthese erfolgt auf analoge Weise wie das Stannylen **XIII**.

Ausbeute: 9,76 g (13,9 mmol; 54 % d. Th.) M = 702,51 g/mol.

$^1H$ -NMR (400,31 MHz,  $C_6D_6$ , 25°C):

$\delta = 0,54$  [s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_3$ ] ppm.

$^{13}C\{^1H\}$ -NMR (100,66 MHz,  $C_6D_6$ , 25°C):

$\delta = 8,8$  [Si(C $\underline{H}$ ) $_3$ ] ppm.

MS (LIFDI, 10 kV):

$m/z$  (%) = 706,56 (1,79), 705,54 (8,39), 704,52 (35,32), 703,55 (51,46), 702,56 (100) [ $Pb(Si(SiMe_3)_3)_2$ ], 701,53 (39,33), 700,54 (26,30).

### $Sn[Si(SiMe_3)_2SiMe_2^tBu]_2$ (XV)

Die Synthese sterisch anspruchsvollerer Tetrylene erfolgt nach der Methode von Förster <sup>[13]</sup>. Verbindung **V** (4,27 g; 13,0 mmol) in 35 mL *n*-Pentan,  $Sn[N(SiMe_3)_2]_2$  (2,85 g; 6,5 mmol) in 75 mL *n*-Pentan.

Ausbeute: 4,04 g (5,8 mmol; 89 % d. Th.), M = 698,16 g/mol.

$^1H$ -NMR (400,31 MHz,  $C_6D_6$ , 25°C):

$\delta = 0,40$  [s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_2$  $^tBu$ , 12 H], 0,49 [s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_3$ , 36 H], 0,65 [s,  $SiMe_2C(CH_3)_3$ , 18 H] ppm.

$^{13}C\{^1H\}$ -NMR (100,66 MHz,  $C_6D_6$ , 25°C):

$\delta = 0,8$  [Si(C $\underline{H}$ ) $_2$  $^tBu$ ], 5,3 [Si(C $\underline{H}$ ) $_3$ ], 18,6 [SiCMe $_3$ ], 26,7 [C(C $\underline{H}$ ) $_3$ ] ppm.

$^{29}Si\{^1H\}$ -NMR (79,53 MHz,  $C_6D_6$ , 25°C):

$\delta = -45,7$  [SiSiMe $_3$ ], -3,1 [SiMe $_3$ ], 16,1 [SiMe $_2$  $^tBu$ ] ppm.

$^{119}Sn$ -Mößbauer (80 K,  $SnO_2$ ):

$\delta = 2,830(27)$  mm/s;  $\Delta = 4,818(57)$  mm/s

### $Sn[Si(SiMe_3)_2Si^iPr_3]_2$ (XVI)

Darstellung wie bei Verbindung **XV** mit Verbindung **III** als Ausgangssilanid.

Ausbeute: 2,55 g (3,3 mmol; 82 % d. Th.), M = 782,32 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,52 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 1,14 [d, 18 H], 1,27 [m, 3H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 5,13 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 5,4 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 16,2 [SiCHMe<sub>2</sub>], 21,1 [SiCHMe<sub>2</sub>], 21,2 [SiCHMe<sub>2</sub>] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = -33,4 [SnSi], -3,4 [SiMe<sub>3</sub>], 28,4 [Si'Pr<sub>3</sub>] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

δ = 2,8968(13) mm/s; Δ = 4,5197(27) mm/s

### *Pb[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si'Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> (XVII)*

Darstellung wie bei Verbindung **XVI** mit Verbindung **XII** als Ausgangstetralen.

Ausbeute: 5,50 g (6,3 mmol; 94 % d. Th.), M = 870,83 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,63 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 1,17 [d, (CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 18 H], 1,24 [m, Si(CHMe<sub>2</sub>)<sub>3</sub>, 3 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 9,8 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 18,5 [Si(CHMe<sub>2</sub>)<sub>3</sub>], 22,1 [Si(CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 8,2 [SiMe<sub>3</sub>], 30,6 [Si'Pr<sub>3</sub>], 180,3 [PbSi] ppm.

## C.2.2. Synthese von Halogentetranen

### C.2.2.1 Synthese der Stannane

#### *CISnHyp<sub>2</sub>Ph (1a)*

Eine Lösung aus **XIII** (2,02g; 3,3 mmol) in *n*-Pentan wird auf  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$  gekühlt und tropfenweise Chlorbenzol unter Lichtausschluss versetzt (0,60 mL; 0,54 g; 4,8 mmol). Man lässt das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur auftauen (gesamte Rührzeit 20 h) und entfernt das Lösungsmittel sowie überschüssiges Chlorbenzol im dynamischen Hochvakuum für weitere 18 h. Anschließend wird der braune Rückstand in wenig *n*-Pentan aufgenommen und langsam auf  $-85\text{ }^{\circ}\text{C}$  gekühlt. Nach ca. zehn Tagen bilden sich farblose Kristalle, welche vom Lösungsmittel abdekantiert und getrocknet werden.

Ausbeute: 0,63 g (0,9 mmol; 27 % d. Th.),  $M = 726,56\text{ g/mol}$ .

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,33$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>1</sup> $J_{H-C} = 117,0\text{ Hz}$ , 54 H], 7,08 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup> $J_{H-H} = 15,7\text{ Hz}$ , 1 H], 7,21 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup> $J_{H-H} = 14,5\text{ Hz}$ , 2 H], 7,87 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup> $J_{H-H} = 6,8\text{ Hz}$ , <sup>3</sup> $J_{H-Sn} = 45,7\text{ Hz}$ , 1 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 3,6$  [Hyp, <sup>2</sup> $J_{C-Si} = 12,8\text{ Hz}$ , <sup>1</sup> $J_{C-Si} = 45,9\text{ Hz}$ ], 128,3 [*p*-CH<sub>Ph</sub>], 128,7 [*m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup> $J_{C-Sn} = 41,2\text{ Hz}$ ], 135,8 [*o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>2</sup> $J_{C-Sn} = 50,6\text{ Hz}$ ], 147,0 [Sn-C] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -6,3$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $J = 8,5\text{ Hz}$ , <sup>1</sup> $J_{Si-C} = 41,2\text{ Hz}$ ],  $-98,1$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>1</sup> $J_{Si-Si} = 46,0\text{ Hz}$ , <sup>1</sup> $J_{Si-Sn} = 79,9\text{ Hz}$ ] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,6988(44)\text{ mm/s}$ ;  $\Delta = 2,5117(90)\text{ mm/s}$

#### *BrSnHyp<sub>2</sub>Ph (1b)*

Eine Lösung aus **XIII** (0,90 g; 1,47 mmol) in *n*-Pentan wird auf  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  gekühlt und tropfenweise mit Brombenzol unter Lichtausschluss versetzt (0,17 mL; mmol). Man lässt das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur auftauen, währenddessen fällt ein

farbloser Feststoff aus. Nach insgesamt 18 h wird der Feststoff abdekantiert und die überstehende Lösung im dynamischen Hochvakuum bis zur Trockne eingeeengt (mindestens 24 h).

Ausbeute: 0,85 g (1,10 mmol; 75 % d. Th.), M = 771,01 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,33$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 54H], 7,06 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,7 Hz, 1 H], 7,19 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 15,0 Hz, 2 H], 7,92 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 7,3 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Sn</sub> = 46,6 Hz, 1 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 3,6$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 12,2 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 128,6 [*p*-CH<sub>Ph</sub>], 128,7 [*m*-CH<sub>Ph</sub>], 136,3 [*o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 51,3 Hz], 144,6 [Sn-C] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -6,4$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, J = 9,7 Hz, <sup>1</sup>J<sub>Si-C</sub> = 46,0 Hz], -98,0 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>Si-Si</sub> = 48,4 Hz, <sup>1</sup>J<sub>Si-Sn</sub> = 71,5 Hz] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7304(20)$  mm/s;  $\Delta = 2,5523(49)$  mm/s

### *ISnHyp<sub>2</sub>Ph* (**1c**)

Eine Lösung aus **XIII** (1,08 g; 1,76 mmol) in *n*-Pentan wird auf -60 °C gekühlt und tropfenweise mit Iodbenzol unter Lichtausschluss versetzt (0,20 mL; 1,76 mmol). Man lässt das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur auftauen, währenddessen fällt ein farbloser Feststoff aus. Nach insgesamt 18 h wird der Feststoff abdekantiert und die überstehende Lösung im dynamischen Hochvakuum eingeeengt (mindestens 24 h). Zurück bleibt ein gelbliches Öl.

Ausbeute: 0,77 g (spektroskopischer Anteil: 75 % d. Th.), M = 818,01 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,35$  [s, Hyp, 54 H], 7,04 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,9 Hz, 1 H], 7,16 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,1 Hz, 2 H], 7,98 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 7,6 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Sn</sub> = 47,7 Hz, 1 H] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 3,7$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 12,2 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 128,6 [*p*-CH<sub>Ph</sub>], 128,7 [*m*-CH<sub>Ph</sub>], 137,2 [*o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 50,0 Hz], 137,6 [SnC] ppm.

<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -5,5$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, J = 9,7 Hz, <sup>1</sup>J<sub>Si-C</sub> = 48,4 Hz], -98,2 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>Si-Si</sub> = 48,4 Hz] ppm.

<sup>119</sup>Sn-Mößbauer (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7602(46)$  mm/s;  $\Delta = 2,337(15)$  mm/s

### *BrSn*[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub>Ph (**1d**)

Zu einer auf -55 °C gekühlten Lösung aus **XV** (1,56 g; mmol) wird tropfenweise Brombenzol hinzugefügt. Man lässt das Reaktionsgemisch auf RT kommen, dabei beobachtet man einen Farbumschlag von dunkelrot nach hellgelb. Nach 20 h wird das Lösungsmittel im dynamischen Vakuum entfernt, zurück bleibt ein orangener Feststoff. Nach Aufnahme in wenig *n*-Pentan und Lagern bei 4 °C erhält man farblose Kristalle.

Ausbeute: 1,85 g (2,16 mmol, 95 % d. th.), M = 855,17 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,35$  [s, SiMe<sub>3</sub> und SiMe<sub>2</sub> überlagert, <sup>2</sup>J<sub>H-C</sub> = 6,3, J = 13,7 Hz, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 25,8 Hz, 48 H], 0,37 [s, SiMe<sub>3</sub> und SiMe<sub>2</sub> überlagert, <sup>2</sup>J<sub>H-C</sub> = 6,3, J = 13,7 Hz, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 25,8 Hz, 48 H], 1,03 [s, <sup>t</sup>Bu, <sup>2</sup>J<sub>H-C</sub> = 6,3 Hz, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 25,8 Hz, 18 H], 7,07 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,7 Hz, 1 H], 7,19 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,9 Hz, 2 H], 8,00 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 8,0 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Sn</sub> = 43,9 Hz, 2 H] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,7$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 13,5 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 0,9 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 13,5 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 4,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 13,5 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 47,2 Hz] 19,6 [CMe<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 10,8 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 51,3 Hz], 28,9 [C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 128,6 [*m*-CPh, <sup>3</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 39,2 Hz], 128,7 [*p*-CPh, <sup>4</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 10,8 Hz], 137,1 [*o*-CPh, <sup>2</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 48,6 Hz], 145,4 [SnC, <sup>1</sup>J<sub>C-117Sn</sub> = 153,2 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-119Sn</sub> = 159,3 Hz] ppm.



**<sup>29</sup>Si{1H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 8,7$  [s, SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu,  $J = 7,3$  Hz,  $^1J_{Si-C} = 46,0$  Hz],  $-5,4$  [SiMe<sub>3</sub>,  $^1J_{Si-C} = 46,0$  Hz],  $-88,6$  [SnSi,  $^1J_{Si-Si} = 48,4$  Hz] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7253(24)$  mm/s;  $\Delta = 2,3880(47)$  mm/s

*ISn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub>Ph (1e)*

Eine auf  $-40$  °C gekühlte Lösung aus **XV** (0,95 g; 1,40 mmol) in 5,5 mL n-Pentan wird unter starkem Rühren und unter Lichtausschluss mit Iodbenzol (0,16 mL; 0,28 g; 1,40 mmol) versetzt und innerhalb von 2,5 h auf  $-20$  °C erwärmt. Dabei beobachtet man einen Farbumschlag von anfangs braun zu einem Gelb-grünlich. Man läßt das Reaktionsgemisch weitere 24 h auftauen und entfernt das Lösungsmittel im dynamischen Hochvakuum in einem Zeitraum von 24 h. Zurück bleibt ein orangegelber Feststoff.

Ausbeute: 1,03 g (1,15 mmol; 82 % d. Th), M = 902,17 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,36$  [s, (Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, beide Signal überlagert, 48 H], 1,02 [s, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H] 7,04 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{H-H} = 13,1$  Hz, 1 H], 7,15 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, 2 H], 8,07 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{H-H} = 7,0$  Hz,  $^3J_{H-Sn} = 44,5$  Hz, 2 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{1H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,8$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 0,9 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 4,7 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $^2J_{C-Si} = 12,3$  Hz,  $^1J_{C-Si} = 45,9$  Hz], 4,8 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $^2J_{C-Si} = 12,3$  Hz,  $^1J_{C-Si} = 45,9$  Hz], 19,8 [C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $J = 8,8$  Hz], 34,4 [CMe<sub>3</sub>], 128,6 [*p*-C<sub>Ph</sub>], 128,6 [*m*-C<sub>Ph</sub>], 138,0 [*o*-C<sub>Ph</sub>,  $^2J_{C-Sn} = 48,6$  Hz], 141,4 [SnC] ppm.

**<sup>29</sup>Si{1H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 8,6$  [SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu,  $J = 6,1$  Hz]  $-5,2$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>],  $-6,0$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>],  $-89,2$  [SnSi,  $J = 4,8$  Hz,  $^1J_{Si-Si} = 43,6$  Hz] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7603(47)$  mm/s;  $\Delta = 2,3010(89)$  mm/s

***BrSn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Ph (1f)***

Eine Lösung aus **XVI** (1,01 g; 1,29 mmol) in 6 mL Benzol wird auf 4 °C gekühlt und mit leichtem Überschuss an Brombenzol (0,20 mL; 1,90 mmol) unter Lichtausschluss versetzt. Man lässt das Reaktionsgemisch auf RT kommen, dabei ändert sich die Farbe von dunkelrot in orange. Nach 24 h wird das Lösungsmittel im dynamischen Hochvakuum entfernt. Man erhält einen gelbgrünen, öligen Rückstand.

Ausbeute: 0,88 g (0,93 mmol; 73 % d. Th.), M = 939,33 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,34$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $J = 6,2$  Hz, 18 H],  $0,47$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $J = 6,5$  Hz, 18 H],  $1,24$  [d, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  $^3J_{H-H} = 7,6$  Hz],  $1,27$  [d, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  $^3J_{H-H} = 7,6$  Hz],  $1,43$  [m, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  $^3J_{H-H} = 30,0$  Hz],  $7,07$  [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{H-H} = 14,7$  Hz, 1 H],  $7,18$  [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{H-H} = 15,3$  Hz, 2 H],  $8,02$  [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{H-H} = 8,9$  Hz,  $^3J_{H-Sn} = 42,1$  Hz, 2 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 5,1$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $^2J_{C-Si} = 12,2$  Hz,  $^1J_{C-Si} = 45,9$  Hz],  $5,4$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $^2J_{C-Si} = 12,2$  Hz,  $^1J_{C-Si} = 45,9$  Hz],  $16,1$  [CHMe<sub>2</sub>,  $^2J_{C-Si} = 10,8$  Hz,  $^1J_{C-Si} = 45,9$  Hz],  $21,0$  [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>],  $21,1$  [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>],  $128,5$  [*p*-CH<sub>Ph</sub>],  $128,6$  [*m*-CH<sub>Ph</sub>],  $137,5$  [*o*-CH<sub>Ph</sub>,  $^2J_{C-Sn} = 48,6$  Hz],  $146,2$  [SnC,  $^1J_{C-117Sn} = 118,8$  Hz,  $^1J_{C-119Sn} = 124,2$  Hz] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 17,2$  [Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>],  $-5,0$  [SiMe<sub>3</sub>],  $-5,8$  [SiMe<sub>3</sub>],  $-71,6$  [SnSi,  $J = 24,7$  Hz] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7620(40)$  mm/s;  $\Delta = 2,4332(87)$  mm/s

***ISn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Ph (1g)***

Eine Lösung aus **XVI** (1,19 g; 1,52 mmol) in 7 mL n-Pentan wird auf -5°C und mit 0,25 mL Iodbenzol versetzt und 20 min bei dieser Temperatur gerührt. Die anfangs rotbraune Lösung bekommt einen deutlichen Grünstich. Man lässt die Reaktionslösung auf Raumtemperatur kommen und rührt weitere 18 h, wobei die Lösung orange wird. Durch Lagern der Reaktionslösung bei -45°C fällt ein hellgelber Feststoff aus. Die überstehende Lösung wird bei -45°C abpipettiert und der Feststoff getrocknet. Bei Temperaturen über -20°C schmilzt der Feststoff.

Ausbeute: 1,20 g (1,22 mmol; 80% d. Th.), M = 986,33 g/mol.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,35 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 0,48 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 1,25 [d, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 7,6 Hz, 18 H], 1,27 [d, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 7,6 Hz, 18 H], 1,45 [m, CHMe<sub>2</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 29,9 Hz, 6 H], 7,04 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,7 Hz, 1 H], 7,16 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 8,2 Hz], 8,10 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 8,2 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Sn</sub> = 42,7 Hz, 2 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 5,2 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 13,5 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 5,5 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 12,2 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz] 16,2 [Si(CHMe<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Si</sub> = 12,2 Hz, <sup>1</sup>J<sub>C-Si</sub> = 45,9 Hz], 21,1 [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 21,2 [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 128,4 [*m*-C<sub>Ph</sub>], 128,5 [*p*-C<sub>Ph</sub>], 138,5 [*o*-C<sub>Ph</sub>, <sup>2</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 45,9 Hz], 142,2 [SnC, <sup>1</sup>J<sub>C-Sn</sub> = 112,0 Hz] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 17,5 [Si<sup>*i*</sup>Pr<sub>3</sub>], -4,2 [SiMe<sub>3</sub>], -5,6 [SiMe<sub>3</sub>, J = 6,8 Hz], -71,4 [SnSi, J = 21,3 Hz] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

δ = 1,7963(28) mm/s; Δ = 2,2842(45) mm/s

## C.2.2.2 Synthese von Distannanen

### 1,4-Bis(dihypersilylchlorostannyl)benzol (**2a**)

1,4-Dichlorbenzol (0,16 g; 1,12 mmol) wird bei RT in 3 mL Benzol vorgelegt und mit einer Lösung aus **XIII** (1,37 g; 2,23 mmol) in 20 mL Benzol versetzt. Man lässt die dunkelbraune Lösung 3 Tage lang rühren und engt diese ein. Der Rückstand wird mit 5 mL *n*-Pentan aufgenommen und bei -30°C gelagert. Nach zwei Wochen fällt ein farbloser Niederschlag aus, welcher abdekantiert und mehrmal mit *n*-Pentan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet wird.

Ausbeute: 0,18 g (0,12 mmol; 11 % d. Th.), M = 1375,01 g/mol.

**Schmelzpunkt:** 251 °C (unter Zersetzung)

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,38$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>H-Si</sub> = 6,5 Hz, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 120,3 Hz, 108 H], 7,93 [s, o-CH<sub>Ph</sub>, 4 H] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -6,6$  [SiMe<sub>3</sub>],  $-97,1$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**<sup>13</sup>C-CP/MAS-NMR** (100,55 MHz, Rot.: 10 kHz, 25 °C):

$\delta = 5,3$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 136,5 [d, m-CH<sub>Ph</sub>, J = 88 Hz], 148,3 [s, SnC] ppm.

**<sup>29</sup>Si-CP/MAS-NMR** (79,44 MHz, Rot.: 10 kHz, 25 °C):

$\delta = -5,4$  [SiMe<sub>3</sub>],  $-6,6$  [SiMe<sub>3</sub>],  $-91,0$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>],  $-101,0$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**<sup>119</sup>Sn-CP/MAS** (149,12 MHz, Rot.: 10 kHz; 25 °C):

$\delta = 6,4$  ; 0,0 ppm.

**<sup>119</sup>Sn-Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,6944(19)$  mm/s;  $\Delta = 2,4887(39)$  mm/s

### 1,4-Bis(dihypersilylbromstannyl)benzol (**2b**)

1,4-Dibrombenzol (0,12 g; 0,56 mmol) wird zu einer auf  $-50^{\circ}\text{C}$  gekühlten Lösung aus **XIII** (0,63 g; 1,03 mmol) in 10 mL *n*-Pentan zugegeben, dabei läßt man die Reaktionslösung langsam auf RT kommen. Die Farbe des Reaktionsgemisches ändert sich zu einer gelben Farbe, und es fällt ein farbloser Feststoff aus. Dieser wird mit *n*-Pentan gewaschen und abgetrennt. Das Produkt wird anschließend im Hochvakuum getrocknet.

Ausbeute: 0,20 g (0,14 mmol; 24 % d. Th.), M = 1463,91 g/mol.

**Schmelzpunkt:** °C (unter Zersetzung)

**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,39$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>2</sup>J<sub>H-Si</sub> = 6,5 Hz, 108 H], 7,98 [s, o-CH<sub>Ph</sub>, J = 18,6 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Sn</sub> = 40,2 Hz, 4 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 4,1$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>3</sup>J<sub>C-Si</sub> = 12,2 Hz], 136,8 [m-CH<sub>Ph</sub>], 145,7 [SnC] ppm.

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -6,1$  [SiMe<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>Si-C</sub> = 46,0 Hz],  $-97,6$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**$^{13}\text{C}$ -CP/MAS-NMR** (100,55 MHz, Rot.: 10 kHz, 25 °C):

$\delta = 5,7$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 137,0 [*m*-CH<sub>Ph</sub>], 145,7 [SnC] ppm.

**$^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer** (80 K, SnO<sub>2</sub>):

$\delta = 1,7171(51)$  mm/s;  $\Delta = 2,478(10)$  mm/s

### 1,4-Bis(dihypersilyliodostannyl)benzol (**2c**)

1,4-Diiodbenzol (0,20 g; 0,61 mmol) wird bei –40 °C in 5 mL *n*-Pentan vorgelegt und mit einer gekühlten Lösung aus **XIII** (0,75 g; 1,22 mmol) in 20 mL *n*-Pentan versetzt. Es fällt rasch ein farbloser Feststoff aus der gelbbraunen Reaktionsmischung aus. Man lässt diese insgesamt 48 h lang rühren, anschließend wird der Feststoff abdekantiert und mehrmals mit *n*-Pentan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

Ausbeute: 0,31 g (0,26 mmol; 33 % d. Th.), M = 1557,91 g/mol.

**Schmelzpunkt:** 266 °C (unter Zersetzung)

**$^1\text{H}$ -NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,39$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 108 H], 8,03 [s, *m*-CH<sub>Ph</sub>,  $^3J_{\text{H-Sn}} = 40,7$  Hz,  $J = 56,7$  Hz, 4 H] ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 4,1$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  $^3J_{\text{C-Si}} = 12,2$  Hz], 137,7 [*m*-CH<sub>Ph</sub>] ppm, Sn-C-Resonanz nicht beobachtet.

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -5,9$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>],  $-98,7$  [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

**$^{13}\text{C}$ -CP/MAS-NMR** (100,55 MHz, Rot.: 10 kHz, 25 °C):

$\delta = 4,8$  [s, Hyp], 137,2 [d, *m*-CH<sub>Ph</sub>,  $J = 195$  Hz], 140,6 [s, SnC] ppm

**$^{119}\text{Sn}$ -CP/MAS** (149,12 MHz, Rot.: 10 kHz; 25 °C):

$\delta = -83,7, -98,0$  ppm.

**$^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer** (80 K, CaSnO<sub>3</sub>):

$\delta = 1,7373(50)$  mm/s;  $\Delta = 2,3417(96)$  mm/s.

**1-Dihypersilylbromstannyl-4-dihypersilyliodstannylbenzol (2d)**

1-Chlor-4-iodbenzol (0,43 g, 1,5 mmol) wird zu einer Lösung aus **XIII** (1,90g, 3,0 mmol) in 12 mL *n*-Pentan bei  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$  zugegeben. Man lässt das Reaktionsgemisch langsam auf RT kommen, dabei wird die Lösung rotbraun und ein farbloser Niederschlag fällt aus. Der Feststoff wird abgetrennt, mehrmals mit *n*-Pentan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

Ausbeute: 0,59 g (0,39 mmol, 26 % d. Th.),  $M = 1510,91\text{ g/mol}$ .

**Schmelzpunkt:**  $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $25^{\circ}\text{C}$ ):

$\delta = 0,39$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 54 H],  $0,40$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 54 H],  $7,98$  [s,  $\text{o-CH}_{\text{Ph}(\text{Br})}$ , 2 H],  $8,03$  [s,  $\text{o-CH}_{\text{Ph}(\text{I})}$ , 2 H] ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$**  (100,66 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $25^{\circ}\text{C}$ ):

$\delta = 4,1$  [ $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ],  $4,1$  [ $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ],  $137,7$  [ $\text{m-CH}_{\text{Ph}}$ ] ppm (Sn-C-Resonanz nicht beobachtet).

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,53 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $25^{\circ}\text{C}$ ):

$\delta = -5,6$  [ $\text{ISnSi}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3$ ,  $^3J_{\text{C-Si}} = 9,7\text{ Hz}$ ],  $-6,1$  [ $\text{BrSnSi}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3$ ],  $-97,5$  [ $\text{BrSn}\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ],  $-98,3$  [ $\text{ISn}\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ] ppm.

**$^{119}\text{Sn-Mößbauer}$**  (80 K,  $\text{CaSnO}_3$ ):

$\delta = 1,72281(55)\text{ mm/s}$ ;  $\Delta = 2,3723(11)\text{ mm/s}$ .

**1,4-Bis(bis[tert.-butyldimethylsilylbis(trimethyl-silyl)]iodstannyl)benzol (2e)**

**XV** (1,12 g; 1,60 mmol) wird bei  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  unter Lichtausschluss in 8 mL *n*-Pentan gelöst und mit 1,4-Diiodbenzol (0,26 g; 0,80 mmol) versetzt. Man lässt die Reaktionslösung auf RT kommen und insgesamt 24 h rühren, dabei fällt ein farbloser Feststoff aus. Man wäscht diesen Rückstand mehrmals mit wenig *n*-Pentan und trocknet diesen im Hochvakuum.

Ausbeute: 1,01 g (0,58 mmol, 73 % d. Th.),  $M = 1726,29\text{ g/mol}$ .

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 0,44$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2^t\text{Bu}$  24H],  $0,46$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 36H],  $0,48$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 36H]  
 $1,06$  [s,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 36H],  $8,14$  [s,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $J = 17,9$  Hz,  $^3J_{\text{H-Sn}} = 39,6$  Hz,  $J = 55,8$  Hz, 4 H] ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (100,66 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 1,5$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2^t\text{Bu}$ ,  $^3J_{\text{C-Si}} = 12,3$  Hz],  $5,3$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ,  $^3J_{\text{C-Si}} = 12,3$  Hz],  $5,4$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ,  $^3J_{\text{C-Si}} = 12,3$  Hz],  $19,9$  [ $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ,  $^3J_{\text{C-Si}} = 12,3$  Hz],  $29,0$  [s,  $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ ]  $138,4$  [ $o\text{-C}_{\text{HPh}}$ ],  $142,9$  [ $\text{Sn}\underline{\text{C}}$ ] ppm.

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (79,53 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 8,5$  [ $\underline{\text{Si}}\text{Me}_2^t\text{Bu}$ ,  $J = 10,3$  Hz],  $-5,5$  [ $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ],  $-5,5$  [ $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ],  $-89,0$  [ $\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_2$ ,  $J = 33,4$  Hz] ppm.

**$^{119}\text{Sn}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (149,28 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C)

$\delta = -70,9$  [s,  $J = 10,9$  Hz,  $J = 34,9$  Hz,  $^1J_{\text{Sn-Si}} = 70,5$  Hz] ppm.

**$^{119}\text{Sn-Mößbauer}$**  (80 K,  $\text{SnO}_2$ ):

$\delta = 1,7876(17)$  mm/s;  $\Delta = 2,3314(35)$  mm/s

## C.2.2.2 Synthese von Plumbanen<sup>[18]</sup> und Diplumbanen

### *t*BuPbHyp<sub>2</sub>I (**3a**)

Eine Lösung aus *tert.*-Butyliodid (1,16g, 6,3 mmol) in 12 mL n-Pentan wird auf -50°C gekühlt und mit Lösung aus **XIV** (4,88g, 6,9 mmol) in 25 mL n-Pentan versetzt. Das anfangs grüne Reaktionsgemisch ändert rasch seine Farbe in braun. Man lässt die Reaktion zwei Stunden bei -40°C rühren. Anschließend wird die Lösung auf ca. 15 mL eingeeengt und bei -75°C gelagert. Dabei fallen gelbe Nadeln aus und ein schwarzer Feststoff, bei dem es sich um Blei handelt. Man lässt die Lösung auftauen und filtriert den schwarzen Feststoff mit einer G4-Fritte ab und wäscht diesen mit wenig n-Pentan. Das gelbrote Filtrat wurde noch etwas eingeeengt und zum Auskristallisieren bei -60°C gelagert.

Ausbeute: 4,47 g (5,0 mmol, 80% d. Th.),  $M = 886,53$  g/mol.

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 0,43$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 54 H], 1,97 [s, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>4</sup>J<sub>H-Pb</sub> = 142,6 Hz, 9H] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 4,9$  [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 34,6 [C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 51,5 (CMe<sub>3</sub>) ppm.

<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = -3,1$  [SiMe<sub>3</sub>], -53,2 [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ppm.

### *IPbHyp<sub>2</sub>Ph (XVIII)*

Die Synthese von Verbindung **XVIII** erfolgt nach Vorschrift <sup>[18]</sup>.

<sup>1</sup>H-NMR (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,35$  [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 54 H], 7,00 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 14,7 Hz, 1 H], 7,23 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 15,3 Hz, 2 H], 8,14 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-207Pb</sub> = 46,6 Hz, 2 H] ppm.

### *BrPbHyp<sub>2</sub>(1-Ad) (XIX)*

Die Synthese von Verbindung **XIX** erfolgt nach Vorschrift <sup>[18]</sup>.

<sup>1</sup>H-NMR (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

$\delta = 0,47$  (s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 54 H), 1,67 (d, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 12,3 Hz, CH<sub>2</sub>, 4 H), 1,89 (d, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 12,1 Hz, CH<sub>2</sub>, 4 H), 2,10 (s, CH<sub>2</sub>, 4 H), 2,58 (t, C<sub>3</sub>CH, 3 H)

### *Pb<sub>2</sub>Ph<sub>4</sub>[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub>]<sub>2</sub> (4)*

Brombenzol (0,22 g; 0,15 mL; 1,36 mmol) wird vorgelegt und bei Raumtemperatur und unter Lichtausschluss mit einer Lösung aus **XVII** (1,18 g; 1,36 mmol) in 10 mL Benzol versetzt und 1 h gerührt. Man entfernt das Lösungsmittel im dynamischen Hochvakuum, nimmt den rotbraunen Rückstand in *n*-Pentan auf und trennt diese Lösung von unlöslichen Rückständen mittels einer G4-Glasfritte. Man engt das Filtrat auf ca. 4 mL ein. Durch Lagern bei -30°C fallen orange-braune Kristalle aus.

Ausbeute: 0,47 g (0,34 mmol, 75 % d. Th. bez. auf **XVII**), M = 1386,46 g/mol.



**<sup>1</sup>H-NMR** (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,33 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 36 H], 1,16 [s, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 36 H], 1,34 [m, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 12 H], 7,17 [t, *p*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 15,0 Hz, 4 H], 7,37 [t, *m*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 15,0 Hz, 8 H], 8,21 [d, *o*-CH<sub>Ph</sub>, <sup>3</sup>J<sub>H-H</sub> = 8,0 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-207Pb</sub> = 43,3 Hz, 8 H] ppm.

**<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR** (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,7 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 15,7 [CHMe<sub>2</sub>], 20,3 [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 20,7 [CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 128,5 [*p*-CH<sub>Ph</sub>], 129 [*m*-CH<sub>Ph</sub>], 140,0 [*o*-CH<sub>Ph</sub>] ppm. (Sn-C nicht beobachtet).

**<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR** (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 8,2 [Si'Pr<sub>3</sub>], -5,3 [SiMe<sub>3</sub>], -59,9 [PbSi] ppm.

**MS** (FD, 5 kV):

*m/z* (%) = 696,9 (7,3), 695,9 (27,7), 694,9 (42,0), 693,9 (100 %) [Ph<sub>2</sub>PbSi(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], 692,9 (44,6), 691,9 (32,9), 331,5 (1,2) [Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]

## C.2.3. Reaktion von Decamethylcobaltocen mit Tetranen und Bisstannylverbindungen

### C.2.3.1 Reaktion von $\text{CoCp}^*_2$ mit $\text{IPbHyp}_2^t\text{Bu}$

#### $[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2]$ (**5c**)

Eine auf  $-50^\circ\text{C}$  gekühlte Lösung aus  $^t\text{BuPbHyp}_2$  (1,78 g; 2 mmol) in *n*-Pentan wird mit Decamethylcobaltocen (0,66 g; 2 mmol) versetzt und lässt das Reaktionsgemisch 1 h erwärmen (ca.  $-30^\circ\text{C}$ ). Dabei fällt ein Feststoff aus, welcher abgetrennt und mehrmals mit *n*-Pentan gewaschen wird. Nach Trocknen im Hochvakuum erhält man einen purpurnen, pyrophoren Feststoff.

Ausbeute: 1,05 g (0,91 mmol; 44 % d. Th.),  $M = 1158,81 \text{ g/mol}$ .

$^1\text{H-NMR}$  (400,31 MHz, THF- $d_8$ ,  $25^\circ\text{C}$ ):

$\delta = 0,24$  [s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ,  $^1J_{\text{H-C}} = 119,7 \text{ Hz}$ , 54 H],  $1,75$  [s,  $\text{C}_5(\text{CH}_3)_5$ , 30 H] ppm.

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (79,53 MHz, THF- $d_8$ ,  $25^\circ\text{C}$ ):

$\delta = -3,5$  [ $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ,  $J = 43,1 \text{ Hz}$ ],  $-70,5$  [ $\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ] ppm.

**MS** (ESI negativ, kV):

$m/z$  (%) = 832,1 (2,0), 831,1 (16,4), 830,1 (44,3), 829,1 (100) [ $\text{PbSi}(\text{SiMe}_3)_2$ ],  
828,1 (42,9), 827,1 (24,6)

**MS** (ESI positiv, kV):

$m/z$  (%) = 331,2 (2,2), 330,2 (72,0), 329,7 (34,5), 329,6 (20,5), 329,2 (100)  
[ $\text{CoCp}^*_2$ ].

#### $\text{Cp}^*(\text{C}_5\text{Me}_5^t\text{Bu})\text{Co}$ (**6**)

Verbindung **6** kristallisiert in geringen Mengen aus der oben genannten Reaktion in Form von orangenen Plättchen.

$^1\text{H-NMR}$  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $25^\circ\text{C}$ ):

$\delta = 0,63$  [s,  $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ , 9 H],  $0,81$  [s,  $^t\text{BuMeC}(\text{C}_2(\text{CH}_3)_2)$ , 6 H],  $1,62$  [s,  $\text{C}_5(\text{CH}_3)_5$ ,  
15 H],  $1,67$  [s,  $^t\text{BuCC}(\text{CH}_3)_3$ , 3 H],  $1,76$  [s,  $^t\text{BuMeCC}(\text{Me})_2\text{C}_2(\text{CH}_3)_2$ , 6 H] ppm.

$^{13}\text{C}\{1\text{H}\}$ -NMR (100,66 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 9,3$  [ $\text{C}_5(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_5$ ], 9,8 [ $^t\text{BuMeCC}_2(\text{Me})_2\underline{\text{C}}_2(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2$ ], 13,2 [ $^t\text{BuMeC}(\underline{\text{C}}_2(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2)$ ], 28,6 [ $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ], 40,6 [ $\underline{\text{C}}\text{Me}_3$ ], 55,0 [ $^t\text{BuMeC}(\underline{\text{C}}_2\text{Me}_2)$ ], 62,8 [ $^t\text{Bu}\underline{\text{C}}\text{Me}$ ], 85,6 [ $^t\text{BuMeCC}_2(\text{Me})_2\underline{\text{C}}_2(\text{Me})_2$ ], 88,0 [ $\underline{\text{C}}_5\text{Me}_5$ ] ppm.

### C.2.3.2 Reaktion von $\text{CoCp}^*_2$ mit $\text{BrPbHyp}_2\text{Ad}$

$[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2\text{Br}]$  (**5d**)

Eine auf  $-50$  °C gekühlte Lösung aus  $\text{BrPbHyp}_2\text{Ad}$  (1,60 g, 1,74 mmol) in *n*-Pentan wird mit  $\text{CoCp}^*_2$  (0,50 g, 1,51 mmol) versetzt und auf  $-30$  °C kommen lassen. Dabei fällt ein tiefroter Feststoff aus, welcher abfiltriert, gewaschen und getrocknet wurde.

Ausbeute: 0,44 g (0,40 mmol, 23 % d. Th.),  $M = 1111,81$  g/mol.

$^1\text{H}$ -NMR (400,31 MHz, THF- $d_8$ , 25°C):

$\delta = 0,28$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 54 H], 1,81 [s,  $\text{C}_5(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_5$ , 30 H]

$^{29}\text{Si}\{1\text{H}\}$ -NMR (79,53 MHz, THF- $d_8$ , 25°C):

$\delta = -6,8$  [ $\text{Si}(\underline{\text{Si}}\text{Me}_3)_3$ ] ppm, keine Resonanz für das zentrale Si beobachtet.

### C.2.3.3 Reaktion von $\text{CoCp}^*_2$ mit $\text{IPbHyp}_2\text{Ph}$

$\text{Hyp}_2\text{PbPh}_2$  (**3b**)

Bei der Zugabe von Decamethylcobaltocen (0,65 g; 1,97 mmol) zu einer auf  $-50$  °C gekühlten Lösung aus **XVIII** (1,79 g; 1,97 mmol) in *n*-Pentan fällt rasch ein gelber Niederschlag aus und eine Farbänderung der Reaktionslösung von braungrün nach rot tritt ein. Nach Abtrennen und Waschen des Niederschlages in *n*-Pentan wird das Filtrat eingeeengt und bei  $-85$  °C gelagert. Nach mehreren Tagen fallen farblose, quaderförmige Kristalle der Zusammensetzung  $\text{Ph}_2\text{PbHyp}_2$  aus.

Ausbeute: 0,50 g (0,59 mmol, 30 % d. Th.),  $M = 856,72$  g/mol.

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 0,28$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 54 H], 7,13 [ $p$ - $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 14,7$  Hz, 1 H], 7,25 [ $m$ - $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 14,7$  Hz, 2 H], 7,98 [d,  $p$ - $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-207Pb}} = 48,7$  Hz] ppm.

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,53 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = -5,7$  [ $\text{Si}(\underline{\text{S}}\text{iMe}_3)_3$ ,  $J = 8,5$  Hz],  $-86,7$  [ $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{SiMe}_3)_3$ ] ppm.

## C.2.4. Umsetzungen von Tetrylenen mit Übergangsmetallhydriden-Komplexen

### C.2.4.1 Reaktion von $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$ mit $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$

*cis/trans-[(SnHSit)<sub>2</sub>(MoCp<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] (cis/trans-7)*

Eine Lösung aus  $\text{Cp}_2\text{MoH}_2$  in 10 mL Toluol wird langsam zu einer Lösung aus  $\text{Sn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2$  (0,81 g, 1,16 mmol) in 7 mL Toluol bei Raumtemperatur zugetropft und lässt 20 h rühren. Anschließend werden das Lösungsmittel und andere flüchtige Komponenten im dynamischen Hochvakuum bis zur Trockne entfernt und der rotbraune Rückstand in Benzol aufgenommen. Nach langsamem Verdampfen des Lösungsmittels entstehen orangefarbene Kristalle des Isomerengemisches.

Ausbeute: Nicht bestimmt.

Verbindung *cis-7*

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 0,39$  [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2^t\text{Bu}$ , 12 H], 0,44 [s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 36 H], 1,16 [s,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ , 18 H], 3,43 [s,  $\text{Sn}\underline{\text{H}}$ , 2 H], 4,54 [s,  $\text{C}_5\underline{\text{H}}_5$ , 20 H] ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (100,66 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C)

$\delta = 0,7$  [ $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2^t\text{Bu}$ ], 5,0 [ $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ], 19,8 [ $\underline{\text{C}}\text{Me}_3$ ], 29,0 [ $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ], 80,6 [ $\underline{\text{C}}_5\text{H}_5$ ] ppm.

**$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR** (79,53 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 5,9$  [ $\underline{\text{S}}\text{iMe}_2^t\text{Bu}$ ],  $-7,9$  [ $\underline{\text{S}}\text{iMe}_3$ ],  $-135,4$  [ $\text{Sn}\underline{\text{S}}\text{i}$ ] ppm.

Verbindung *trans-7*

<sup>1</sup>H-NMR (400,31 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 0,37 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu, 12 H], 0,45 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 36 H], 1,13 [s, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 18 H], 3,34 [s, SnH, 2 H], 4,51 [s, C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>, 20 H] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,66 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C)

δ = 0,8 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], 5,2 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 19,9 [CMe<sub>3</sub>], 29,1 [C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 81,8 [C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>] ppm.

<sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR (79,53 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = 6,4 [SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu], -8,4 [SiMe<sub>3</sub>], -135,5 [SnSi] ppm

## C.2.4.2 Reaktion von PbHyp<sub>2</sub> mit Cp<sub>2</sub>MoH<sub>2</sub>

### Cp<sub>2</sub>Mo(H)Hyp (**8a**)

Zu einer auf -60°C gekühlten Lösung aus Bis(cyclopentadienyl)molybdändihydrid (1,00 g; 4,38 mmol) in 30 mL Toluol gibt man unter starkem Rühren eine ebenfalls gekühlte Lösung aus Dihypersilylplumbylen (3,22 g; 7,58 mmol) in 50 mL Toluol direkt hinzu. Die dunkelgrüne Lösung wird nach einigen Stunden bei -60°C zunehmend rot und über Nacht dunkelbraun. Das Lösungsmittel wird bei Raumtemperatur abdestilliert und der bleibende Rückstand mit n-Pentan wieder aufgenommen, über eine G4-Glasfritte filtriert und das entstehende Filtrat auf ein Volumen von ca. 15 mL eingeeengt und bei -85°C gelagert. Nach einem Tag fällt ein rotbrauner Feststoff aus. Man hebt die überstehende Lösung ab und trocknet den Feststoff im Hochvakuum.

Ausbeute: 0,47 g (0,99 mmol; 23% d. Th.), M = 474,49 g/mol.

<sup>1</sup>H-NMR (400,13 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25°C):

δ = -7,38 [s, MoH, <sup>1</sup>J<sub>Mo-H</sub> = 17,1 Hz, <sup>3</sup>J<sub>H-Si</sub> = 339,4 Hz, 1 H], 0,38 [s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>H-C</sub> = 117,4 Hz, 27 H], 4,29 [s, C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>, <sup>2</sup>J<sub>H-C</sub> = 178,9 Hz, 10 H] ppm.

<sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (100,61 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 25 °C)

δ = 5,6 [Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], 78,1 [C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>] ppm.

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C)

$\delta = -4,9$  [m,  $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ,  $^2J_{\text{Si-Mo}} = 43,6$  Hz],  $-101,7$  [ $\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ] ppm.

### C.2.3. Weiterführende Reaktionen

#### Zersetzung von $[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2]$

Verbindung **5c** (0,57g; 0,49 mmol) wird bei Raumtemperatur in THF gelöst und 2 Monate und 15 Tage unter Lichtausschluss gelagert. Es bildeten sich elementares Blei und ein gelber, kristalliner Feststoff, welche von der Mutterlauge abdekantiert wurden und mit wenig THF gewaschen wurden. Der gelbe Feststoff wird in Aceton aufgenommen, vom Blei abgetrennt und eingeeengt. Dabei fallen gelbe Kristalle der Zusammensetzung **5b**, **5e** und **5f**.

Ausbeute an elementarem Blei: 0,09 g (0,43 mmol; 90 % d. Th.),  $M = 207,20$  g/mol.

Ausbeute an gelben Kristallen der Zusammensetzung **5b**, **5e** und **5f**: 0,22 g.

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (79,53 MHz,  $\text{CD}_3\text{CN}$ , 25°C)

$\delta = -12,1$  [**5e**,  $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ],  $-12,2$  [**5f**,  $\underline{\text{Si}}\text{Me}_3$ ],  $-77,9$  [**5e**,  $\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ],  $-78,2$  [**5f**,  $\underline{\text{Si}}(\text{SiMe}_3)_3$ ] ppm.

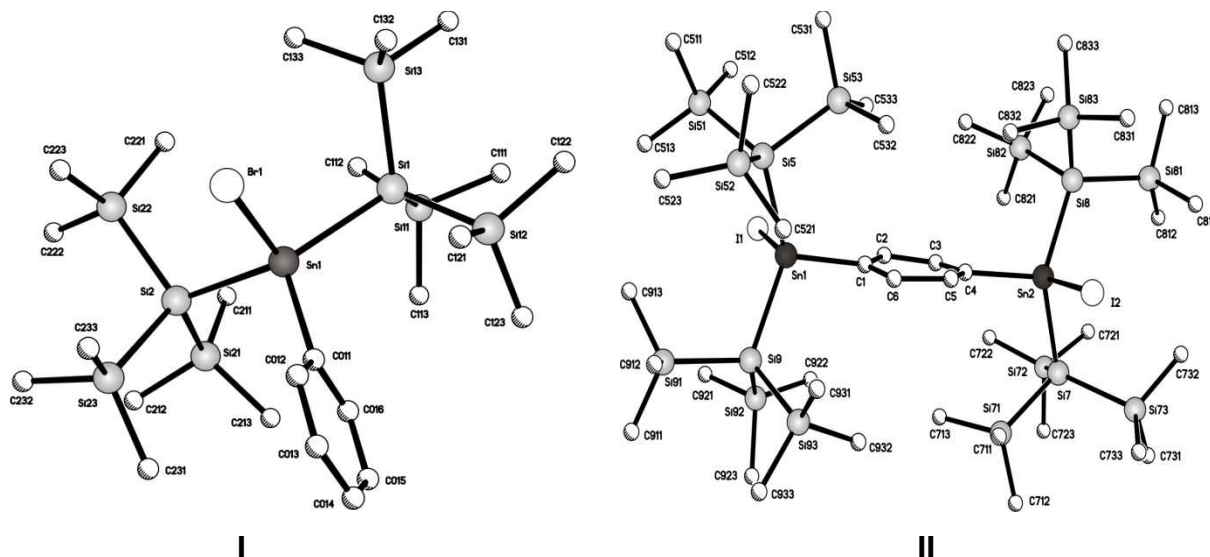
**MS** (ESI positiv, kV):

$m/z$  (%) = 826,4 (2,7), 825,4 (7,2), 824,4 (18,4), 823,4 (44,0), 823,0 (2,1), 822,4 (72,5), 822,0 (2,4), 821,4 (100) [**5f**], 821,0 (3,7), 579,3 (1,2), 578,3 (4,2), 577,3 (13,6), 576,3 (29,5), 575,3 (61,8) [**5e**], 574,9 (1,6), 330,2 (8,0), 329,2 (39,1) [**5b**].

# D Zusammenfassung

## Reaktion von Tetrylenen mit halogenierten Organylen

Bei den Reaktionen von Stannylene mit mono- und *para*-dihalogenierten Benzolen in *n*-Pentan konnte eine Reihe von Additionsprodukten synthetisiert und umfassend charakterisiert werden. Die Mono-Addukte des Typs I erhält man in guten Ausbeuten, während die Synthese der hypersilylierten Bisstannylverbindungen des Typs II bislang Ausbeuten von maximal 35 % ergaben. Lediglich die Synthese der von *Weimar* dargestellten Bisstannyl-Verbindung konnte mit *n*-Pentan als Lösungsmittel so weit optimiert werden, dass Ausbeuten über 70 % möglich sind.



NMR-Spektroskopische Untersuchungen zeigen für die Wasserstoffatome der Silylgruppen eine typische Hochfeld-Verschiebung. Bei den Verbindungen mit den sterisch anspruchsvolleren Silylgruppen beobachtet man aufgrund der Diastereotopie zwei Sätze von Resonanzen für die  $\text{SiMe}_3$ -Gruppen. Die aromatischen Protonen weisen typischerweise eine Tieffeld-Verschiebung auf, insbesondere die *ortho*-Protonen sind an ihrem charakteristischen Aufspaltungsmuster zu erkennen.

Als Ergänzung zu den gängigen strukturaufklärenden Methoden kommt die  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Spektroskopie als weiteres Analyseverfahren hinzu, welches erlaubt, zinnhaltige Nebenprodukte zu identifizieren und zu quantifizieren, bei denen sich mit anderen spektroskopischen Methoden keine eindeutigen Aussagen treffen lassen.

D. Zusammenfassung

Neben den vierwertigen Zinnverbindungen wurden auch Stannylene mit Hilfe der  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Spektroskopie charakterisiert (**Tab D.1**).

| Verbindung   | $\delta (\text{SnO}_2)$<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | $\Delta$<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | $\rho(0)$<br>e <sup>-</sup> /a <sub>0</sub> <sup>3</sup> | $\delta$<br>(berechnet)<br>/(mm·s <sup>-1</sup> ) | Abweichung |
|--|---|------------------------------------|--|---|------------|
| ClSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1a</b> )  | 1,6988(44)  | 2,5117(90)                         | 146249,70  | 1,695   | -0,0186    |
| BrSnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1b</b> )  | 1,7304(20)  | 2,5223(49)                         | 146250,44  | 1,715   | 0,0124     |
| ISnHyp <sub>2</sub> Ph ( <b>1c</b> )   | 1,7602(46)  | 2,337(15)                          | 146250,56  | 1,735   | 0,0024     |
| BrSnSit <sub>2</sub> Ph ( <b>1d</b> )  | 1,7253(24)  | 2,3880(47)                         | -  | -   | -          |
| ISnSit <sub>2</sub> Ph ( <b>1e</b> )   | 1,7603(47)  | 2,3010(89)                         | -  | -   | -          |
| BrSnSip <sub>2</sub> Ph ( <b>1f</b> )  | 1,7620(40)  | 2,4332(87)                         | -  | -   | -          |
| ISnSip <sub>2</sub> Ph ( <b>1g</b> )   | 1,7963(28)  | 2,2842(45)                         | -  | -   | -          |
| (Hyp <sub>2</sub> ClSn) <sub>2</sub> (1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )<br>( <b>2a</b> )                       | 1,6944(19)  | 2,4887(39)                         | -  | -   | -          |
| (Hyp <sub>2</sub> BrSn) <sub>2</sub> (1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )<br>( <b>2b</b> )                       | 1,7171(51)  | 2,478(10)                          | 146250,48  | -   | 0,0232     |
| (Hyp <sub>2</sub> I <sub>2</sub> Sn) <sub>2</sub> (1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )<br>( <b>2c</b> )          | 1,7373(50)  | 2,3417(96)                         | -  | -   | -          |
| 1-(Hyp <sub>2</sub> BrSn)-4-<br>(Hyp <sub>2</sub> I <sub>2</sub> Sn)-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ( <b>2d</b> ) | 1,72281(55)                                       | 2,3723(11)                         | 146250,54  | -   | 0,0238     |
| (Sit <sub>2</sub> I <sub>2</sub> Sn) <sub>2</sub> (1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> )<br>( <b>2e</b> )          | 1,7876(17)  | 2,3314(35)                         | -  | -   | -          |
| 1,5-(Sit <sub>2</sub> I <sub>2</sub> Sn) <sub>2</sub> ( <i>n</i> -C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> )               | 1,7585(49)  | 2,3696(97)                         | 146250,68  | -   | -0,0116    |
| SnPh <sub>4</sub>  | 1,2803(29)  | 0,245(29)                          | 146246,00  | -   | -0,0148    |
| Sn(cHex) <sub>4</sub>  | 1,48483(25)                                       | 0,2474(25)                         | 146247,80  | -   | 0,0172     |
| Sn[N(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>   | 2,8767(11)  | 3,4313(42)                         | 146260,73  | -   | 0,0127     |
| SnSit <sub>2</sub>   | 2,830(27)   | 4,5197(27)                         | -  | -   | -          |
| SnSip <sub>2</sub>   | 2,8968(13)  | 4,818(57)                          | 146260,40  | -   | -0,0219    |
| (SnHyp <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>   | 2,263(11)   | 1,587(20)                          | 146255,03  | -   | -0,0004    |

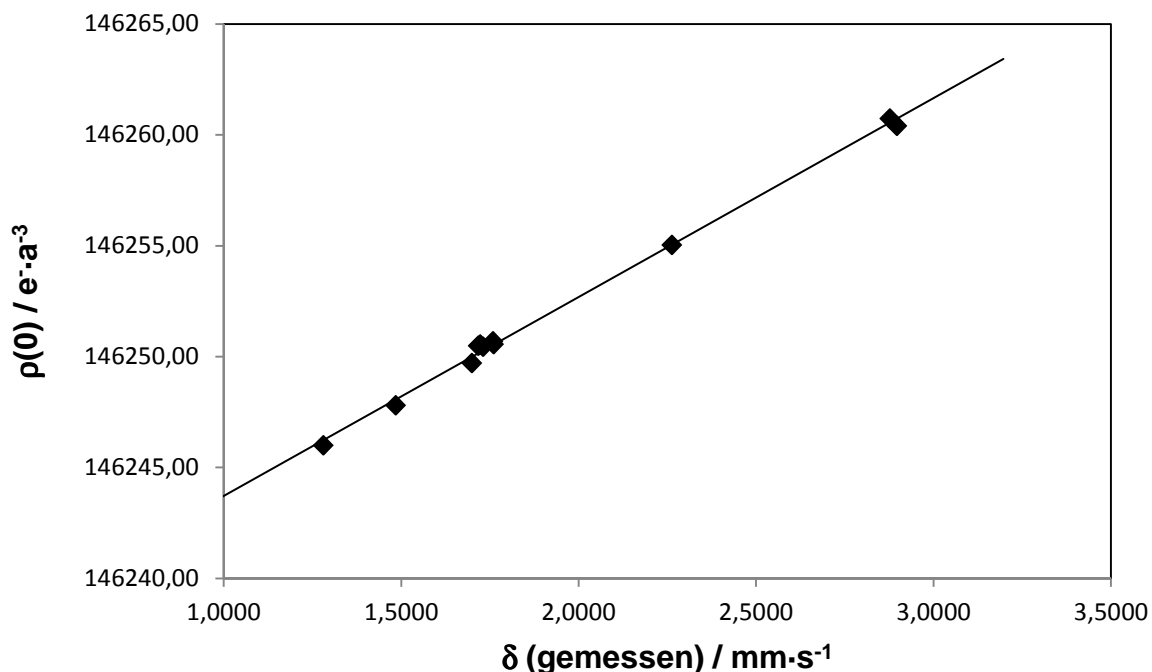
**Tab. D.1:**  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Parameter von zwei- und vierwertigen Zinnspezies.

Für einige Verbindungen konnten quantenmechanische Rechnungen der Elektronendichte am Zinnkern  $\rho(0)$  durchgeführt, welche mit quantenmechanischen Berechnungen erstaunlich gut in Einklang stehen. Durch Korrelation der Isomerieverschiebungen mit den berechneten Elektronendichten am Zinnkern erhält



man eine lineare Beziehung, die sich als sehr wertvolles Werkzeug zur Vorhersage von Zinnspezies unbekannter Zusammensetzung erweist:

$$\rho(0) = 8,96014 \cdot \delta + 146234,77$$



**Abb. D.1:** Korrelation zwischen Isomerieverschiebung und Elektronendichte am Kern.

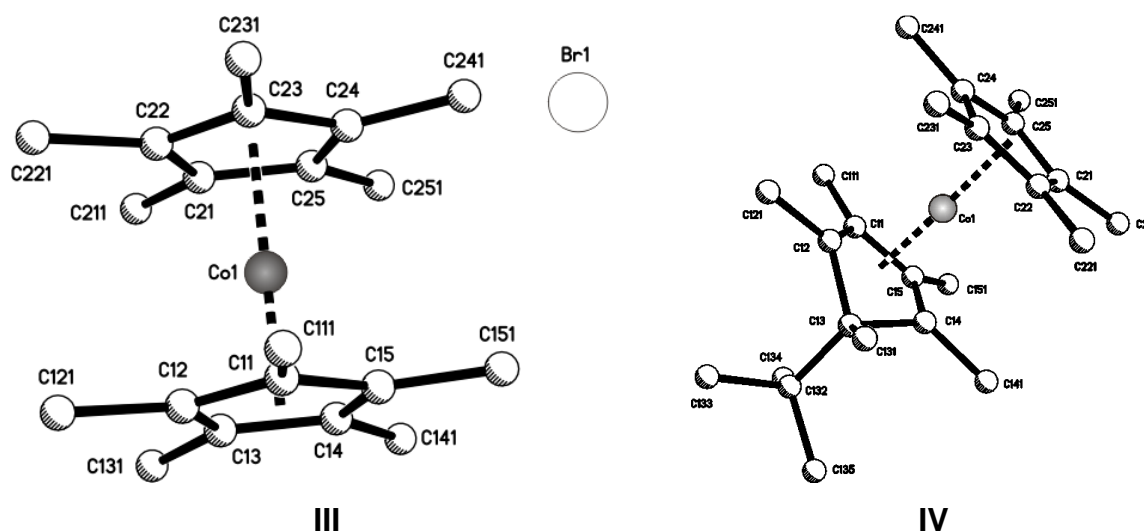
Die erste lineare Regression wurde in unserer Arbeitsgruppe von *Florian Drumm* mit vier Werten durchgeführt, welche in dieser Arbeit weiter verfeinert wurde.

### *Reduktion von Halogenstannanen mit Decamethylcobaltocen*

Bei den Umsetzungen von Halogenstannanen und arylverbrückten Bisstannanen mit Decamethylcobaltocen in unpolaren Lösungsmitteln entstand eine unlösliche Verbindung, bei der es sich um das jeweilige Decamethylcobaltocenium-Salz (z.B.  $\text{Cp}^*_2\text{Co}(\text{III})$ ) handelte. Einen Hinweis auf die Anwesenheit von radikalischen Spezies mit ESR-spektroskopischen Untersuchungen der Reaktionslösungen ergaben sich nur bei Umsetzung mit Stannanen bzw. Bisstannanen mit sperrigen Silylsubstituenten. Allerdings deutet die Bildung des  $\text{Co}(\text{III})$ -Salzes eindeutig auf das Stattfinden einer Ein-Elektronen-Übertragung hin. Zu dem Zeitpunkt der

Versuchsreihe war die Durchführung von  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Untersuchungen leider noch nicht möglich.

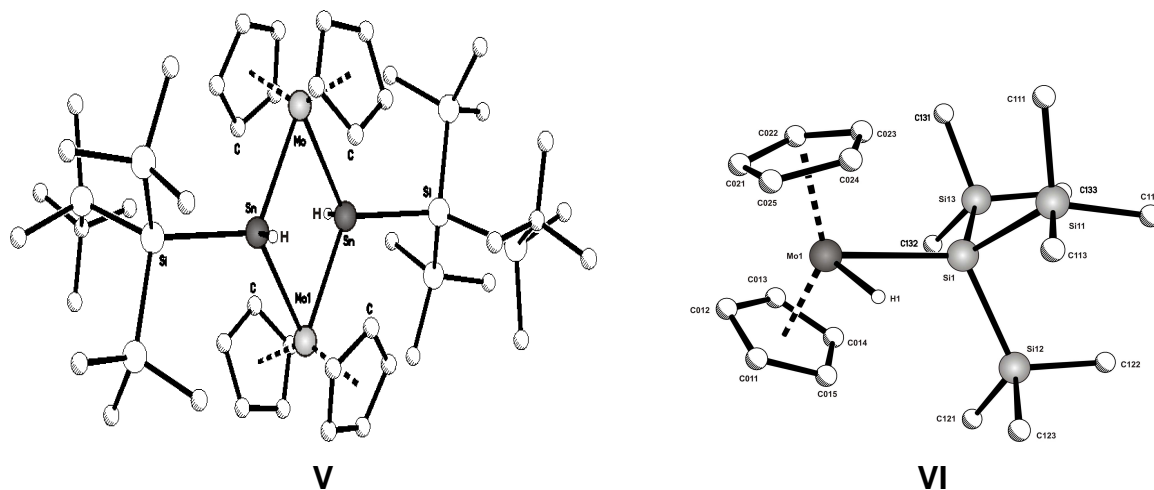
Die Umsetzungen von Halogenplumbanen mit Decamethylcobaltocen in unpolaren Lösungsmitteln verliefen – in Abhängigkeit der Organylsubstituenten – über unterschiedliche Reaktionskanäle. Während bei arylsubstituierten Plumbanen erwartungsgemäß die Bildung von Decamethylcobaltocenium-Salze festzustellen ist, findet bei alkylsubstituierten Halogenplumbanen überraschenderweise die Spaltung am Organylrest statt. Es bilden sich abtrennbare Silylplumbate wie  $[\text{CoCp}^*_2]^+[\text{PbHyp}_2]^-$  sowie kurzlebige Organylradikale. Im Fall des *tert.*-butylsubstituierten Plumbans konnte das entstehende *tert.*-Butylradikal mit überschüssigen Decamethylcobaltocen in einer Additionsreaktion „abgefangen“ werden; es entsteht eine stabile Co(I)-Verbindung (**IV**).



Das Dihypersilyliodoplumbat  $[\text{CoCp}^*_2][\text{PbHyp}_2]$  löst sich gut in polaren Lösungsmitteln wie Acetonitril oder THF. In Lösung zersetzte sich die Verbindung aber überraschenderweise relativ rasch und nahezu quantitativ zu elementarem Blei und den silylsubstituierten Decamethylcobaltocenium-Salzen  $[\text{C}_5\text{Me}_4(\text{CH}_2\text{Hyp})]\text{Cp}^*\text{CoI}$  und  $[\text{C}_5\text{Me}_4(\text{CH}_2\text{Hyp}_2)]\text{CoI}$ . Es wird vermutet, dass die Bildung dieser Salze durch Deprotonierung einer Cp-gebundenen Methylgruppe durch Hypersilylanionen eingeleitet wird. Diese bilden sich ihrerseits infolge von Dissoziationsgleichgewichten des Plumbations. Aus diesen Gleichgewichten entstand vermutlich auch Hypersilyliodid, welches schließlich über elektrophilen Angriff am den deprotonierten Methylgruppen der  $\text{Cp}^*$ -Substituenten die gefundenen silylierten Decamethylcobaltocenium-Salze liefert.

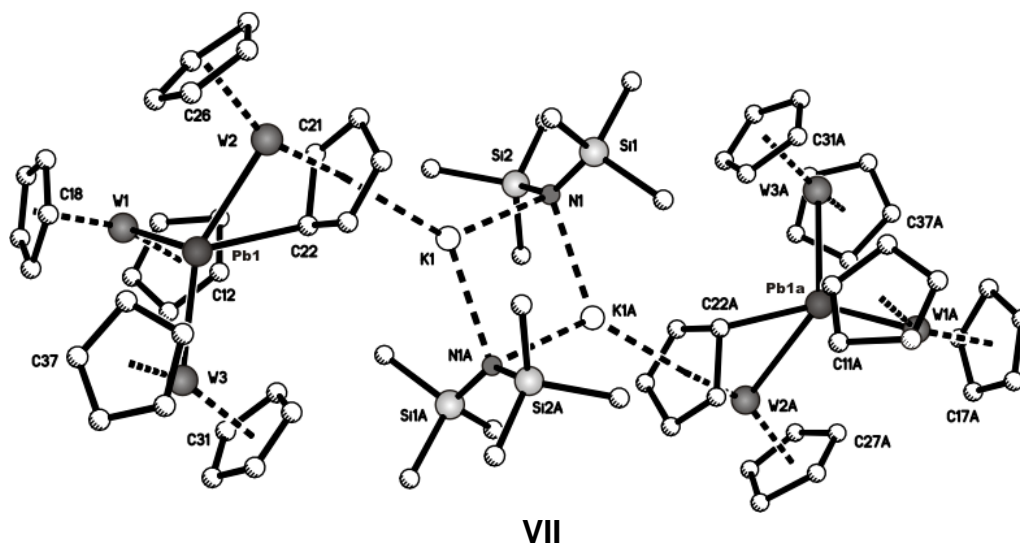
## Reaktion von Tetrylenen mit Übergangsmetallhydrid-Komplexen

Stannylene reagieren zunächst mit Hydridkomplexen in einer Additionsreaktion zu Verbindungen mit einer M-Sn-Bindung (M = Mo, W), und bilden unter Eliminierung von Hydrosilanen cyclische, vierkernige Verbindungen. Je größer der sterische Anspruch der Silylgruppen, desto geringer ist allerdings die Wahrscheinlichkeit, dass sich derartige Additionsprodukte bilden lassen. Während Dihypersilylstannylene mit den Übergangsmetallhydrid-Komplexen isolierbare  $\alpha$ -Additionsprodukte bilden, konnte im Fall von  $R = \text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$  und  $M = \text{Mo}$  nur die Bildung des Dimers festgestellt werden (z.B. **V**). In jeder Reaktion sind große Mengen des entsprechenden Hydrosilans nachzuweisen, diese lassen sich mit zunehmenden sterischen Anspruch schlechter abtrennen und erschweren die Kristallisation von neugebildeten Produkten. Es gelang, *cis*- und *trans*-Stereoisomere zu identifizieren. Plumbylene hingegen reagieren mit dem Hydridkomplex des Molybdäns im Gegensatz zu den Stannylene in einer Substitutionsreaktion. Im Fall von  $\text{PbHyp}_2$  konnte ein neuartiger hypersilylierter Molybdänhydrid-Komplex isoliert werden (**VI**).



Die Reaktion mit sperrigeren Plumbylene lässt anhand NMR-spektroskopischer Daten vermuten, dass ähnliche Reaktionen ablaufen und analoge Substitutionsprodukte bilden. Mit den Übergangsmetallhydrid-Komplexen des Wolframs finden offenbar wiederum Additionsreaktionen mit anschließenden Eliminierungen statt, die im Falle des sperrigen Plumbylens  $\text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$  geringe Mengen eines hydridhaltigen  $\text{PbW}_3$ -Komplexes ergaben. Die Kristallisation einer solchen Verbindung konnte nach Komplexbildung mit dem aus der

Plumbylenherstellung mitgeschleppten Kaliumsilylamid erfolgen (VII). Die Wasserstoffatome an den Übergangsmetallzentren lassen sich zwar kristallographisch schwer nachweisen, ergeben im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum jedoch typische Verschiebungen zu extrem hohen Feld unterhalb von  $-12$  ppm.



### Ausblick

Bislang war es nicht möglich, Stannylradikale, die über die Reduktion von Halogenstannanen entstehen, in einkristalliner Form zu erhalten und eindeutig zu charakterisieren. ESR-spektroskopische Messungen der Reaktionslösungen liefern zwar einen Hinweis auf die Anwesenheit von Radikalen, jedoch lässt sich bei Auftreten von mehreren Resonanzen nicht immer eindeutig bestimmen, ob und wie viele verschiedene Stannylradikal-Spezies entstanden sind. Mit Hilfe der vorhandenen  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-Daten einiger Substanzklassen und der Möglichkeit, anhand von quantenmechanischen Rechnungen eine Vorhersage über die Isomerieverschiebungen zu treffen, soll es nun möglich sein, verschiedene Stannylradikalspezies genauer zu identifizieren, insbesondere auch die Bisradikale, die vermutlich bei der Umsetzung von Bisstannyl-Verbindungen mit Decamethylcobaltocen gebildet werden. Mit Hilfe eines neuen Massenspektrometers, an welchem eine Injektionsvorrichtung für luftempfindliche Substanzen (LIFDI) montiert ist und dem Institut in naher Zukunft wieder zur Verfügung stehen wird, sollte es ebenso möglich sein, bislang ungeklärte Reaktionsabläufe und Intermediate zu erfassen und postulierte Reaktionsmechanismen zu bestätigen. Insbesondere bei

#### *D. Zusammenfassung*

schwerabtrennbaren Nebenprodukten, wie sie bei den Reaktionen von Tetrylenen mit Übergangsmetallhydriden auftreten, gelingt die Kristallisation von neuartigen Verbindungen kaum, weswegen in solchen Fällen qualitative Aussagen mit Unsicherheiten behaftet sind. Die LIFDI-Massenspektroskopie könnte hier wesentlich zur Strukturaufklärung beitragen.

Die Erweiterung der  $^{119}\text{Sn}$ -Mößbauer-spektroskopischen Datenbank durch Messung und quantenmechanischer Berechnung bekannter und neuartiger Zinnspezies bietet zudem die Möglichkeit, im Rahmen des Bachelor-Studiengangs zeitlich begrenzte Projekte und zukünftige Arbeiten anzubieten.

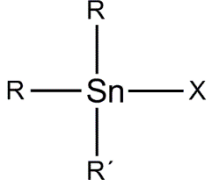
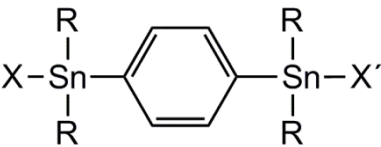
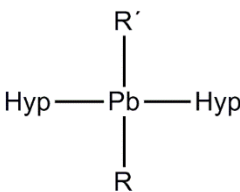
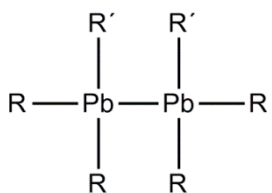
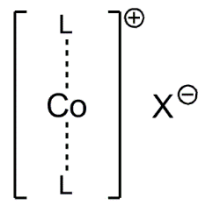
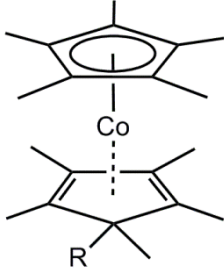
# E. Anhang

## E.1 Verwendete Abkürzungen

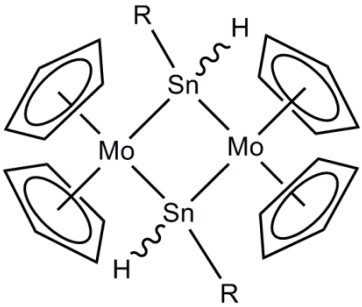
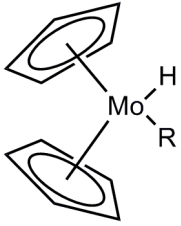
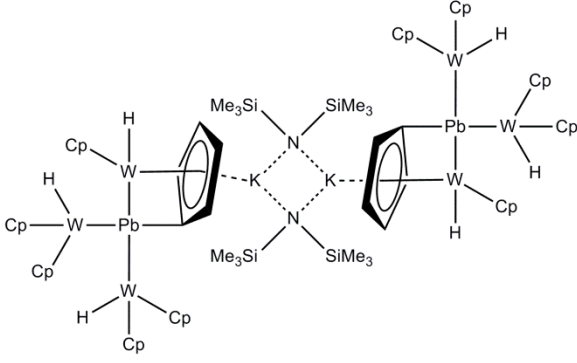
|          |   |
|----------|---|
| Ad       | Adamantyl   |
| Ar       | Aryl  |
| Bu       | Butyl   |
| Cp       | Cyclopentadienid  |
| Cp*      | 1,2,3,4,5-Pentamethylcyclopentadienid                               |
| CW       | continious wave   |
| dept     | Distortionless Enhancement by Polarization Transfer                 |
| DME      | Dimethoxyethan  |
| DMF      | N,N-Dimethylformamid  |
| EPR, ESR | Electron Pair Resonance, Elektronenspinresonanz                     |
| Ebt      | Bis(trimethylsilyl)ethylsilyl, (SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Et |
| ESI      | Elektronenstoß-Ionisation   |
| Et       | Ethyl   |
| eV       | Elektronenvolt  |
| FD       | Field Desorption  |
| GOF      | Goodness of Fit   |
| HOMO     | Highest Occupied Molecular Orbital                                  |
| Hyp      | Hypersilyl, Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                     |
| Hz       | Hertz   |
| iPr      | iso-Propyl, CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                       |
| LIFDI    | Liquid Injection Field Desorption Ionization                        |
| LUMO     | Lowest Unoccupied Molecular Orbital                                 |
| K        | Kelvin  |
| kV       | Kilovolt  |
| KOZ      | Koordinationszahl   |
| M        | Molare Masse  |
| Max.     | Maximum   |
| mbar     | Millibar  |
| Me       | Methyl  |
| Min.     | Minimum   |

|                 |  |
|-----------------|--|
| min             | Minute   |
| MHz             | Megahertz  |
| NMP             | N-Methyl-2-pyrrolidon, N-Methylbutyrolactam  |
| NMR             | Nuclear Magnetic Resonanz, Kernspinresonanz  |
| MS              | Massenspektrometrie  |
| Ph              | Phenyl   |
| ppm             | parts per million  |
| Rot.            | Rotation   |
| RT              | Raumtemperatur   |
| Sip             | Bis(trimethylsilyl)triisopropylsilyl, $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3$                   |
| Sit             | Bis(trimethylsilyl)dimethyl <i>tert.</i> -butylsilyl, $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}$ |
| SOMO            | Single Occupied Molecular Orbital  |
| <sup>t</sup> Bu | <i>tert.</i> -Butyl, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$   |
| THF             | Tetrahydrofuran  |
| TMS             | Tetramethylsilan   |
| Verh.           | Verhältnis   |
| Z               | Moleküleinheiten   |
| zpgp30          | 1D sequence with power-gated decoupling, using 30° flip angle  |
| Å               | Ångström, $1\text{Å} = 100\text{ pm}$  |
| °               | Winkelgrad   |

## E.2 Liste der Verbindungen

| # | Verbindungstyp  | Derivate und Substituenten  |
|---|---|---|
| 1 |    | <b>1a:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; R' = Ph; X = Cl<br><b>1b:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; R' = Ph; X = Br<br><b>1c:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; R' = Ph; X = I<br><b>1d:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sup>t</sup> Bu; R = Ph; X = Br<br><b>1e:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sup>t</sup> Bu; R = Ph; X = I<br><b>1f:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ; R = Ph; X = Br<br><b>1g:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Si <sup>i</sup> Pr <sub>3</sub> ; R = Ph; X = I |
| 2 |    | <b>2a:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; X = X' = Cl<br><b>2b:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; X = X' = Br<br><b>2c:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; X = X' = I<br><b>2d:</b> R = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; X = Br; X' = Br   |
| 3 |   | <b>3a:</b> R = <sup>t</sup> Bu; R = I<br><b>3b:</b> R = R' = Ph   |
| 4 |  | <b>4:</b> R = Ph, R' = Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiMe <sup>t</sup> Bu   |
| 5 |  | <b>5a:</b> L = L' = Cp*; X = Br<br><b>5b:</b> L = L' = Cp*; X = I<br><b>5c:</b> L = L' = Cp*; X = PbHyp <sub>2</sub> I<br><b>5d:</b> L = L' = Cp*; X = PbHyp <sub>2</sub> Br<br><b>5e:</b> L = L' = Cp*; X = PbI <sub>3</sub><br><b>5f:</b> L = L' = C <sub>5</sub> Me <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> Hyp); X = I<br><b>5g:</b> L = Cp*; L' = C <sub>5</sub> Me <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> Hyp); X = I  |
| 6 |  | <b>6:</b> R = <sup>t</sup> Bu   |



|   |  |   |
|---|--|---|
| 7 |   | <p><b>7:</b> R = Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu<br/> <b>cis-7:</b> cis-Isomer<br/> <b>trans-7:</b> trans-Isomer</p> |
| 8 |   | <p><b>8a:</b> R = Hyp = Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub><br/> <b>8b:</b> R = Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si<sup>i</sup>Pr<sub>3</sub></p>       |
| 9 |  |   |

## E.3 NMR-Daten der Edukte

### E.3.1 Halogenierte Aromaten

#### E.3.1.1 Chlorbenzol

$^1\text{H-NMR}$  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,85$  [t,  $m\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 13,7$  Hz, 2 H],  $6,87$  [t,  $p\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 16,0$  Hz, 1 H],  
 $7,09$  [d,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 7,6$  Hz, 2 H] ppm.

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 126,5$  [ $\underline{\text{C}}\text{Cl}$ ],  $128,8$  [ $p\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $129,9$  [ $m\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $134,5$  [ $o\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ] ppm.

#### E.3.1.2 Brombenzol

$^1\text{H-NMR}$  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,74$  [t,  $m\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 14,7$  Hz, 2 H],  $6,83$  [t,  $p\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 15,3$  Hz, 1  
 H],  $7,24$  [d,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 7,9$  Hz, 2 H] ppm.

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 122,8$  [ $\underline{\text{C}}\text{Br}$ ],  $127,0$  [ $p\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $130,2$  [ $m\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $131,7$  [ $o\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ] ppm.

#### E.3.1.3 Iodbenzol

$^1\text{H-NMR}$  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,60$  [t,  $m\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 15,7$  Hz, 2 H],  $6,85$  [t,  $p\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 15,0$  Hz, 1  
 H],  $7,45$  [d,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}$ ,  $^3J_{\text{H-H}} = 7,2$  Hz, 2 H] ppm.

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 95,0$  [ $\underline{\text{C}}\text{I}$ ],  $127,5$  [ $p\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $130,4$  [ $m\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ],  $137,6$  [ $o\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ] ppm.

### E.3.1.4 1,4-Dichlorbenzol

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,71$  ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 129,9$  [ $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ], 132,6 [ $\underline{\text{C}}\text{Cl}$ ] ppm.

### E.3.1.5 1,4-Dibrombenzol

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,79$  ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 121,2$  [ $\underline{\text{C}}\text{Br}$ ], 133,2 [ $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ] ppm

### E.3.1.6 1,4-Diiodbenzol

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 6,85$  [s] ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$\delta = 93,4$  [ $\underline{\text{C}}\text{I}$ ] 139,4 [ $\underline{\text{C}}\text{H}_{\text{Ph}}$ ] ppm.

### E.3.1.7 4-Bromiodbenzol

**$^1\text{H-NMR}$**  (400,31 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 6,67$  [d,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}(\text{I})$ ], 6,98 [d,  $o\text{-CH}_{\text{Ph}}(\text{Br})$ ] ppm.

**$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$**  (100,65 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25°C):

$\delta = 92,2$  [ $\underline{\text{C}}\text{I}$ ], 122,3 [ $o\text{-CH}_{\text{Ph}}(\text{Br})$ ], 133,4 [ $o\text{-CH}_{\text{Ph}}(\text{I})$ ], 139,2 4 [ $o\text{-CH}_{\text{Ph}}(\text{Br})$ ] ppm.

## E.3.2 Silane

### E.3.2.1 Tetrakis(trimethylsilyl)silan

$^1\text{H-NMR}$  (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 0,26 \text{ [s, Si(CH}_3\text{)}_3, {}^2J_{\text{H-Si}} = 6,5 \text{ Hz, } {}^1J_{\text{H-C}} = 119,7 \text{ Hz}] \text{ ppm.}$$

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,61 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 2,9 \text{ [Si(CH}_3\text{)}_3, {}^1J_{\text{C-Si}} = 44,4 \text{ ppm.}]$$

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = -9,7 \text{ [SiMe}_3, {}^1J_{\text{Si-C}} = 43,7 \text{ Hz, } {}^1J_{\text{Si-Si}} = 52,3 \text{ Hz}], -135,5 \text{ [Si(SiMe}_3\text{)}_4, {}^2J_{\text{Si-C}} = 4,3 \text{ Hz, } {}^1J_{\text{Si-Si}} = 52,3 \text{ Hz}] \text{ ppm.}$$

### E.3.2.2 *Tert.*-butyldimethylchlorsilan

$^1\text{H-NMR}$  (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 0,16 \text{ [s, (SiCH}_3\text{)}_2, 6 \text{ H}], 0,86 \text{ [s, C(CH}_3\text{)}_3, 9 \text{ H}] \text{ ppm.}$$

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,61 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = -1,6 \text{ [Si(CH}_3\text{)}_2], 19,1 \text{ [CMe}_3], 25,3 \text{ [C(CH}_3\text{)}_3] \text{ ppm.}$$

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 35,8 \text{ ppm.}$$

### E.3.2.3 Triisopropylchlorsilan

$^1\text{H-NMR}$  (400,13 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 1,02, 1,07 \text{ [m, CHMe}_2] \text{ ppm.}$$

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (100,61 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 14,1 \text{ [CHMe}_2, {}^1J_{\text{C-C}} = 31,1 \text{ Hz, } {}^1J_{\text{C-Si}} = 58,1 \text{ Hz}], 17,9 \text{ [CH(CH}_3\text{)}_2, {}^1J_{\text{C-C}} = 31,1 \text{ Hz}] \text{ ppm.}$$

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  (79,49 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 25 °C):

$$\delta = 35,5 \text{ [} {}^1J_{\text{Si-C}} = 56,9 \text{ Hz}] \text{ ppm.}$$

## E.4 Röntgendiffraktometrische Daten

### E.4.1 ClSnHyp<sub>2</sub>Ph (1a)

Tab. E.4.1a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 1a mit einem Molekül *n*-Pentan.

|  |   |                |
|--|---|----------------|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>29</sub> H <sub>71</sub> ClSi <sub>8</sub> Sn        |                |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 798,71 g/mol  |                |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K  |                |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å   |                |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | monoklin, P2 <sub>1</sub> /c                                |                |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 9,3471(4) Å   | α = 90°        |
|  | b = 25,1730(13) Å   | β = 94,271(3)° |
|  | c = 19,6799(8) Å  | γ = 90°        |
| <b>Volumen</b>                               | 4617,7(4) Å <sup>3</sup>                                    |                |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 4; 1,149 Mg/m <sup>3</sup>                                  |                |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 0,386 mm <sup>-1</sup>                                      |                |
| <b>F(000)</b>                                | 1696  |                |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,3 x 0,1 x 0,1 mm  |                |
| <b>Messbereich</b>                           | 3,12° ≤ θ ≤ 29,89°  |                |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -12 ≤ h ≤ 13; -35 ≤ k ≤ 30; -27 ≤ l ≤ 27                    |                |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 33531 / 13117 [R(int) = 0,1159]                             |                |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 29,89°</b>        | 98,4 %  |                |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |                |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 13117 / 87 / 417  |                |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 0,925   |                |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0531, wR2 = 0,1003                                   |                |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,1622, wR2 = 0,1397                                   |                |
| <b>Extinktionskoeffizient</b>                | 0,0032(3)   |                |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 0,670 e/Å <sup>3</sup> und -1,524 e/Å <sup>3</sup>          |                |

**Tab. E.4.1b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ), äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) und Besetzungsfaktoren von Verbindung **1a**.

| Atom   | x/a      | y/b       | z/c      | U(eq)   | k        |
|--------|----------|-----------|----------|---------|----------|
| Sn(1)  | 7074(1)  | 224(1)    | 7383(1)  | 42(1)   |          |
| Cl(1)  | 4744(2)  | 33(1)     | 6847(1)  | 61(1)   |          |
| Si(1)  | 8168(2)  | -712(1)   | 7638(1)  | 43(1)   |          |
| Si(2)  | 7796(2)  | 1031(1)   | 6661(1)  | 45(1)   |          |
| Si(11) | 9569(2)  | -1040(1)  | 6790(1)  | 55(1)   |          |
| Si(12) | 9553(2)  | -730(1)   | 8692(1)  | 53(1)   |          |
| Si(13) | 6211(2)  | -1293(1)  | 7733(1)  | 56(1)   |          |
| Si(21) | 6737(2)  | 983(1)    | 5532(1)  | 55(1)   |          |
| Si(22) | 6856(2)  | 1786(1)   | 7176(1)  | 56(1)   |          |
| Si(23) | 10298(2) | 1093(1)   | 6665(1)  | 58(1)   |          |
| C(31)  | 6497(6)  | 489(2)    | 8373(3)  | 49(1)   |          |
| C(32)  | 5151(8)  | 416(2)    | 8593(3)  | 65(2)   |          |
| C(33)  | 4853(11) | 542(3)    | 9258(4)  | 94(3)   |          |
| C(34)  | 5952(13) | 761(3)    | 9686(4)  | 103(3)  |          |
| C(35)  | 7302(11) | 843(3)    | 9469(3)  | 85(2)   |          |
| C(36)  | 7562(8)  | 711(3)    | 8816(3)  | 66(2)   |          |
| C(111) | 11406(7) | -753(3)   | 6888(4)  | 78(2)   |          |
| C(112) | 8693(8)  | -893(4)   | 5927(3)  | 87(2)   |          |
| C(113) | 9743(9)  | -1775(3)  | 6863(4)  | 86(2)   |          |
| C(123) | 10561(7) | -1376(2)  | 8734(3)  | 63(2)   |          |
| C(122) | 10948(7) | -195(3)   | 8786(3)  | 68(2)   |          |
| C(121) | 8385(8)  | -692(3)   | 9418(3)  | 73(2)   |          |
| C(133) | 5340(8)  | -1466(3)  | 6871(4)  | 77(2)   |          |
| C(132) | 6896(8)  | -1918(3)  | 8157(4)  | 83(2)   |          |
| C(131) | 4835(7)  | -1007(3)  | 8272(3)  | 66(2)   |          |
| C(213) | 6931(9)  | 315(3)    | 5138(3)  | 79(2)   |          |
| C(212) | 4787(7)  | 1162(3)   | 5505(4)  | 76(2)   |          |
| C(211) | 7684(7)  | 1478(3)   | 5012(3)  | 70(2)   |          |
| C(223) | 4969(7)  | 1668(3)   | 7388(4)  | 74(2)   |          |
| C(222) | 7955(9)  | 1979(3)   | 7968(4)  | 80(2)   |          |
| C(221) | 6912(8)  | 2362(3)   | 6564(4)  | 77(2)   |          |
| C(233) | 10828(8) | 1781(3)   | 6434(4)  | 92(3)   |          |
| C(232) | 10951(8) | 615(3)    | 6029(4)  | 89(2)   |          |
| C(231) | 11152(7) | 929(3)    | 7526(4)  | 83(2)   |          |
| C(01)  | 9926(19) | -2705(7)  | 5288(9)  | 130(7)  | 0,657(2) |
| C(02)  | 8750(18) | 2981(7)   | 5656(9)  | 130(6)  | 0,657(2) |
| C(03)  | 7362(14) | -2723(11) | 5372(11) | 158(7)  | 0,657(2) |
| C(04)  | 6151(19) | -2927(10) | 5771(10) | 171(8)  | 0,657(2) |
| C(05)  | 4780(20) | -2713(11) | 5403(11) | 156(10) | 0,657(2) |
| C(011) | 4590(30) | -2790(20) | 5661(16) | 123(14) | 0,343(2) |
| C(012) | 5790(30) | -2856(19) | 5180(12) | 152(13) | 0,343(2) |
| C(013) | 7160(30) | -2900(30) | 5637(18) | 183(16) | 0,343(2) |
| C(014) | 8370(30) | -2680(17) | 5250(20) | 166(14) | 0,343(2) |
| C(015) | 9680(30) | -3021(16) | 5470(30) | 170(20) | 0,343(2) |

**Tab. E.4.1c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **1a**.

|              |            |               |          |
|--------------|------------|---------------|----------|
| Sn(1)-C(31)  | 2,166(5)   | Si(21)-C(211) | 1,876(7) |
| Sn(1)-Cl(1)  | 2,3970(14) | Si(22)-C(222) | 1,866(7) |
| Sn(1)-Si(2)  | 2,5959(16) | Si(22)-C(223) | 1,867(7) |
| Sn(1)-Si(1)  | 2,6031(15) | Si(22)-C(221) | 1,887(7) |
| Si(1)-Si(11) | 2,346(2)   | Si(23)-C(231) | 1,865(6) |

## E. Anhang

|               |          |               |           |
|---------------|----------|---------------|-----------|
| Si(1)-Si(13)  | 2,360(2) | Si(23)-C(233) | 1,868(7)  |
| Si(1)-Si(12)  | 2,363(2) | Si(23)-C(232) | 1,870(8)  |
| Si(2)-Si(23)  | 2,343(2) | C(31)-C(32)   | 1,373(9)  |
| Si(2)-Si(22)  | 2,356(2) | C(31)-C(36)   | 1,390(8)  |
| Si(2)-Si(21)  | 2,366(2) | C(32)-C(33)   | 1,394(10) |
| Si(11)-C(111) | 1,860(7) | C(33)-C(34)   | 1,392(12) |
| Si(11)-C(113) | 1,860(7) | C(34)-C(35)   | 1,378(13) |
| Si(11)-C(112) | 1,867(6) | C(35)-C(36)   | 1,368(9)  |
| Si(12)-C(121) | 1,864(7) | C(01)-C(02)   | 1,528(12) |
| Si(12)-C(122) | 1,874(7) | C(02)-C(03)   | 1,520(11) |
| Si(12)-C(123) | 1,880(6) | C(03)-C(04)   | 1,516(11) |
| Si(13)-C(132) | 1,870(7) | C(04)-C(05)   | 1,526(12) |
| Si(13)-C(131) | 1,871(7) | C(011)-C(012) | 1,526(12) |
| Si(13)-C(133) | 1,877(7) | C(012)-C(013) | 1,518(12) |
| Si(21)-C(213) | 1,866(7) | C(013)-C(014) | 1,520(12) |
| Si(21)-C(212) | 1,874(7) | C(014)-C(015) | 1,525(12) |

Tab. E.4.1d Bindungswinkel [°] von Verbindung 1a.

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(31)-Sn(1)-Cl(1)    | 100,28(16) | C(131)-Si(13)-Si(1)  | 112,1(2)  |
| C(31)-Sn(1)-Si(2)    | 110,12(15) | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 111,0(3)  |
| Cl(1)-Sn(1)-Si(2)    | 100,41(5)  | C(213)-Si(21)-C(212) | 109,2(3)  |
| C(31)-Sn(1)-Si(1)    | 103,05(15) | C(213)-Si(21)-C(211) | 107,9(3)  |
| Cl(1)-Sn(1)-Si(1)    | 103,55(5)  | C(212)-Si(21)-C(211) | 108,8(3)  |
| Si(2)-Sn(1)-Si(1)    | 134,38(5)  | C(213)-Si(21)-Si(2)  | 112,9(2)  |
| Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 108,40(8)  | C(212)-Si(21)-Si(2)  | 110,6(2)  |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 108,64(8)  | C(211)-Si(21)-Si(2)  | 107,3(2)  |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 107,20(8)  | C(222)-Si(22)-C(223) | 108,9(4)  |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 114,43(7)  | C(222)-Si(22)-C(221) | 107,1(3)  |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 106,32(7)  | C(223)-Si(22)-C(221) | 109,7(3)  |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 111,55(7)  | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 111,7(3)  |
| Si(23)-Si(2)-Si(22)  | 110,39(9)  | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 110,9(2)  |
| Si(23)-Si(2)-Si(21)  | 110,74(9)  | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 108,5(2)  |
| Si(22)-Si(2)-Si(21)  | 107,52(8)  | C(231)-Si(23)-C(233) | 108,8(4)  |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 110,51(7)  | C(231)-Si(23)-C(232) | 109,1(4)  |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 106,02(7)  | C(233)-Si(23)-C(232) | 109,1(4)  |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 111,51(7)  | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 110,4(2)  |
| C(111)-Si(11)-C(113) | 107,7(4)   | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 110,1(3)  |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 110,8(4)   | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 109,3(3)  |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 107,3(4)   | C(32)-C(31)-C(36)    | 119,1(6)  |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 110,4(2)   | C(32)-C(31)-Sn(1)    | 122,6(4)  |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 110,2(3)   | C(36)-C(31)-Sn(1)    | 118,2(5)  |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 110,3(2)   | C(31)-C(32)-C(33)    | 121,2(7)  |
| C(121)-Si(12)-C(122) | 109,3(3)   | C(34)-C(33)-C(32)    | 117,9(8)  |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 109,3(3)   | C(35)-C(34)-C(33)    | 121,5(7)  |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 105,9(3)   | C(36)-C(35)-C(34)    | 119,1(8)  |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 111,0(2)   | C(35)-C(36)-C(31)    | 121,2(8)  |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 113,9(2)   | C(03)-C(02)-C(01)    | 104,8(9)  |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 107,2(2)   | C(04)-C(03)-C(02)    | 108,3(15) |
| C(132)-Si(13)-C(131) | 107,3(4)   | C(03)-C(04)-C(05)    | 105,6(10) |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 108,6(3)   | C(013)-C(012)-C(011) | 105,5(10) |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 109,4(3)   | C(012)-C(013)-C(014) | 107,7(15) |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 108,3(2)   | C(013)-C(014)-C(015) | 105,2(10) |

Tab. E.4.1e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1a.

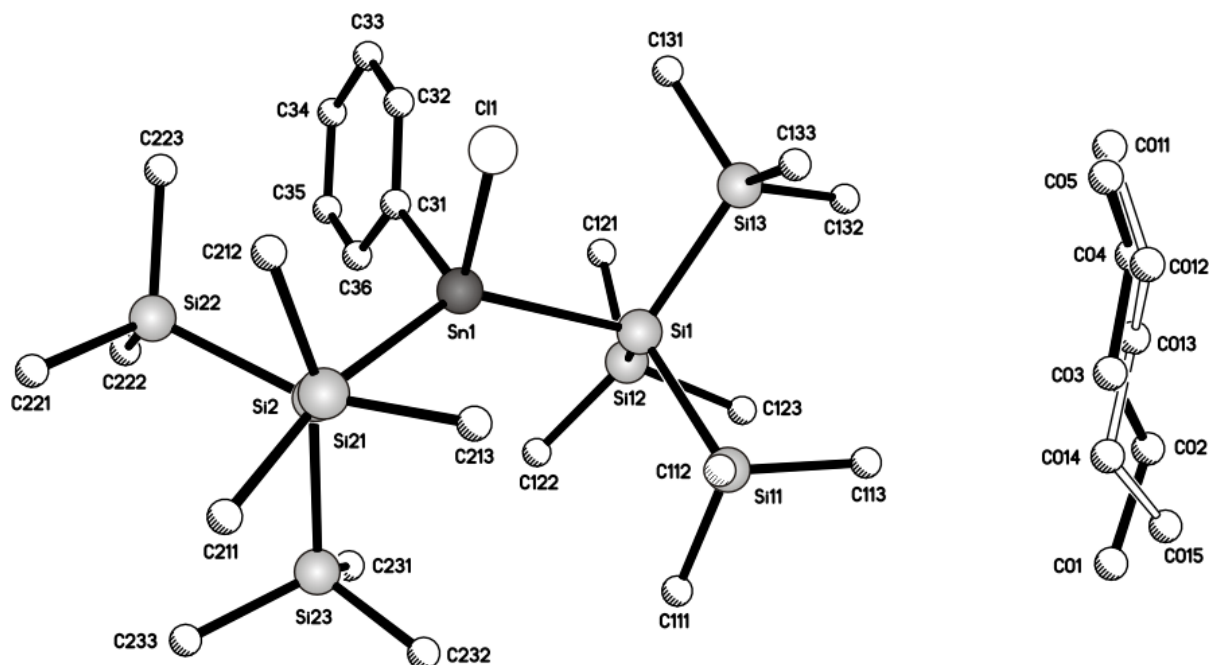
| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 40(1)    | 43(1)    | 44(1)    | -1(1)    | 6(1)     | -1(1)    |
| Cl(1)  | 47(1)    | 66(1)    | 68(1)    | 8(1)     | -5(1)    | -9(1)    |
| Si(1)  | 42(1)    | 44(1)    | 44(1)    | -2(1)    | 5(1)     | 0(1)     |
| Si(2)  | 39(1)    | 46(1)    | 50(1)    | 1(1)     | 5(1)     | -1(1)    |
| Si(11) | 49(1)    | 65(1)    | 51(1)    | -6(1)    | 7(1)     | 11(1)    |
| Si(12) | 59(1)    | 52(1)    | 48(1)    | 1(1)     | 0(1)     | 2(1)     |
| Si(13) | 50(1)    | 47(1)    | 73(1)    | -2(1)    | 9(1)     | -4(1)    |
| Si(21) | 54(1)    | 62(1)    | 50(1)    | 4(1)     | 2(1)     | 2(1)     |
| Si(22) | 58(1)    | 44(1)    | 67(1)    | 0(1)     | 12(1)    | 1(1)     |
| Si(23) | 41(1)    | 68(1)    | 65(1)    | 18(1)    | 6(1)     | -4(1)    |
| C(31)  | 60(3)    | 45(3)    | 42(3)    | -4(2)    | 11(3)    | 6(3)     |
| C(32)  | 73(4)    | 57(4)    | 70(4)    | 4(3)     | 34(3)    | 0(3)     |
| C(33)  | 130(8)   | 72(5)    | 87(5)    | -3(4)    | 64(5)    | 1(5)     |
| C(34)  | 191(11)  | 68(5)    | 58(4)    | -2(4)    | 50(6)    | 22(6)    |
| C(35)  | 127(7)   | 79(5)    | 47(4)    | -9(3)    | 2(4)     | 25(5)    |
| C(36)  | 81(5)    | 62(4)    | 56(3)    | -2(3)    | 6(3)     | 11(3)    |
| C(111) | 60(4)    | 101(6)   | 73(4)    | 5(4)     | 17(3)    | 1(4)     |
| C(112) | 85(5)    | 130(7)   | 45(3)    | -3(4)    | 3(3)     | 21(5)    |
| C(113) | 102(6)   | 78(5)    | 77(5)    | -23(4)   | 5(4)     | 29(5)    |
| C(123) | 66(4)    | 60(4)    | 63(4)    | 2(3)     | -6(3)    | 9(3)     |
| C(122) | 67(4)    | 66(4)    | 67(4)    | 4(3)     | -14(3)   | -3(4)    |
| C(121) | 92(5)    | 74(4)    | 51(3)    | 2(3)     | 7(3)     | 10(4)    |
| C(133) | 63(4)    | 65(4)    | 103(5)   | -26(4)   | -1(4)    | -9(3)    |
| C(132) | 73(5)    | 52(4)    | 125(6)   | 11(4)    | 13(4)    | -8(3)    |
| C(131) | 55(4)    | 64(4)    | 82(4)    | 6(3)     | 21(3)    | -5(3)    |
| C(213) | 98(5)    | 74(5)    | 65(4)    | -10(3)   | 0(4)     | 4(4)     |
| C(212) | 58(4)    | 88(5)    | 80(5)    | 9(4)     | -4(3)    | -2(4)    |
| C(211) | 70(4)    | 84(5)    | 58(4)    | 16(3)    | 17(3)    | 3(4)     |
| C(223) | 66(4)    | 68(4)    | 92(5)    | 4(4)     | 28(4)    | 13(3)    |
| C(222) | 103(6)   | 55(4)    | 82(5)    | -9(3)    | 4(4)     | -13(4)   |
| C(221) | 79(5)    | 51(4)    | 104(6)   | 12(4)    | 17(4)    | 5(3)     |
| C(233) | 57(4)    | 94(6)    | 125(6)   | 35(5)    | 0(4)     | -22(4)   |
| C(232) | 67(5)    | 119(7)   | 85(5)    | 10(5)    | 26(4)    | 24(5)    |
| C(231) | 54(4)    | 107(6)   | 85(5)    | 27(4)    | -5(4)    | -4(4)    |
| C(01)  | 208(16)  | 97(13)   | 84(10)   | -23(10)  | 0(10)    | 25(12)   |
| C(02)  | 191(16)  | 99(13)   | 94(10)   | -20(9)   | -31(11)  | 10(12)   |
| C(03)  | 189(15)  | 175(19)  | 104(13)  | -17(13)  | -27(13)  | 5(15)    |
| C(04)  | 196(16)  | 176(19)  | 134(16)  | 26(14)   | -27(14)  | -18(18)  |
| C(05)  | 211(16)  | 142(17)  | 123(18)  | 66(14)   | 63(15)   | 79(16)   |
| C(011) | 150(20)  | 140(30)  | 80(20)   | 30(20)   | 16(17)   | -20(20)  |
| C(012) | 140(20)  | 220(30)  | 97(19)   | -20(20)  | 3(15)    | 20(30)   |
| C(013) | 160(20)  | 240(40)  | 150(30)  | -20(30)  | -37(19)  | 10(30)   |
| C(014) | 140(20)  | 220(30)  | 130(30)  | -30(30)  | -50(20)  | 20(30)   |
| C(015) | 180(30)  | 130(30)  | 200(50)  | -100(30) | -50(30)  | 60(30)   |



**Tab. E.4.1f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1a**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c   | U(eq) |
|--------|-------|-------|-------|-------|
| H(32)  | 4410  | 279   | 8287  | 78    |
| H(33)  | 3931  | 479   | 9414  | 112   |
| H(34)  | 5765  | 856   | 10138 | 124   |
| H(35)  | 8042  | 989   | 9769  | 102   |
| H(36)  | 8487  | 772   | 8661  | 79    |
| H(11A) | 11889 | -872  | 7321  | 116   |
| H(11B) | 11343 | -364  | 6886  | 116   |
| H(11C) | 11954 | -871  | 6510  | 116   |
| H(11D) | 9204  | -1079 | 5581  | 130   |
| H(11E) | 8723  | -509  | 5843  | 130   |
| H(11F) | 7693  | -1012 | 5904  | 130   |
| H(11G) | 10303 | -1909 | 6498  | 129   |
| H(11H) | 8787  | -1937 | 6825  | 129   |
| H(11I) | 10232 | -1866 | 7306  | 129   |
| H(12A) | 11102 | -1408 | 9179  | 95    |
| H(12B) | 11226 | -1386 | 8372  | 95    |
| H(12C) | 9881  | -1672 | 8674  | 95    |
| H(12D) | 10480 | 154   | 8766  | 101   |
| H(12E) | 11591 | -224  | 8417  | 101   |
| H(12F) | 11504 | -235  | 9226  | 101   |
| H(12G) | 8985  | -666  | 9847  | 109   |
| H(12H) | 7789  | -1012 | 9424  | 109   |
| H(12I) | 7767  | -378  | 9365  | 109   |
| H(13A) | 4521  | -1702 | 6925  | 116   |
| H(13B) | 6037  | -1647 | 6603  | 116   |
| H(13C) | 5007  | -1141 | 6637  | 116   |
| H(13D) | 7396  | -1831 | 8599  | 125   |
| H(13E) | 7563  | -2094 | 7869  | 125   |
| H(13F) | 6089  | -2155 | 8227  | 125   |
| H(13G) | 4145  | -1284 | 8375  | 99    |
| H(13H) | 4331  | -716  | 8026  | 99    |
| H(13I) | 5309  | -872  | 8699  | 99    |
| H(21A) | 6535  | 325   | 4663  | 119   |
| H(21B) | 6411  | 51    | 5391  | 119   |
| H(21C) | 7949  | 219   | 5154  | 119   |
| H(21D) | 4683  | 1520  | 5689  | 114   |
| H(21E) | 4284  | 907   | 5779  | 114   |
| H(21F) | 4375  | 1151  | 5033  | 114   |
| H(21G) | 8688  | 1372  | 4992  | 105   |
| H(21H) | 7640  | 1830  | 5222  | 105   |
| H(21I) | 7217  | 1491  | 4549  | 105   |
| H(22A) | 4956  | 1397  | 7744  | 112   |
| H(22B) | 4397  | 1546  | 6980  | 112   |
| H(22C) | 4562  | 1999  | 7551  | 112   |
| H(22D) | 7623  | 2323  | 8130  | 120   |
| H(22E) | 8965  | 2007  | 7870  | 120   |
| H(22F) | 7853  | 1709  | 8320  | 120   |
| H(22G) | 6281  | 2287  | 6155  | 116   |
| H(22H) | 7896  | 2412  | 6437  | 116   |
| H(22I) | 6586  | 2685  | 6783  | 116   |
| H(23A) | 10517 | 2032  | 6775  | 139   |
| H(23B) | 10371 | 1873  | 5985  | 139   |
| H(23C) | 11873 | 1800  | 6421  | 139   |
| H(23D) | 11990 | 567   | 6115  | 134   |
| H(23E) | 10739 | 756   | 5568  | 134   |
| H(23F) | 10468 | 273   | 6072  | 134   |

|        |       |       |      |     |
|--------|-------|-------|------|-----|
| H(23G) | 10904 | 564   | 7646 | 124 |
| H(23H) | 10805 | 1175  | 7863 | 124 |
| H(23I) | 12196 | 961   | 7522 | 124 |
| H(01A) | 10855 | -2867 | 5426 | 196 |
| H(01B) | 9951  | -2327 | 5407 | 196 |
| H(01C) | 9725  | -2744 | 4795 | 196 |
| H(02A) | 8741  | -3367 | 5563 | 156 |
| H(02B) | 8896  | -2925 | 6155 | 156 |
| H(03A) | 7435  | -2332 | 5414 | 190 |
| H(03B) | 7177  | -2813 | 4883 | 190 |
| H(04A) | 6257  | -2796 | 6247 | 205 |
| H(04B) | 6144  | -3320 | 5778 | 205 |
| H(05A) | 3947  | -2837 | 5636 | 234 |
| H(05B) | 4699  | -2841 | 4931 | 234 |
| H(05C) | 4798  | -2324 | 5406 | 234 |
| H(01D) | 3684  | -2717 | 5396 | 185 |
| H(01E) | 4824  | -2500 | 5977 | 185 |
| H(01F) | 4494  | -3123 | 5919 | 185 |
| H(01G) | 5631  | -3179 | 4896 | 182 |
| H(01H) | 5822  | -2544 | 4876 | 182 |
| H(01I) | 7352  | -3279 | 5757 | 219 |
| H(01J) | 7076  | -2699 | 6063 | 219 |
| H(01K) | 8553  | -2303 | 5369 | 199 |
| H(01L) | 8138  | -2707 | 4751 | 199 |
| H(01M) | 10527 | -2874 | 5271 | 262 |
| H(01N) | 9515  | -3385 | 5303 | 262 |
| H(01O) | 9826  | -3021 | 5965 | 262 |



**Abb. E.1:** Molekülstruktur von **1a** mit Lösungsmittelmolekül inklusive Lagefehlordnung (C011 – C015).

E.4.2 BrSnHyp<sub>2</sub>Ph (**1b**)Tab. E.4.2a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1b** mit einem Molekül Benzol.

|  |   |   |
|--|---|---|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>30</sub> H <sub>65</sub> BrSi <sub>8</sub> Sn        |   |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 849,13 g/mol  |   |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |   |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | triklin, P $\bar{1}$  |   |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 9,7637(9) Å<br>b = 12,7574(12) Å<br>c = 19,2482(18) Å   | $\alpha = 101,827(2)^\circ$<br>$\beta = 90,735(2)^\circ$<br>$\gamma = 110,142(2)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 2194,0(4) Å <sup>3</sup>                                    |   |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 1,226 Mg/m <sup>3</sup>                                  |   |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,726 mm <sup>-1</sup>                                      |   |
| <b>F(000)</b>  | 842   |   |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,2 x 0,1 x 0,1 mm  |   |
| <b>Messbereich</b>   | 2,29° ≤ $\theta$ ≤ 28,04°                                   |   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -12 ≤ h ≤ 12; -16 ≤ k ≤ 16; -28 ≤ l ≤ 28                    |   |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 52965 / 10553 [R(int) = 0,0406]                             |   |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 28,04^\circ</math></b> | 99,2 %  |   |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |   |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 10553 / 0 / 352   |   |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,988   |   |
| <b>Gütefaktoren [<math> I  &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>       | R1 = 0,0197, wR2 = 0,0460                                   |   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0467, wR2 = 0,0477                                   |   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 0,417 e/Å <sup>3</sup> und -0,451 e/Å <sup>3</sup>          |   |

**Tab. E.4.2b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **1b** mit einem Molekül Benzol.

| Atom   | x/a      | y/b     | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|---------|---------|-------|
| Sn(1)  | 1402(1)  | 3763(1) | 2517(1) | 22(1) |
| Br(1)  | -763(1)  | 4284(1) | 3006(1) | 35(1) |
| Si(1)  | 1471(1)  | 2309(1) | 3284(1) | 22(1) |
| Si(11) | 3876(1)  | 2313(1) | 3411(1) | 30(1) |
| C(112) | 5051(2)  | 3688(2) | 4020(1) | 42(1) |
| C(111) | 3908(2)  | 1083(2) | 3797(1) | 56(1) |
| C(113) | 4656(2)  | 2188(2) | 2526(1) | 63(1) |
| Si(12) | -170(1)  | 500(1)  | 2663(1) | 31(1) |
| C(122) | -517(2)  | -507(2) | 3287(1) | 44(1) |
| C(121) | -1954(2) | 596(2)  | 2362(1) | 48(1) |
| C(123) | 615(3)   | -130(2) | 1869(1) | 62(1) |
| Si(13) | 595(1)   | 2718(1) | 4417(1) | 31(1) |
| C(133) | 1406(2)  | 4268(2) | 4861(1) | 50(1) |
| C(132) | -1457(2) | 2259(2) | 4335(1) | 46(1) |
| C(131) | 1144(2)  | 1895(2) | 5010(1) | 53(1) |
| Si(2)  | 3195(1)  | 5719(1) | 2320(1) | 24(1) |
| Si(21) | 5493(1)  | 5698(1) | 1947(1) | 36(1) |
| C(212) | 6357(2)  | 6954(2) | 1529(1) | 51(1) |
| C(211) | 6739(2)  | 5851(2) | 2744(1) | 53(1) |
| C(213) | 5364(2)  | 4394(2) | 1244(1) | 61(1) |
| Si(22) | 3608(1)  | 7169(1) | 3369(1) | 30(1) |
| C(223) | 1929(2)  | 7555(2) | 3530(1) | 44(1) |
| C(222) | 5174(2)  | 8494(2) | 3289(1) | 49(1) |
| C(221) | 4130(2)  | 6696(2) | 4160(1) | 51(1) |
| Si(23) | 2022(1)  | 6196(1) | 1407(1) | 33(1) |
| C(233) | 53(2)    | 5997(2) | 1522(1) | 46(1) |
| C(232) | 3006(2)  | 7769(2) | 1462(1) | 50(1) |
| C(231) | 2152(2)  | 5358(2) | 498(1)  | 55(1) |
| C(011) | 487(2)   | 2830(1) | 1443(1) | 28(1) |
| C(012) | -891(2)  | 2725(2) | 1164(1) | 36(1) |
| C(016) | 1326(2)  | 2348(2) | 997(1)  | 45(1) |
| C(013) | -1409(2) | 2155(2) | 462(1)  | 48(1) |
| C(014) | -557(2)  | 1677(2) | 31(1)   | 59(1) |
| C(015) | 806(3)   | 1768(2) | 290(1)  | 61(1) |
| C(01)  | -4423(2) | -739(2) | -406(1) | 56(1) |
| C(02)  | -4296(2) | -559(2) | 331(1)  | 56(1) |
| C(03)  | -4868(2) | 182(2)  | 734(1)  | 56(1) |

**Tab. E.4.2c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **1b**.

|               |            |               |            |
|---------------|------------|---------------|------------|
| Sn(1)-C(011)  | 2,1692(15) | Si(21)-C(213) | 1,881(2)   |
| Sn(1)-Br(1)   | 2,5601(3)  | Si(21)-C(212) | 1,8817(18) |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,6130(4)  | Si(21)-C(211) | 1,882(2)   |
| Sn(1)-Si(2)   | 2,6140(5)  | Si(22)-C(221) | 1,8736(18) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3557(6)  | Si(22)-C(223) | 1,8791(18) |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3653(6)  | Si(22)-C(222) | 1,8846(18) |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3769(6)  | Si(23)-C(233) | 1,8728(18) |
| Si(11)-C(112) | 1,8719(18) | Si(23)-C(232) | 1,8822(19) |
| Si(11)-C(113) | 1,875(2)   | Si(23)-C(231) | 1,8848(19) |
| Si(11)-C(111) | 1,8775(19) | C(011)-C(016) | 1,390(2)   |
| Si(12)-C(123) | 1,876(2)   | C(011)-C(012) | 1,395(2)   |
| Si(12)-C(121) | 1,8800(18) | C(012)-C(013) | 1,392(2)   |

## E. Anhang

|               |            |               |          |
|---------------|------------|---------------|----------|
| Si(12)-C(122) | 1,8852(18) | C(016)-C(015) | 1.404(2) |
| Si(13)-C(133) | 1,8654(19) | C(013)-C(014) | 1.383(3) |
| Si(13)-C(132) | 1,8784(18) | C(014)-C(015) | 1.374(3) |
| Si(13)-C(131) | 1,8862(18) | C(01)-C(03)#1 | 1.377(3) |
| Si(2)-Si(22)  | 2,3654(6)  | C(01)-C(02)   | 1.385(3) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,3716(6)  | C(02)-C(03)   | 1.372(3) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,3749(6)  | C(03)-C(01)#1 | 1.377(3) |

Tab. E.4.2d Bindungswinkel [°] von Verbindung 1b.

|                      |             |                      |            |
|----------------------|-------------|----------------------|------------|
| C(011)-Sn(1)-Br(1)   | 100,83(4)   | Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 110,45(2)  |
| C(011)-Sn(1)-Si(1)   | 109,10(4)   | Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 114,92(2)  |
| Br(1)-Sn(1)-Si(1)    | 99,964(11)  | Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 106,64(2)  |
| C(011)-Sn(1)-Si(2)   | 102,81(4)   | C(213)-Si(21)-C(212) | 105,53(10) |
| Br(1)-Sn(1)-Si(2)    | 102,463(12) | C(213)-Si(21)-C(211) | 110,64(10) |
| Si(1)-Sn(1)-Si(2)    | 136,352(14) | C(212)-Si(21)-C(211) | 108,05(9)  |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 111,47(2)   | C(213)-Si(21)-Si(2)  | 113,85(7)  |
| Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 110,75(2)   | C(212)-Si(21)-Si(2)  | 109,08(6)  |
| Si(12)-Si(1)-Si(13)  | 106,97(2)   | C(211)-Si(21)-Si(2)  | 109,47(6)  |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 109,534(19) | C(221)-Si(22)-C(223) | 109,50(9)  |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 106,104(19) | C(221)-Si(22)-C(222) | 106,96(9)  |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 111,92(2)   | C(223)-Si(22)-C(222) | 108,56(9)  |
| C(112)-Si(11)-C(113) | 108,88(10)  | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 110,81(6)  |
| C(112)-Si(11)-C(111) | 109,04(9)   | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 110,69(6)  |
| C(113)-Si(11)-C(111) | 108,36(11)  | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 110,22(7)  |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 109,06(6)   | C(233)-Si(23)-C(232) | 106,57(9)  |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 110,64(7)   | C(233)-Si(23)-C(231) | 108,92(9)  |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 110,81(7)   | C(232)-Si(23)-C(231) | 109,45(10) |
| C(123)-Si(12)-C(121) | 108,97(10)  | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 113,88(6)  |
| C(123)-Si(12)-C(122) | 107,15(10)  | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 106,31(6)  |
| C(121)-Si(12)-C(122) | 109,40(8)   | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 111,49(7)  |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 112,23(7)   | C(016)-C(011)-C(012) | 117,89(14) |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 111,12(6)   | C(016)-C(011)-Sn(1)  | 119,01(12) |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 107,84(6)   | C(012)-C(011)-Sn(1)  | 123,05(12) |
| C(133)-Si(13)-C(132) | 109,42(9)   | C(013)-C(012)-C(011) | 120,98(17) |
| C(133)-Si(13)-C(131) | 107,38(10)  | C(011)-C(016)-C(015) | 121,36(17) |
| C(132)-Si(13)-C(131) | 108,43(9)   | C(014)-C(013)-C(012) | 120,01(18) |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 112,15(6)   | C(015)-C(014)-C(013) | 120,37(17) |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,84(6)   | C(014)-C(015)-C(016) | 119,39(19) |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 108,49(7)   | C(03)#1-C(01)-C(02)  | 120,14(19) |
| Si(22)-Si(2)-Si(21)  | 108,65(2)   | C(03)-C(02)-C(01)    | 120,0(2)   |
| Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 108,55(2)   | C(02)-C(03)-C(01)#1  | 119,9(2)   |
| Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 107,41(2)   |                      |            |

Tab. E.4.2e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1b.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 21(1)    | 24(1)    | 22(1)    | 6(1)     | 4(1)     | 8(1)     |
| Br(1)  | 30(1)    | 45(1)    | 40(1)    | 16(1)    | 14(1)    | 22(1)    |
| Si(1)  | 22(1)    | 24(1)    | 22(1)    | 5(1)     | 2(1)     | 9(1)     |
| Si(11) | 25(1)    | 33(1)    | 34(1)    | 7(1)     | 2(1)     | 13(1)    |
| C(112) | 32(1)    | 43(1)    | 48(1)    | 9(1)     | -6(1)    | 9(1)     |
| C(111) | 44(1)    | 43(1)    | 91(2)    | 22(1)    | -2(1)    | 23(1)    |

## E. Anhang

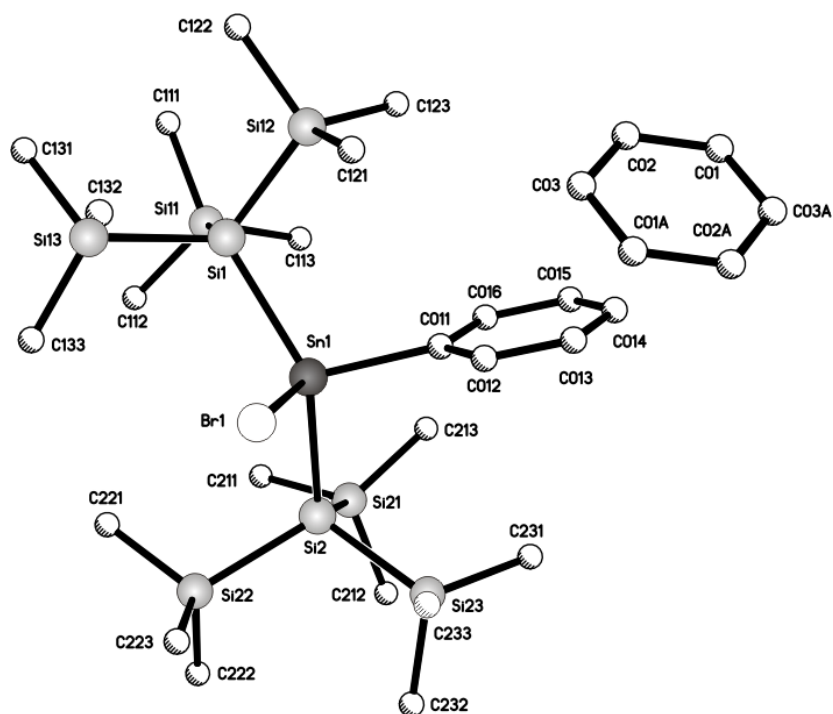
|        |       |       |       |       |        |       |
|--------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|
| C(113) | 44(1) | 93(2) | 50(1) | 1(1)  | 15(1)  | 30(1) |
| Si(12) | 33(1) | 24(1) | 33(1) | 6(1)  | 0(1)   | 5(1)  |
| C(122) | 39(1) | 33(1) | 60(1) | 20(1) | -3(1)  | 7(1)  |
| C(121) | 38(1) | 40(1) | 57(1) | 19(1) | -15(1) | -2(1) |
| C(123) | 80(2) | 38(1) | 52(1) | -6(1) | 17(1)  | 11(1) |
| Si(13) | 31(1) | 41(1) | 24(1) | 9(1)  | 7(1)   | 14(1) |
| C(133) | 55(1) | 52(1) | 36(1) | -6(1) | 7(1)   | 20(1) |
| C(132) | 38(1) | 65(1) | 41(1) | 20(1) | 16(1)  | 19(1) |
| C(131) | 59(1) | 75(1) | 37(1) | 28(1) | 10(1)  | 30(1) |
| Si(2)  | 22(1) | 26(1) | 27(1) | 9(1)  | 7(1)   | 10(1) |
| Si(21) | 29(1) | 36(1) | 50(1) | 18(1) | 19(1)  | 15(1) |
| C(212) | 35(1) | 55(1) | 73(1) | 35(1) | 24(1)  | 15(1) |
| C(211) | 34(1) | 70(1) | 73(1) | 37(1) | 18(1)  | 29(1) |
| C(213) | 62(1) | 56(1) | 71(2) | 13(1) | 35(1)  | 29(1) |
| Si(22) | 31(1) | 26(1) | 32(1) | 6(1)  | 4(1)   | 10(1) |
| C(223) | 43(1) | 43(1) | 47(1) | 2(1)  | 11(1)  | 20(1) |
| C(222) | 41(1) | 32(1) | 67(1) | 6(1)  | 5(1)   | 6(1)  |
| C(221) | 65(1) | 55(1) | 36(1) | 8(1)  | -4(1)  | 25(1) |
| Si(23) | 32(1) | 43(1) | 30(1) | 17(1) | 8(1)   | 15(1) |
| C(233) | 36(1) | 63(1) | 48(1) | 24(1) | 4(1)   | 22(1) |
| C(232) | 50(1) | 50(1) | 62(1) | 34(1) | 6(1)   | 18(1) |
| C(231) | 63(1) | 75(2) | 30(1) | 17(1) | 10(1)  | 27(1) |
| C(011) | 31(1) | 28(1) | 24(1) | 8(1)  | 1(1)   | 6(1)  |
| C(012) | 36(1) | 40(1) | 31(1) | 8(1)  | 2(1)   | 9(1)  |
| C(016) | 46(1) | 57(1) | 33(1) | 1(1)  | 0(1)   | 25(1) |
| C(013) | 44(1) | 56(1) | 35(1) | 9(1)  | -9(1)  | 8(1)  |
| C(014) | 73(2) | 66(1) | 28(1) | -5(1) | -8(1)  | 21(1) |
| C(015) | 72(2) | 77(2) | 33(1) | -8(1) | 4(1)   | 39(1) |
| C(01)  | 61(1) | 53(1) | 58(1) | 9(1)  | 22(1)  | 26(1) |
| C(02)  | 57(1) | 60(1) | 63(1) | 25(1) | 14(1)  | 27(1) |
| C(03)  | 61(1) | 63(1) | 44(1) | 13(1) | 14(1)  | 20(1) |

**Tab. E.4.2f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1b**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|-------|------|-------|
| H(11A) | 6069  | 3722  | 4045 | 64    |
| H(11B) | 4706  | 3727  | 4497 | 64    |
| H(11C) | 4992  | 4335  | 3837 | 64    |
| H(11D) | 4921  | 1118  | 3863 | 84    |
| H(11E) | 3327  | 359   | 3471 | 84    |
| H(11F) | 3492  | 1129  | 4258 | 84    |
| H(11G) | 5689  | 2273  | 2595 | 94    |
| H(11H) | 4579  | 2790  | 2300 | 94    |
| H(11I) | 4110  | 1436  | 2219 | 94    |
| H(12A) | -1124 | -1281 | 3030 | 66    |
| H(12B) | -1027 | -249  | 3685 | 66    |
| H(12C) | 419   | -514  | 3472 | 66    |
| H(12D) | -2626 | -168  | 2122 | 72    |
| H(12E) | -1777 | 1108  | 2030 | 72    |
| H(12F) | -2389 | 898   | 2776 | 72    |
| H(12G) | -81   | -891  | 1641 | 93    |
| H(12H) | 1537  | -195  | 2023 | 93    |
| H(12I) | 799   | 368   | 1528 | 93    |
| H(13A) | 1052  | 4393  | 5334 | 75    |
| H(13B) | 1115  | 4720  | 4573 | 75    |
| H(13C) | 2476  | 4506  | 4910 | 75    |

E. Anhang

|        |       |       |      |    |
|--------|-------|-------|------|----|
| H(13D) | -1792 | 2458  | 4805 | 69 |
| H(13E) | -1886 | 1428  | 4150 | 69 |
| H(13F) | -1764 | 2650  | 4009 | 69 |
| H(13G) | 701   | 1989  | 5462 | 80 |
| H(13H) | 2213  | 2187  | 5103 | 80 |
| H(13I) | 803   | 1081  | 4773 | 80 |
| H(21A) | 7345  | 6991  | 1414 | 77 |
| H(21B) | 6415  | 7662  | 1864 | 77 |
| H(21C) | 5762  | 6863  | 1092 | 77 |
| H(21D) | 7699  | 5868  | 2592 | 79 |
| H(21E) | 6314  | 5200  | 2968 | 79 |
| H(21F) | 6854  | 6565  | 3088 | 79 |
| H(21G) | 6319  | 4502  | 1056 | 91 |
| H(21H) | 4632  | 4282  | 857  | 91 |
| H(21I) | 5074  | 3720  | 1454 | 91 |
| H(22A) | 2124  | 8162  | 3963 | 67 |
| H(22B) | 1112  | 6879  | 3587 | 67 |
| H(22C) | 1675  | 7826  | 3122 | 67 |
| H(22D) | 5366  | 9074  | 3735 | 74 |
| H(22E) | 4917  | 8796  | 2897 | 74 |
| H(22F) | 6051  | 8301  | 3192 | 74 |
| H(22G) | 4281  | 7303  | 4589 | 77 |
| H(22H) | 5037  | 6537  | 4088 | 77 |
| H(22I) | 3345  | 6000  | 4217 | 77 |
| H(23A) | -349  | 6236  | 1138 | 69 |
| H(23B) | -20   | 6463  | 1983 | 69 |
| H(23C) | -502  | 5188  | 1505 | 69 |
| H(23D) | 2605  | 7998  | 1073 | 76 |
| H(23E) | 4052  | 7919  | 1422 | 76 |
| H(23F) | 2872  | 8209  | 1920 | 76 |
| H(23G) | 1719  | 5611  | 132  | 82 |
| H(23H) | 1622  | 4540  | 465  | 82 |
| H(23I) | 3183  | 5486  | 424  | 82 |
| H(01A) | -1485 | 3048  | 1457 | 44 |
| H(01B) | 2270  | 2412  | 1175 | 54 |
| H(01C) | -2348 | 2095  | 279  | 57 |
| H(01D) | -917  | 1284  | -447 | 70 |
| H(01E) | 1392  | 1441  | -8   | 73 |
| H(01)  | -4020 | -1247 | -685 | 67 |
| H(02)  | -3813 | -949  | 556  | 68 |
| H(03)  | -4774 | 311   | 1239 | 67 |



**Abb. E.2:** Molekülstruktur von **1b** mit Lösungsmittel. Die Kohlenstoffatome (C01A – C03A) des Solvenz wurden durch Symmetrieoperation ( $x-1$ ;  $-y$ ;  $-z$ ) erzeugt.



E.4.3 BrSn[Si(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiMe<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu]<sub>2</sub>Ph (**1d**)Tab. E.4.3a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1d**.

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>41</sub> H <sub>95</sub> ISi <sub>8</sub> Sn         |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 855,19 g/mol  |  |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | monoklin, P2 <sub>1</sub> /n                                |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 19,618(2) Å<br>b = 12,8389(13) Å<br>c = 20,107(2) Å     | α = 90°<br>β = 114,669 (3)°<br>γ = 90° |
| <b>Volumen</b>                               | 4602,1(9) Å <sup>3</sup>                                    |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 4; 1,234 Mg/m <sup>3</sup>                                  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 1,650 mm <sup>-1</sup>                                      |  |
| <b>F(000)</b>                                | 1792  |  |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,4 x 0,30 x 0,25 mm  |  |
| <b>Messbereich</b>                           | 2,28° ≤ θ ≤ 31,56°  |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -28 ≤ h ≤ 28; -19 ≤ k ≤ 19; -29 ≤ l ≤ 29                    |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 75366 / 15332 [R(int) = 0,0621]                             |  |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 29,60°</b>        | 99,7 %  |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 15332 / 0 / 384   |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 0,878   |  |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0255, wR2 = 0,0459                                   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,0514, wR2 = 0,0491                                   |  |
| <b>Extinktionskoeffizient</b>                | 0,00024(5)  |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 0,544 e/Å <sup>3</sup> und -0,434 e/Å <sup>3</sup>          |  |

**Tab. E.4.3b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **1d** mit einem Molekül Benzol.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Sn(1)  | 9870(1)  | 801(1)   | 7066(1) | 18(1) |
| Br(1)  | 10574(1) | 1665(1)  | 6392(1) | 28(1) |
| Si(2)  | 10761(1) | -776(1)  | 7713(1) | 20(1) |
| Si(23) | 12025(1) | -186(1)  | 8078(1) | 22(1) |
| Si(22) | 10391(1) | -1446(1) | 8608(1) | 25(1) |
| Si(1)  | 9305(1)  | 2457(1)  | 7420(1) | 20(1) |
| Si(13) | 10155(1) | 3639(1)  | 8283(1) | 26(1) |
| Si(21) | 10455(1) | -2051(1) | 6768(1) | 28(1) |
| Si(12) | 8787(1)  | 3448(1)  | 6317(1) | 31(1) |
| Si(11) | 8258(1)  | 1999(1)  | 7662(1) | 29(1) |
| C(1)   | 8332(1)  | -284(1)  | 6212(1) | 25(1) |
| C(2)   | 8947(1)  | 129(1)   | 6134(1) | 21(1) |
| C(3)   | 8956(1)  | 100(1)   | 5449(1) | 29(1) |
| C(4)   | 10550(1) | 3253(1)  | 9291(1) | 32(1) |
| C(5)   | 8360(1)  | -332(1)  | 4856(1) | 35(1) |
| C(6)   | 12747(1) | -953(1)  | 8869(1) | 29(1) |
| C(7)   | 7730(1)  | -701(1)  | 5617(1) | 32(1) |
| C(8)   | 10589(1) | -1550(2) | 5957(1) | 46(1) |
| C(9)   | 7747(1)  | -719(1)  | 4939(1) | 35(1) |
| C(10)  | 12100(1) | 1216(1)  | 8349(1) | 35(1) |
| C(11)  | 10932(1) | -2649(1) | 9050(1) | 39(1) |
| C(12)  | 9618(1)  | 4895(1)  | 8174(1) | 44(1) |
| C(13)  | 12259(1) | -299(2)  | 7269(1) | 34(1) |
| C(14)  | 13542(1) | -573(2)  | 9002(1) | 45(1) |
| C(15)  | 10514(1) | -485(2)  | 9350(1) | 43(1) |
| C(16)  | 9370(1)  | -1828(2) | 8168(1) | 42(1) |
| C(17)  | 8043(1)  | 4332(2)  | 6373(1) | 47(1) |
| C(18)  | 9496(1)  | 4289(2)  | 6180(1) | 45(1) |
| C(19)  | 12702(1) | -2120(1) | 8692(1) | 41(1) |
| C(20)  | 8462(1)  | 856(2)   | 8297(1) | 53(1) |
| C(1C)  | 7959(1)  | 3116(2)  | 8076(1) | 44(1) |
| C(2A)  | 12636(1) | -780(2)  | 9571(1) | 40(1) |
| C(3B)  | 11094(1) | -3199(2) | 7132(1) | 47(1) |
| C(4D)  | 10967(1) | 3892(2)  | 8044(1) | 39(1) |
| C(5C)  | 7414(1)  | 1660(2)  | 6803(1) | 48(1) |
| C(6A)  | 8333(1)  | 2621(2)  | 5478(1) | 44(1) |
| C(7B)  | 9479(1)  | -2581(1) | 6446(1) | 43(1) |
| C(8C)  | 9939(1)  | 3015(2)  | 6446(1) | 77(1) |
| C(9D)  | 11022(1) | 4159(2)  | 9755(1) | 67(1) |
| C(10D) | 11058(1) | 2312(2)  | 9426(1) | 65(1) |

**Tab. E.4.3c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **1d**.

|              |            |              |            |
|--------------|------------|--------------|------------|
| Sn(1)-C(2)   | 2,1688(15) | Si(21)-C(7B) | 1,8740(18) |
| Sn(1)-Br(1)  | 2,5558(3)  | Si(21)-C(3B) | 1,8751(18) |
| Sn(1)-Si(1)  | 2,6300(5)  | Si(12)-C(18) | 1,871(2)   |
| Sn(1)-Si(2)  | 2,6346(5)  | Si(12)-C(6A) | 1,8739(19) |
| Si(2)-Si(22) | 2,3660(6)  | Si(12)-C(17) | 1,8890(18) |
| Si(2)-Si(21) | 2,3873(7)  | Si(11)-C(1C) | 1,8708(18) |
| Si(2)-Si(23) | 2,3964(7)  | Si(11)-C(20) | 1,875(2)   |
| Si(23)-C(10) | 1,8682(18) | Si(11)-C(5C) | 1,8784(18) |
| Si(23)-C(13) | 1,8704(17) | C(1)-C(2)    | 1,386(2)   |

## E. Anhang

|              |            |             |          |
|--------------|------------|-------------|----------|
| Si(23)-C(6)  | 1,9047(17) | C(1)-C(7)   | 1,390(2) |
| Si(22)-C(15) | 1,8722(18) | C(2)-C(3)   | 1,385(2) |
| Si(22)-C(11) | 1,8744(17) | C(3)-C(5)   | 1,390(2) |
| Si(22)-C(16) | 1,8846(18) | C(4)-C(8C)  | 1,507(3) |
| Si(1)-Si(11) | 2,3742(7)  | C(4)-C(10D) | 1,518(3) |
| Si(1)-Si(13) | 2,3830(7)  | C(4)-C(9D)  | 1,537(3) |
| Si(1)-Si(12) | 2,3853(7)  | C(5)-C(9)   | 1,375(2) |
| Si(13)-C(4D) | 1,8742(18) | C(6)-C(19)  | 1,533(2) |
| Si(13)-C(12) | 1,8889(19) | C(6)-C(2A)  | 1,533(2) |
| Si(13)-C(4)  | 1,9084(18) | C(6)-C(14)  | 1,547(2) |
| Si(21)-C(8)  | 1,8708(19) | C(7)-C(9)   | 1,378(2) |

Tab. E.4.3d Bindungswinkel [°] von Verbindung 1d.

|                     |             |                    |            |
|---------------------|-------------|--------------------|------------|
| C(2)-Sn(1)-Br(1)    | 98,95(4)    | C(8)-Si(21)-C(3B)  | 107,28(10) |
| C(2)-Sn(1)-Si(1)    | 105,13(4)   | C(7B)-Si(21)-C(3B) | 105,61(9)  |
| Br(1)-Sn(1)-Si(1)   | 100,042(13) | C(8)-Si(21)-Si(2)  | 112,22(7)  |
| C(2)-Sn(1)-Si(2)    | 105,29(4)   | C(7B)-Si(21)-Si(2) | 113,92(6)  |
| Br(1)-Sn(1)-Si(2)   | 101,651(13) | C(3B)-Si(21)-Si(2) | 108,87(6)  |
| Si(1)-Sn(1)-Si(2)   | 139,013(15) | C(18)-Si(12)-C(6A) | 107,31(10) |
| Si(22)-Si(2)-Si(21) | 107,53(2)   | C(18)-Si(12)-C(17) | 107,61(9)  |
| Si(22)-Si(2)-Si(23) | 119,28(2)   | C(6A)-Si(12)-C(17) | 107,76(9)  |
| Si(21)-Si(2)-Si(23) | 110,13(2)   | C(18)-Si(12)-Si(1) | 113,01(6)  |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)  | 107,73(2)   | C(6A)-Si(12)-Si(1) | 113,12(6)  |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)  | 103,84(2)   | C(17)-Si(12)-Si(1) | 107,77(6)  |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)  | 107,25(2)   | C(1C)-Si(11)-C(20) | 108,35(10) |
| C(10)-Si(23)-C(13)  | 108,05(9)   | C(1C)-Si(11)-C(5C) | 105,51(9)  |
| C(10)-Si(23)-C(6)   | 108,28(8)   | C(20)-Si(11)-C(5C) | 107,48(10) |
| C(13)-Si(23)-C(6)   | 108,57(8)   | C(1C)-Si(11)-Si(1) | 111,11(7)  |
| C(10)-Si(23)-Si(2)  | 109,86(6)   | C(20)-Si(11)-Si(1) | 112,07(7)  |
| C(13)-Si(23)-Si(2)  | 107,92(6)   | C(5C)-Si(11)-Si(1) | 112,01(7)  |
| C(6)-Si(23)-Si(2)   | 114,00(5)   | C(2)-C(1)-C(7)     | 121,11(15) |
| C(15)-Si(22)-C(11)  | 107,80(9)   | C(3)-C(2)-C(1)     | 118,39(15) |
| C(15)-Si(22)-C(16)  | 107,72(9)   | C(3)-C(2)-Sn(1)    | 121,16(12) |
| C(11)-Si(22)-C(16)  | 106,82(9)   | C(1)-C(2)-Sn(1)    | 120,46(11) |
| C(15)-Si(22)-Si(2)  | 112,82(7)   | C(2)-C(3)-C(5)     | 120,57(16) |
| C(11)-Si(22)-Si(2)  | 111,55(6)   | C(8C)-C(4)-C(10D)  | 109,43(19) |
| C(16)-Si(22)-Si(2)  | 109,89(6)   | C(8C)-C(4)-C(9D)   | 108,30(18) |
| Si(11)-Si(1)-Si(13) | 114,27(2)   | C(10D)-C(4)-C(9D)  | 108,02(17) |
| Si(11)-Si(1)-Si(12) | 104,66(2)   | C(8C)-C(4)-Si(13)  | 112,17(13) |
| Si(13)-Si(1)-Si(12) | 103,56(3)   | C(10D)-C(4)-Si(13) | 109,97(13) |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)  | 110,73(2)   | C(9D)-C(4)-Si(13)  | 108,85(14) |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)  | 117,77(2)   | C(9)-C(5)-C(3)     | 120,33(16) |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)  | 104,11(2)   | C(19)-C(6)-C(2A)   | 109,75(15) |
| C(4D)-Si(13)-C(12)  | 108,38(9)   | C(19)-C(6)-C(14)   | 107,84(15) |
| C(4D)-Si(13)-C(4)   | 107,86(8)   | C(2A)-C(6)-C(14)   | 108,39(15) |
| C(12)-Si(13)-C(4)   | 107,69(9)   | C(19)-C(6)-Si(23)  | 111,14(12) |
| C(4D)-Si(13)-Si(1)  | 109,56(6)   | C(2A)-C(6)-Si(23)  | 110,59(12) |
| C(12)-Si(13)-Si(1)  | 105,78(6)   | C(14)-C(6)-Si(23)  | 109,05(12) |
| C(4)-Si(13)-Si(1)   | 117,28(6)   | C(9)-C(7)-C(1)     | 119,71(16) |
| C(8)-Si(21)-C(7B)   | 108,54(9)   | C(5)-C(9)-C(7)     | 119,87(16) |

Tab. E.4.3e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1d.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 17(1)    | 18(1)    | 17(1)    | 0(1)     | 7(1)     | 0(1)     |
| Br(1)  | 27(1)    | 31(1)    | 31(1)    | 6(1)     | 16(1)    | -2(1)    |
| Si(2)  | 19(1)    | 19(1)    | 21(1)    | 2(1)     | 10(1)    | 2(1)     |
| Si(23) | 19(1)    | 25(1)    | 23(1)    | 1(1)     | 10(1)    | 1(1)     |
| Si(22) | 24(1)    | 26(1)    | 28(1)    | 6(1)     | 15(1)    | 3(1)     |
| Si(1)  | 19(1)    | 22(1)    | 20(1)    | -1(1)    | 8(1)     | 2(1)     |
| Si(13) | 27(1)    | 22(1)    | 29(1)    | -3(1)    | 11(1)    | -3(1)    |
| Si(21) | 31(1)    | 23(1)    | 31(1)    | -4(1)    | 14(1)    | 2(1)     |
| Si(12) | 33(1)    | 31(1)    | 28(1)    | 7(1)     | 12(1)    | 12(1)    |
| Si(11) | 20(1)    | 36(1)    | 34(1)    | -6(1)    | 13(1)    | -1(1)    |
| C(1)   | 27(1)    | 27(1)    | 22(1)    | 1(1)     | 10(1)    | 3(1)     |
| C(2)   | 23(1)    | 20(1)    | 17(1)    | 0(1)     | 5(1)     | 1(1)     |
| C(3)   | 31(1)    | 34(1)    | 25(1)    | -2(1)    | 13(1)    | -6(1)    |
| C(4)   | 29(1)    | 37(1)    | 28(1)    | -6(1)    | 9(1)     | -5(1)    |
| C(5)   | 43(1)    | 42(1)    | 21(1)    | -7(1)    | 13(1)    | -9(1)    |
| C(6)   | 20(1)    | 34(1)    | 30(1)    | 5(1)     | 9(1)     | 1(1)     |
| C(7)   | 24(1)    | 35(1)    | 36(1)    | -2(1)    | 11(1)    | -5(1)    |
| C(8)   | 56(1)    | 53(1)    | 34(1)    | -9(1)    | 24(1)    | -6(1)    |
| C(9)   | 32(1)    | 37(1)    | 26(1)    | -8(1)    | 3(1)     | -8(1)    |
| C(10)  | 30(1)    | 30(1)    | 40(1)    | -4(1)    | 9(1)     | -1(1)    |
| C(11)  | 39(1)    | 35(1)    | 50(1)    | 18(1)    | 25(1)    | 7(1)     |
| C(12)  | 48(1)    | 27(1)    | 51(1)    | -8(1)    | 13(1)    | 3(1)     |
| C(13)  | 27(1)    | 46(1)    | 33(1)    | 0(1)     | 18(1)    | -3(1)    |
| C(14)  | 22(1)    | 57(1)    | 51(1)    | 16(1)    | 10(1)    | 3(1)     |
| C(15)  | 48(1)    | 50(1)    | 38(1)    | -3(1)    | 26(1)    | 1(1)     |
| C(16)  | 29(1)    | 52(1)    | 45(1)    | 9(1)     | 16(1)    | -4(1)    |
| C(17)  | 49(1)    | 51(1)    | 42(1)    | 14(1)    | 19(1)    | 28(1)    |
| C(18)  | 52(1)    | 38(1)    | 46(1)    | 16(1)    | 21(1)    | 10(1)    |
| C(19)  | 33(1)    | 38(1)    | 51(1)    | 12(1)    | 18(1)    | 12(1)    |
| C(20)  | 46(1)    | 57(1)    | 65(2)    | 17(1)    | 32(1)    | -5(1)    |
| C(1C)  | 33(1)    | 59(1)    | 47(1)    | -16(1)   | 22(1)    | 4(1)     |
| C(2A)  | 33(1)    | 53(1)    | 27(1)    | 6(1)     | 7(1)     | 0(1)     |
| C(3B)  | 50(1)    | 34(1)    | 53(1)    | -12(1)   | 18(1)    | 11(1)    |
| C(4D)  | 35(1)    | 42(1)    | 43(1)    | 2(1)     | 19(1)    | -9(1)    |
| C(5C)  | 23(1)    | 61(1)    | 55(1)    | -23(1)   | 10(1)    | -1(1)    |
| C(6A)  | 49(1)    | 45(1)    | 27(1)    | 7(1)     | 4(1)     | 14(1)    |
| C(7B)  | 39(1)    | 31(1)    | 56(1)    | -13(1)   | 17(1)    | -7(1)    |
| C(8C)  | 47(1)    | 155(3)   | 31(1)    | 5(1)     | 17(1)    | -18(2)   |
| C(9D)  | 74(2)    | 61(2)    | 40(1)    | -15(1)   | -2(1)    | -15(1)   |
| C(10D) | 85(2)    | 58(2)    | 38(1)    | 11(1)    | 11(1)    | 25(1)    |

Tab. E.4.3f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1d.

| Atom  | x/a   | y/b   | z/c  | U(eq) |
|-------|-------|-------|------|-------|
| H(1A) | 8321  | -282  | 6680 | 30    |
| H(3A) | 9373  | 378   | 5384 | 35    |
| H(5A) | 8376  | -360  | 4391 | 42    |
| H(7A) | 7309  | -973  | 5678 | 38    |
| H(8A) | 10286 | -1964 | 5524 | 69    |
| H(8B) | 11119 | -1603 | 6050 | 69    |
| H(8C) | 10431 | -819  | 5871 | 69    |

E. Anhang

|        |       |       |       |     |
|--------|-------|-------|-------|-----|
| H(9A)  | 7335  | -997  | 4530  | 42  |
| H(10A) | 12624 | 1440  | 8526  | 53  |
| H(10B) | 11929 | 1304  | 8739  | 53  |
| H(10C) | 11788 | 1637  | 7925  | 53  |
| H(11A) | 10706 | -2977 | 9350  | 58  |
| H(11B) | 11453 | -2461 | 9361  | 58  |
| H(11C) | 10920 | -3137 | 8671  | 58  |
| H(12A) | 9941  | 5414  | 8520  | 67  |
| H(12B) | 9176  | 4769  | 8273  | 67  |
| H(12C) | 9457  | 5154  | 7673  | 67  |
| H(13A) | 12752 | 13    | 7387  | 50  |
| H(13B) | 11878 | 67    | 6851  | 50  |
| H(13C) | 12269 | -1035 | 7146  | 50  |
| H(14A) | 13917 | -960  | 9411  | 68  |
| H(14B) | 13587 | 172   | 9119  | 68  |
| H(14C) | 13626 | -688  | 8560  | 68  |
| H(15A) | 10371 | -810  | 9714  | 64  |
| H(15B) | 10195 | 124   | 9139  | 64  |
| H(15C) | 11040 | -266  | 9585  | 64  |
| H(16A) | 9183  | -1913 | 8547  | 63  |
| H(16B) | 9315  | -2485 | 7903  | 63  |
| H(16C) | 9081  | -1282 | 7825  | 63  |
| H(17A) | 7873  | 4820  | 5961  | 71  |
| H(17B) | 8252  | 4721  | 6834  | 71  |
| H(17C) | 7617  | 3912  | 6353  | 71  |
| H(18A) | 9256  | 4665  | 5715  | 67  |
| H(18B) | 9902  | 3853  | 6170  | 67  |
| H(18C) | 9702  | 4791  | 6582  | 67  |
| H(19A) | 13084 | -2494 | 9104  | 61  |
| H(19B) | 12788 | -2228 | 8251  | 61  |
| H(19C) | 12203 | -2382 | 8609  | 61  |
| H(20A) | 8022  | 707   | 8394  | 79  |
| H(20B) | 8892  | 1018  | 8758  | 79  |
| H(20C) | 8579  | 247   | 8070  | 79  |
| H(1CA) | 7517  | 2915  | 8155  | 66  |
| H(1CB) | 7835  | 3715  | 7744  | 66  |
| H(1CC) | 8368  | 3303  | 8545  | 66  |
| H(2AA) | 13018 | -1169 | 9974  | 60  |
| H(2AB) | 12137 | -1024 | 9498  | 60  |
| H(2AC) | 12683 | -36   | 9691  | 60  |
| H(3BA) | 10962 | -3736 | 6753  | 70  |
| H(3BB) | 11038 | -3482 | 7560  | 70  |
| H(3BC) | 11614 | -2980 | 7275  | 70  |
| H(4DA) | 11281 | 4446  | 8358  | 59  |
| H(4DB) | 10779 | 4107  | 7530  | 59  |
| H(4DC) | 11265 | 3255  | 8118  | 59  |
| H(5CA) | 7005  | 1437  | 6928  | 72  |
| H(5CB) | 7542  | 1093  | 6548  | 72  |
| H(5CC) | 7256  | 2272  | 6483  | 72  |
| H(6AA) | 8070  | 3068  | 5052  | 66  |
| H(6AB) | 7974  | 2145  | 5542  | 66  |
| H(6AC) | 8718  | 2217  | 5402  | 66  |
| H(7BA) | 9387  | -3078 | 6047  | 64  |
| H(7BB) | 9117  | -2008 | 6269  | 64  |
| H(7BC) | 9423  | -2934 | 6852  | 64  |
| H(8CA) | 10165 | 2848  | 10062 | 116 |
| H(8CB) | 9644  | 2419  | 9262  | 116 |
| H(8CC) | 9611  | 3623  | 9452  | 116 |
| H(9DA) | 11221 | 3973  | 10275 | 101 |
| H(9DB) | 10708 | 4783  | 9667  | 101 |
| H(9DC) | 11439 | 4301  | 9620  | 101 |

|        |       |      |      |    |
|--------|-------|------|------|----|
| H(10D) | 11224 | 2082 | 9935 | 97 |
| H(10E) | 11496 | 2499 | 9335 | 97 |
| H(10F) | 10783 | 1746 | 9096 | 97 |

## E.4.4 $\text{ISn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2^t\text{Bu}]_2\text{Ph}$ (**1e**)

**Tab. E.4.4a** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1e** mit einem Molekül THF.

|  |  |  |
|--|--|--|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{34}\text{H}_{79}\text{ISi}_8\text{SnO}$                 |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 874,28 g/mol   |  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K   |  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å  |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | triklin, $P\bar{1}$  |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | $a = 9,9874(5)$ Å<br>$b = 13,0831(6)$ Å<br>$c = 20,9524(10)$ Å     | $\alpha = 96,2352(17)^\circ$<br>$\beta = 99,3815(17)^\circ$<br>$\gamma = 108,6401(15)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 2521,4(9) Å <sup>3</sup>   |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 1,281 Mg/m <sup>3</sup>   |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,330 mm <sup>-1</sup>   |  |
| <b>F(000)</b>  | 1012   |  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,15 x 0,15 x 0,10 mm  |  |
| <b>Messbereich</b>   | $2,37^\circ \leq \theta \leq 26,00^\circ$                          |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | $-12 \leq h \leq 12$ ; $-16 \leq k \leq 16$ ; $-25 \leq l \leq 25$ |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 47934 / 9911 [R(int) = 0,2074]                                     |  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 26,00^\circ</math></b> | 99,9 %   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an $F^2$                 |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 9911 / 48 / 416  |  |
| <b>Anpassungsgüte an <math>F^2</math> (GOF)</b>              | 0,709  |  |
| <b>Gütefaktoren [<math>I &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>         | R1 = 0,0495, wR2 = 0,0608  |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,1608, wR2 = 0,0789  |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 0,680 e/Å <sup>3</sup> und -0,546 e/Å <sup>3</sup>                 |  |

**Tab. E.4.4b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ), äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) und Besetzungsfaktoren von Verbindung **1e**.

| Atom   | x/a      | y/b       | z/c      | U(eq)  | k        |
|--------|----------|-----------|----------|--------|----------|
| I(1)   | 3549(1)  | 11036(1)  | 6650(1)  | 38(1)  |          |
| Sn(1)  | 6089(1)  | 10775(1)  | 7256(1)  | 24(1)  | 0,974(2) |
| Sn(1B) | 5760(20) | 11089(16) | 7728(12) | 31(8)  | 0,026(2) |
| Si(13) | 6531(2)  | 8334(2)   | 8397(1)  | 37(1)  |          |
| Si(12) | 4331(2)  | 7528(2)   | 6653(1)  | 35(1)  |          |
| Si(2)  | 7736(2)  | 12848(2)  | 7696(1)  | 30(1)  |          |
| Si(21) | 10134(2) | 12952(2)  | 7647(1)  | 47(1)  |          |
| C(211) | 11473(7) | 14336(6)  | 8081(4)  | 62(3)  |          |
| C(212) | 10644(8) | 11888(6)  | 8064(4)  | 57(3)  |          |
| C(213) | 10366(9) | 12807(6)  | 6771(4)  | 66(3)  |          |
| Si(22) | 7892(3)  | 13750(2)  | 8769(1)  | 45(1)  |          |
| Si(23) | 7108(2)  | 13890(2)  | 6903(1)  | 41(1)  |          |
| Si(1)  | 4964(2)  | 8865(2)   | 7629(1)  | 26(1)  |          |
| Si(11) | 2688(2)  | 8694(2)   | 7909(1)  | 28(1)  |          |
| C(2A)  | 8137(6)  | 9990(5)   | 6574(3)  | 11(2)  |          |
| C(121) | 3496(8)  | 7970(6)   | 5915(3)  | 54(3)  |          |
| C(111) | 2641(7)  | 9960(5)   | 8397(3)  | 40(2)  |          |
| C(221) | 8523(8)  | 15274(5)  | 8762(3)  | 49(2)  |          |
| C(131) | 7160(8)  | 9220(6)   | 9231(4)  | 44(2)  |          |
| C(112) | 1241(7)  | 8312(5)   | 7152(3)  | 40(2)  |          |
| C(134) | 5895(8)  | 9407(6)   | 9493(3)  | 45(2)  |          |
| C(113) | 2183(7)  | 7579(5)   | 8417(3)  | 39(2)  |          |
| C(122) | 5866(8)  | 7139(6)   | 6434(4)  | 54(3)  |          |
| C(222) | 9289(7)  | 13465(6)  | 9382(4)  | 55(3)  |          |
| C(5A)  | 7219(8)  | 10210(6)  | 5300(4)  | 45(2)  |          |
| C(123) | 2975(7)  | 6222(5)   | 6789(3)  | 46(2)  |          |
| C(135) | 8259(8)  | 10360(6)  | 9188(4)  | 69(3)  |          |
| C(3A)  | 8807(8)  | 9716(6)   | 6088(4)  | 47(2)  |          |
| C(1A)  | 7015(8)  | 10340(5)  | 6444(3)  | 27(2)  |          |
| C(224) | 5810(9)  | 12196(6)  | 9232(4)  | 64(3)  |          |
| C(04)  | 8066(12) | 15334(7)  | 4942(5)  | 71(3)  |          |
| C(132) | 8195(8)  | 8303(7)   | 8085(4)  | 60(3)  |          |
| C(231) | 5521(8)  | 14301(6)  | 7030(4)  | 51(3)  |          |
| C(232) | 6724(9)  | 13213(6)  | 6028(4)  | 61(3)  |          |
| C(133) | 5528(8)  | 6884(5)   | 8496(4)  | 52(3)  |          |
| C(136) | 7944(9)  | 8669(7)   | 9724(4)  | 69(3)  |          |
| C(6A)  | 6536(8)  | 10466(6)  | 5812(4)  | 37(2)  |          |
| C(225) | 6413(10) | 14132(7)  | 9763(4)  | 83(3)  |          |
| C(233) | 8682(8)  | 15186(5)  | 6992(4)  | 50(2)  |          |
| C(4A)  | 8351(9)  | 9825(6)   | 5434(4)  | 49(2)  |          |
| C(01)  | 7598(12) | 16850(9)  | 4778(5)  | 96(4)  |          |
| C(02)  | 9110(13) | 17150(8)  | 5127(6)  | 110(4) |          |
| C(226) | 4904(8)  | 13462(7)  | 8612(4)  | 76(3)  |          |
| C(03)  | 9320(14) | 16115(10) | 5108(6)  | 141(6) |          |
| C(223) | 6178(10) | 13380(6)  | 9102(4)  | 52(3)  |          |
| C(05)  | 7004(13) | 15704(9)  | 4873(7)  | 125(6) |          |

**Tab. E.4.4c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **1e**.

|             |           |               |          |
|-------------|-----------|---------------|----------|
| I(1)-Sn(1)  | 2,7859(8) | Si(23)-C(232) | 1,869(8) |
| I(1)-Sn(1B) | 2,87(2)   | Si(23)-C(233) | 1,875(6) |
| Sn(1)-C(1A) | 2,171(7)  | Si(23)-C(231) | 1,877(7) |

## E. Anhang

|               |           |               |           |
|---------------|-----------|---------------|-----------|
| Sn(1)-Si(2)   | 2,650(2)  | Si(1)-Si(11)  | 2,388(3)  |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,651(2)  | Si(11)-C(112) | 1,863(7)  |
| Sn(1B)-Si(2)  | 2,525(19) | Si(11)-C(111) | 1,868(7)  |
| Sn(1B)-Si(1)  | 2,73(2)   | Si(11)-C(113) | 1,886(6)  |
| Si(13)-C(131) | 1,878(8)  | C(2A)-C(1A)   | 1,340(8)  |
| Si(13)-C(132) | 1,892(7)  | C(2A)-C(3A)   | 1,381(9)  |
| Si(13)-C(133) | 1,892(7)  | C(131)-C(134) | 1,534(9)  |
| Si(13)-Si(1)  | 2,375(3)  | C(131)-C(135) | 1,566(9)  |
| Si(12)-C(122) | 1,870(7)  | C(131)-C(136) | 1,568(9)  |
| Si(12)-C(121) | 1,872(7)  | C(5A)-C(4A)   | 1,379(10) |
| Si(12)-C(123) | 1,894(6)  | C(5A)-C(6A)   | 1,426(9)  |
| Si(12)-Si(1)  | 2,395(3)  | C(3A)-C(4A)   | 1,410(10) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,374(3)  | C(1A)-C(6A)   | 1,379(9)  |
| Si(2)-Si(22)  | 2,381(3)  | C(224)-C(223) | 1,539(10) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,389(3)  | C(04)-C(05)   | 1,294(12) |
| Si(21)-C(212) | 1,880(7)  | C(04)-C(03)   | 1,303(12) |
| Si(21)-C(213) | 1,884(8)  | C(225)-C(223) | 1,548(10) |
| Si(21)-C(211) | 1,895(7)  | C(01)-C(02)   | 1,472(12) |
| Si(22)-C(221) | 1,891(6)  | C(01)-C(05)   | 1,474(12) |
| Si(22)-C(223) | 1,893(8)  | C(02)-C(03)   | 1,432(12) |
| Si(22)-C(222) | 1,894(7)  | C(226)-C(223) | 1,539(11) |

Tab. E.4.4d Bindungswinkel [°] von Verbindung 1e.

|                      |            |                      |            |
|----------------------|------------|----------------------|------------|
| Sn(1)-I(1)-Sn(1B)    | 23,8(5)    | C(233)-Si(23)-C(231) | 106,9(3)   |
| C(1A)-Sn(1)-Si(2)    | 102,21(17) | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 115,0(3)   |
| C(1A)-Sn(1)-Si(1)    | 102,58(17) | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 108,2(3)   |
| Si(2)-Sn(1)-Si(1)    | 143,38(7)  | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 112,8(2)   |
| C(1A)-Sn(1)-I(1)     | 104,1(2)   | Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 114,14(11) |
| Si(2)-Sn(1)-I(1)     | 100,42(5)  | Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 105,18(11) |
| Si(1)-Sn(1)-I(1)     | 99,20(5)   | Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 103,38(11) |
| Si(2)-Sn(1B)-Si(1)   | 146,2(9)   | Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 116,68(9)  |
| Si(2)-Sn(1B)-I(1)    | 101,4(7)   | Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 110,83(9)  |
| Si(1)-Sn(1B)-I(1)    | 95,4(6)    | Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 105,09(9)  |
| C(131)-Si(13)-C(132) | 107,5(4)   | Si(13)-Si(1)-Sn(1B)  | 112,5(5)   |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 108,3(3)   | Si(11)-Si(1)-Sn(1B)  | 93,0(5)    |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 106,6(3)   | Si(12)-Si(1)-Sn(1B)  | 127,8(5)   |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 114,8(3)   | Sn(1)-Si(1)-Sn(1B)   | 25,0(5)    |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 111,6(3)   | C(112)-Si(11)-C(111) | 107,7(3)   |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 107,7(3)   | C(112)-Si(11)-C(113) | 107,5(3)   |
| C(122)-Si(12)-C(121) | 106,9(3)   | C(111)-Si(11)-C(113) | 106,4(3)   |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 105,8(3)   | C(112)-Si(11)-Si(1)  | 110,3(2)   |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 108,3(3)   | C(111)-Si(11)-Si(1)  | 114,4(2)   |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 114,8(3)   | C(113)-Si(11)-Si(1)  | 110,3(2)   |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 112,6(3)   | C(1A)-C(2A)-C(3A)    | 121,9(7)   |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 108,1(2)   | C(134)-C(131)-C(135) | 108,4(7)   |
| Si(21)-Si(2)-Si(22)  | 105,40(12) | C(134)-C(131)-C(136) | 109,3(6)   |
| Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 105,21(11) | C(135)-C(131)-C(136) | 108,4(7)   |
| Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 109,53(12) | C(134)-C(131)-Si(13) | 111,5(5)   |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1B)  | 123,3(5)   | C(135)-C(131)-Si(13) | 109,4(5)   |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1B)  | 97,0(6)    | C(136)-C(131)-Si(13) | 109,7(6)   |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1B)  | 115,1(5)   | C(4A)-C(5A)-C(6A)    | 120,2(8)   |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 106,17(10) | C(2A)-C(3A)-C(4A)    | 120,7(8)   |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 122,24(10) | C(2A)-C(1A)-C(6A)    | 119,5(7)   |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 107,05(10) | C(2A)-C(1A)-Sn(1)    | 118,2(5)   |
| Sn(1B)-Si(2)-Sn(1)   | 25,9(5)    | C(6A)-C(1A)-Sn(1)    | 122,2(6)   |
| C(212)-Si(21)-C(213) | 110,3(4)   | C(05)-C(04)-C(03)    | 112,5(11)  |
| C(212)-Si(21)-C(211) | 107,1(4)   | C(1A)-C(6A)-C(5A)    | 120,1(7)   |



## E. Anhang

|                      |          |                      |           |
|----------------------|----------|----------------------|-----------|
| C(213)-Si(21)-C(211) | 106,4(3) | C(5A)-C(4A)-C(3A)    | 117,6(8)  |
| C(212)-Si(21)-Si(2)  | 111,3(2) | C(02)-C(01)-C(05)    | 100,8(9)  |
| C(213)-Si(21)-Si(2)  | 110,9(3) | C(03)-C(02)-C(01)    | 103,1(9)  |
| C(211)-Si(21)-Si(2)  | 110,7(3) | C(04)-C(03)-C(02)    | 109,1(11) |
| C(221)-Si(22)-C(223) | 107,8(4) | C(226)-C(223)-C(224) | 109,1(7)  |
| C(221)-Si(22)-C(222) | 107,9(3) | C(226)-C(223)-C(225) | 109,7(8)  |
| C(223)-Si(22)-C(222) | 106,3(4) | C(224)-C(223)-C(225) | 107,7(7)  |
| C(221)-Si(22)-Si(2)  | 107,7(2) | C(226)-C(223)-Si(22) | 111,6(6)  |
| C(223)-Si(22)-Si(2)  | 116,9(3) | C(224)-C(223)-Si(22) | 108,3(6)  |
| C(222)-Si(22)-Si(2)  | 110,0(3) | C(225)-C(223)-Si(22) | 110,4(6)  |
| C(232)-Si(23)-C(233) | 105,8(3) | C(04)-C(05)-C(01)    | 106,9(10) |
| C(232)-Si(23)-C(231) | 107,7(4) |                      |           |

Tab. E.4.4e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1e.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| I(1)   | 31(1)    | 36(1)    | 45(1)    | 10(1)    | 4(1)     | 12(1)    |
| Sn(1)  | 22(1)    | 20(1)    | 28(1)    | 6(1)     | 7(1)     | 4(1)     |
| Sn(1B) | 31(14)   | 34(13)   | 27(17)   | -3(11)   | 20(11)   | 6(10)    |
| Si(13) | 27(1)    | 42(2)    | 47(2)    | 16(1)    | 11(1)    | 13(1)    |
| Si(12) | 36(2)    | 24(1)    | 43(2)    | 3(1)     | 15(1)    | 4(1)     |
| Si(2)  | 25(1)    | 24(1)    | 39(2)    | 7(1)     | 4(1)     | 6(1)     |
| Si(21) | 28(1)    | 30(1)    | 84(2)    | 17(1)    | 15(1)    | 8(1)     |
| C(211) | 28(5)    | 45(6)    | 103(8)   | 25(5)    | 2(5)     | 1(5)     |
| C(212) | 33(5)    | 42(6)    | 103(8)   | 13(5)    | 8(5)     | 23(5)    |
| C(213) | 61(7)    | 66(7)    | 84(8)    | 25(6)    | 30(6)    | 28(6)    |
| Si(22) | 46(2)    | 32(1)    | 51(2)    | 3(1)     | 8(1)     | 6(1)     |
| Si(23) | 46(2)    | 25(1)    | 48(2)    | 15(1)    | 5(1)     | 9(1)     |
| Si(1)  | 19(1)    | 24(1)    | 34(1)    | 8(1)     | 7(1)     | 4(1)     |
| Si(11) | 19(1)    | 27(1)    | 40(2)    | 9(1)     | 9(1)     | 8(1)     |
| C(2A)  | 11(4)    | 15(4)    | 10(4)    | 2(3)     | 8(3)     | 4(3)     |
| C(121) | 72(7)    | 39(5)    | 31(6)    | -8(4)    | 1(5)     | -1(5)    |
| C(111) | 36(5)    | 42(5)    | 42(6)    | 11(4)    | 9(4)     | 10(4)    |
| C(221) | 53(6)    | 35(5)    | 43(6)    | 6(4)     | 7(5)     | -4(5)    |
| C(131) | 38(6)    | 49(6)    | 46(6)    | 17(5)    | 14(5)    | 13(5)    |
| C(112) | 25(5)    | 38(5)    | 54(6)    | 15(4)    | 11(4)    | 6(4)     |
| C(134) | 52(6)    | 64(6)    | 26(5)    | 3(5)     | 6(5)     | 31(5)    |
| C(113) | 23(5)    | 39(5)    | 56(6)    | 13(4)    | 15(4)    | 6(4)     |
| C(122) | 57(6)    | 29(5)    | 69(7)    | -4(5)    | 26(5)    | 5(5)     |
| C(222) | 33(5)    | 47(6)    | 67(7)    | 3(5)     | -20(5)   | 6(5)     |
| C(5A)  | 39(5)    | 60(6)    | 31(5)    | 14(5)    | 9(4)     | 9(5)     |
| C(123) | 56(6)    | 35(5)    | 37(6)    | 1(4)     | 13(5)    | 3(4)     |
| C(135) | 39(6)    | 54(6)    | 86(8)    | 11(6)    | -18(5)   | -6(5)    |
| C(3A)  | 35(5)    | 44(5)    | 57(6)    | 4(5)     | 1(4)     | 14(4)    |
| C(1A)  | 34(5)    | 13(4)    | 26(4)    | 7(3)     | 3(4)     | -3(3)    |
| C(224) | 66(7)    | 58(6)    | 59(7)    | 15(5)    | 34(6)    | -1(5)    |
| C(04)  | 89(10)   | 27(6)    | 76(8)    | -1(5)    | -7(7)    | 7(7)     |
| C(132) | 44(6)    | 96(8)    | 64(7)    | 29(6)    | 27(5)    | 43(6)    |
| C(231) | 55(6)    | 36(5)    | 68(7)    | 24(5)    | 1(5)     | 25(5)    |
| C(232) | 83(8)    | 45(6)    | 40(6)    | 10(5)    | 5(6)     | 6(5)     |
| C(133) | 60(6)    | 43(6)    | 61(7)    | 24(5)    | 16(5)    | 23(5)    |
| C(136) | 51(6)    | 96(8)    | 57(7)    | 27(6)    | -9(5)    | 25(6)    |
| C(6A)  | 29(5)    | 43(5)    | 40(5)    | 8(4)     | 7(4)     | 13(4)    |
| C(225) | 82(8)    | 71(7)    | 77(8)    | -19(6)   | 41(7)    | 1(6)     |
| C(233) | 55(6)    | 31(5)    | 61(7)    | 20(5)    | 11(5)    | 7(4)     |
| C(4A)  | 42(6)    | 59(6)    | 49(5)    | 9(5)     | 24(5)    | 15(5)    |
| C(01)  | 89(10)   | 103(11)  | 95(10)   | 17(8)    | -9(8)    | 45(9)    |

## E. Anhang

|        |         |        |         |        |         |        |
|--------|---------|--------|---------|--------|---------|--------|
| C(02)  | 125(12) | 45(8)  | 153(13) | 2(7)   | 0(10)   | 37(8)  |
| C(226) | 33(6)   | 88(8)  | 108(9)  | 22(7)  | 12(6)   | 23(6)  |
| C(03)  | 141(14) | 77(10) | 182(15) | 5(10)  | -42(11) | 51(10) |
| C(223) | 68(7)   | 30(5)  | 51(7)   | -8(5)  | 25(6)   | 6(5)   |
| C(05)  | 91(11)  | 45(8)  | 221(16) | -27(9) | 80(11)  | -7(8)  |

**Tab. E.4.4f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1e**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|-------|------|-------|
| H(61A) | 12450 | 14377 | 8037 | 93    |
| H(61B) | 11433 | 14432 | 8547 | 93    |
| H(61C) | 11228 | 14916 | 7882 | 93    |
| H(61D) | 11620 | 11929 | 8020 | 86    |
| H(61E) | 9958  | 11159 | 7860 | 86    |
| H(61F) | 10618 | 12021 | 8531 | 86    |
| H(61G) | 11362 | 12853 | 6763 | 99    |
| H(61H) | 10160 | 13396 | 6568 | 99    |
| H(61I) | 9698  | 12097 | 6526 | 99    |
| H(1A)  | 8483  | 9929  | 7013 | 14    |
| H(2A)  | 3258  | 7398  | 5530 | 82    |
| H(2B)  | 4179  | 8650  | 5839 | 82    |
| H(2C)  | 2612  | 8094  | 5989 | 82    |
| H(3A)  | 1677  | 9825  | 8493 | 61    |
| H(3B)  | 2861  | 10559 | 8145 | 61    |
| H(3C)  | 3360  | 10160 | 8810 | 61    |
| H(4A)  | 8598  | 15667 | 9199 | 73    |
| H(4B)  | 7827  | 15440 | 8440 | 73    |
| H(4C)  | 9471  | 15503 | 8643 | 73    |
| H(7A)  | 313   | 8241  | 7274 | 59    |
| H(7B)  | 1182  | 7612  | 6906 | 59    |
| H(7C)  | 1468  | 8881  | 6879 | 59    |
| H(8A)  | 6260  | 9880  | 9925 | 68    |
| H(8B)  | 5207  | 8702  | 9533 | 68    |
| H(8C)  | 5409  | 9759  | 9188 | 68    |
| H(9A)  | 1246  | 7516  | 8527 | 59    |
| H(9B)  | 2921  | 7760  | 8822 | 59    |
| H(9C)  | 2118  | 6882  | 8166 | 59    |
| H(10A) | 5515  | 6590  | 6032 | 81    |
| H(10B) | 6274  | 6833  | 6793 | 81    |
| H(10C) | 6614  | 7789  | 6364 | 81    |
| H(11A) | 9349  | 13840 | 9822 | 83    |
| H(11B) | 10233 | 13732 | 9261 | 83    |
| H(11C) | 9009  | 12675 | 9379 | 83    |
| H(12D) | 6893  | 10304 | 4866 | 54    |
| H(13A) | 2703  | 5662  | 6395 | 69    |
| H(13B) | 2114  | 6366  | 6879 | 69    |
| H(13C) | 3408  | 5962  | 7164 | 69    |
| H(15A) | 8600  | 10818 | 9624 | 104   |
| H(15B) | 7783  | 10719 | 8885 | 104   |
| H(15C) | 9084  | 10255 | 9028 | 104   |
| H(16A) | 9583  | 9452  | 6196 | 56    |
| H(18A) | 4925  | 11990 | 9405 | 95    |
| H(18B) | 6607  | 12143 | 9552 | 95    |
| H(18C) | 5663  | 11701 | 8821 | 95    |
| H(19A) | 8015  | 14877 | 4524 | 86    |
| H(19B) | 7968  | 14863 | 5283 | 86    |



E.4.5  $\text{ISn}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiPr}_3]_2\text{Ph}$  (**1g**)Tab. E.4.5a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **1g** mit einem Molekül *n*-Pentan.

|  |   |
|--|---|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{41}\text{H}_{95}\text{I}\text{Si}_8\text{Sn}$  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1058,48 g/mol   |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | monoklin, Cc (Verfeinert als Inversionszwilling, Flack-Parameter: 0,515(12))  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | $a = 10,8735(10)$ Å $\alpha = 90^\circ$<br>$b = 25,671(2)$ Å $\beta = 96,199(3)^\circ$<br>$c = 20,6790(18)$ Å $\gamma = 90^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 5738,4(9) Å <sup>3</sup>  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 4; 1,225 Mg/m <sup>3</sup>  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,175 mm <sup>-1</sup>  |
| <b>F(000)</b>  | 2224  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,10 x 0,10 x 0,10 mm   |
| <b>Messbereich</b>   | $2,36^\circ \leq \theta \leq 29,60^\circ$   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | $-15 \leq h \leq 13$ ; $-34 \leq k \leq 35$ ; $-28 \leq l \leq 28$  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 33944 / 14363 [R(int) = 0,0679]   |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 29,60^\circ</math></b> | 99,7 %  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>   |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 14363 / 142 / 563   |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,976   |
| <b>Gütefaktoren [<math>l &gt; 2\sigma(l)</math>]</b>         | R1 = 0,0372, wR2 = 0,0724   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0467, wR2 = 0,0749   |
| <b>Absoluter Strukturparameter</b>                           | 0,515(12)   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 0,861 e/Å <sup>3</sup> und -0,830 e/Å <sup>3</sup>  |

**Tab. 14.5b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ), äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) und Besetzungsfaktoren von Verbindung **1g**.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c       | U(eq)  | k        |
|--------|----------|----------|-----------|--------|----------|
| Sn(1)  | 7962(1)  | 1597(1)  | 1973(1)   | 17(1)  |          |
| I(1)   | 10248(1) | 1232(1)  | 2515(1)   | 26(1)  |          |
| Si(1)  | 7370(1)  | 2176(1)  | 2969(1)   | 17(1)  |          |
| Si(2)  | 7202(1)  | 806(1)   | 1196(1)   | 21(1)  |          |
| Si(11) | 8214(1)  | 1791(1)  | 3975(1)   | 23(1)  |          |
| Si(12) | 5210(1)  | 2385(1)  | 2944(1)   | 20(1)  |          |
| Si(13) | 8560(1)  | 2946(1)  | 2877(1)   | 22(1)  |          |
| Si(21) | 5960(1)  | 1134(1)  | 268(1)    | 32(1)  |          |
| Si(22) | 9044(1)  | 519(1)   | 764(1)    | 35(1)  |          |
| Si(23) | 6180(1)  | 110(1)   | 1700(1)   | 27(1)  |          |
| C(011) | 8557(3)  | 2167(1)  | 1295(2)   | 19(1)  |          |
| C(012) | 7652(3)  | 2420(2)  | 883(2)    | 25(1)  |          |
| C(013) | 7969(4)  | 2807(2)  | 448(2)    | 32(1)  |          |
| C(014) | 9190(4)  | 2942(2)  | 431(2)    | 30(1)  |          |
| C(015) | 10099(4) | 2695(2)  | 837(2)    | 29(1)  |          |
| C(016) | 9774(3)  | 2307(2)  | 1264(2)   | 25(1)  |          |
| C(121) | 4512(3)  | 1924(2)  | 3520(2)   | 27(1)  |          |
| C(111) | 7483(4)  | 2058(2)  | 4696(2)   | 37(1)  |          |
| C(211) | 6912(5)  | 1495(2)  | -300(2)   | 48(1)  |          |
| C(231) | 6703(4)  | 157(2)   | 2611(2)   | 33(1)  |          |
| C(131) | 10243(3) | 2809(2)  | 2837(2)   | 31(1)  |          |
| C(132) | 8001(4)  | 3377(2)  | 2183(2)   | 30(1)  |          |
| C(124) | 4585(5)  | 1355(2)  | 3299(3)   | 48(1)  |          |
| C(133) | 8500(4)  | 3348(2)  | 3632(2)   | 36(1)  |          |
| C(221) | 10092(4) | 1071(2)  | 589(2)    | 41(1)  |          |
| C(232) | 6669(4)  | -541(2)  | 1360(2)   | 36(1)  |          |
| C(128) | 3116(4)  | 2233(2)  | 1938(2)   | 36(1)  |          |
| C(122) | 5060(4)  | 3084(2)  | 3243(2)   | 29(1)  |          |
| C(129) | 4919(4)  | 2763(2)  | 1643(2)   | 32(1)  |          |
| C(123) | 4529(3)  | 2311(2)  | 2063(2)   | 25(1)  |          |
| C(125) | 3190(3)  | 2046(2)  | 3666(2)   | 34(1)  |          |
| C(126) | 3787(4)  | 3337(2)  | 3060(2)   | 42(1)  |          |
| C(127) | 5407(4)  | 3127(2)  | 3984(2)   | 36(1)  |          |
| C(212) | 4668(4)  | 1566(2)  | 488(2)    | 40(1)  |          |
| C(213) | 5198(5)  | 588(2)   | -229(2)   | 47(1)  |          |
| C(112) | 9910(4)  | 1939(2)  | 4175(2)   | 35(1)  |          |
| C(236) | 6124(5)  | -631(2)  | 649(3)    | 46(1)  |          |
| C(237) | 6418(5)  | -1019(2) | 1764(3)   | 46(1)  |          |
| C(233) | 4444(4)  | 209(2)   | 1502(2)   | 35(1)  |          |
| C(222) | 9970(4)  | 43(2)    | 1290(3)   | 48(1)  |          |
| C(234) | 5876(5)  | -117(3)  | 3069(3)   | 56(2)  |          |
| C(223) | 8572(5)  | 183(3)   | -40(3)    | 61(2)  |          |
| C(238) | 3986(4)  | 689(2)   | 1826(3)   | 47(1)  |          |
| C(113) | 8015(5)  | 1067(2)  | 3967(2)   | 43(1)  |          |
| C(239) | 3665(4)  | -268(2)  | 1637(3)   | 49(1)  |          |
| C(235) | 8044(4)  | -10(2)   | 2755(2)   | 42(1)  |          |
| C(OA1) | 6380(30) | 5413(14) | -1998(12) | 60(5)  | 0,456(1) |
| C(OA2) | 7161(14) | 5078(7)  | -1580(10) | 77(4)  | 0,456(1) |
| C(OA3) | 6694(16) | 4862(8)  | -965(11)  | 54(4)  | 0,456(1) |
| C(OA4) | 7423(17) | 4455(8)  | -602(11)  | 88(5)  | 0,456(1) |
| C(OA5) | 6900(30) | 4275(9)  | -30(13)   | 83(6)  | 0,456(1) |
| C(OB1) | 7290(20) | 4144(8)  | 17(13)    | 116(9) | 0,545(1) |
| C(OB2) | 7093(15) | 4654(6)  | -256(8)   | 81(4)  | 0,545(1) |
| C(OB3) | 7090(20) | 4779(10) | -1022(12) | 101(6) | 0,545(1) |
| C(OB4) | 6614(19) | 5248(7)  | -1216(8)  | 100(5) | 0,545(1) |
| C(OB5) | 6530(40) | 5415(17) | -1849(14) | 86(8)  | 0,545(1) |

Tab. E.4.5c Bindungslängen [Å] von Verbindung 1g.

|               |            |               |          |
|---------------|------------|---------------|----------|
| Sn(1)-C(011)  | 2,172(4)   | Si(23)-C(232) | 1,912(5) |
| Sn(1)-Si(2)   | 2,6635(11) | C(011)-C(016) | 1,380(5) |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,6765(10) | C(011)-C(012) | 1,391(5) |
| Sn(1)-I(1)    | 2,7765(4)  | C(012)-C(013) | 1,408(6) |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3808(15) | C(013)-C(014) | 1,375(6) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3948(14) | C(014)-C(015) | 1,381(6) |
| Si(1)-Si(12)  | 2,4037(13) | C(015)-C(016) | 1,399(5) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,3791(15) | C(121)-C(125) | 1,532(5) |
| Si(2)-Si(22)  | 2,3947(15) | C(121)-C(124) | 1,535(7) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,4005(15) | C(231)-C(235) | 1,518(6) |
| Si(11)-C(113) | 1,871(5)   | C(231)-C(234) | 1,546(6) |
| Si(11)-C(112) | 1,885(4)   | C(232)-C(237) | 1,528(7) |
| Si(11)-C(111) | 1,892(4)   | C(232)-C(236) | 1,542(7) |
| Si(12)-C(121) | 1,894(4)   | C(128)-C(123) | 1,543(5) |
| Si(12)-C(123) | 1,901(4)   | C(122)-C(126) | 1,539(5) |
| Si(12)-C(122) | 1,911(4)   | C(122)-C(127) | 1,542(6) |
| Si(13)-C(132) | 1,861(4)   | C(129)-C(123) | 1,537(6) |
| Si(13)-C(131) | 1,874(4)   | C(233)-C(238) | 1,512(7) |
| Si(13)-C(133) | 1,879(4)   | C(233)-C(239) | 1,531(6) |
| Si(21)-C(213) | 1,876(5)   | C(0A1)-C(0A2) | 1,43(3)  |
| Si(21)-C(212) | 1,884(5)   | C(0A2)-C(0A3) | 1,52(3)  |
| Si(21)-C(211) | 1,890(5)   | C(0A3)-C(0A4) | 1,47(3)  |
| Si(22)-C(222) | 1,858(5)   | C(0A4)-C(0A5) | 1,44(3)  |
| Si(22)-C(221) | 1,878(5)   | C(0B1)-C(0B2) | 1,43(3)  |
| Si(22)-C(223) | 1,895(5)   | C(0B2)-C(0B3) | 1,62(3)  |
| Si(23)-C(233) | 1,906(4)   | C(0B3)-C(0B4) | 1,36(3)  |
| Si(23)-C(231) | 1,910(4)   | C(0B4)-C(0B5) | 1,37(3)  |

Tab. E.4.5d Bindungswinkel [°] von Verbindung 1g.

|                      |            |                      |            |
|----------------------|------------|----------------------|------------|
| C(011)-Sn(1)-Si(2)   | 102,66(10) | C(222)-Si(22)-C(223) | 106,9(3)   |
| C(011)-Sn(1)-Si(1)   | 103,62(10) | C(221)-Si(22)-C(223) | 106,7(3)   |
| Si(2)-Sn(1)-Si(1)    | 143,42(3)  | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 113,95(17) |
| C(011)-Sn(1)-I(1)    | 99,88(9)   | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 112,93(17) |
| Si(2)-Sn(1)-I(1)     | 101,09(2)  | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 107,99(17) |
| Si(1)-Sn(1)-I(1)     | 98,97(2)   | C(233)-Si(23)-C(231) | 112,8(2)   |
| Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 104,56(5)  | C(233)-Si(23)-C(232) | 110,2(2)   |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 110,56(6)  | C(231)-Si(23)-C(232) | 110,7(2)   |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 113,15(5)  | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 107,57(15) |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 102,78(4)  | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 106,20(14) |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 109,77(5)  | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 109,27(15) |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 115,02(4)  | C(016)-C(011)-C(012) | 117,8(3)   |
| Si(21)-Si(2)-Si(22)  | 103,49(6)  | C(016)-C(011)-Sn(1)  | 124,1(3)   |
| Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 111,39(6)  | C(012)-C(011)-Sn(1)  | 118,0(3)   |
| Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 112,24(6)  | C(011)-C(012)-C(013) | 121,0(4)   |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 109,20(5)  | C(014)-C(013)-C(012) | 119,8(4)   |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 103,96(5)  | C(013)-C(014)-C(015) | 119,9(4)   |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 115,65(5)  | C(014)-C(015)-C(016) | 119,8(4)   |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 108,1(2)   | C(011)-C(016)-C(015) | 121,6(3)   |
| C(113)-Si(11)-C(111) | 108,0(2)   | C(125)-C(121)-C(124) | 109,4(3)   |
| C(112)-Si(11)-C(111) | 103,9(2)   | C(125)-C(121)-Si(12) | 116,5(3)   |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 111,63(16) | C(124)-C(121)-Si(12) | 111,7(3)   |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 112,41(14) | C(235)-C(231)-C(234) | 111,1(4)   |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 112,39(15) | C(235)-C(231)-Si(23) | 110,7(3)   |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 113,51(18) | C(234)-C(231)-Si(23) | 116,4(3)   |

## E. Anhang

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(121)-Si(12)-C(122) | 109,19(19) | C(237)-C(232)-C(236) | 109,2(4)  |
| C(123)-Si(12)-C(122) | 111,49(18) | C(237)-C(232)-Si(23) | 115,3(4)  |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 107,69(12) | C(236)-C(232)-Si(23) | 112,9(3)  |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 106,11(12) | C(126)-C(122)-C(127) | 109,3(3)  |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 108,63(13) | C(126)-C(122)-Si(12) | 115,0(3)  |
| C(132)-Si(13)-C(131) | 108,46(19) | C(127)-C(122)-Si(12) | 111,6(3)  |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 106,0(2)   | C(129)-C(123)-C(128) | 109,5(3)  |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 105,12(19) | C(129)-C(123)-Si(12) | 111,3(3)  |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 114,88(13) | C(128)-C(123)-Si(12) | 116,8(3)  |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 112,96(15) | C(238)-C(233)-C(239) | 110,8(4)  |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 108,71(15) | C(238)-C(233)-Si(23) | 112,2(3)  |
| C(213)-Si(21)-C(212) | 106,0(2)   | C(239)-C(233)-Si(23) | 114,1(3)  |
| C(213)-Si(21)-C(211) | 105,4(2)   | C(0A1)-C(0A2)-C(0A3) | 119,6(18) |
| C(212)-Si(21)-C(211) | 109,5(2)   | C(0A4)-C(0A3)-C(0A2) | 118,3(16) |
| C(213)-Si(21)-Si(2)  | 110,85(16) | C(0A5)-C(0A4)-C(0A3) | 113,9(17) |
| C(212)-Si(21)-Si(2)  | 112,72(14) | C(0B1)-C(0B2)-C(0B3) | 123,5(19) |
| C(211)-Si(21)-Si(2)  | 111,92(17) | C(0B4)-C(0B3)-C(0B2) | 115(2)    |
| C(222)-Si(22)-C(221) | 107,9(2)   | C(0B3)-C(0B4)-C(0B5) | 123(3)    |

Tab. E.4.5e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1g**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 16(1)    | 18(1)    | 16(1)    | 1(1)     | 3(1)     | -1(1)    |
| I(1)   | 19(1)    | 31(1)    | 28(1)    | 4(1)     | 2(1)     | 5(1)     |
| Si(1)  | 14(1)    | 22(1)    | 14(1)    | 0(1)     | 1(1)     | 0(1)     |
| Si(2)  | 25(1)    | 19(1)    | 18(1)    | 0(1)     | 4(1)     | -1(1)    |
| Si(11) | 20(1)    | 32(1)    | 17(1)    | 4(1)     | 1(1)     | 1(1)     |
| Si(12) | 14(1)    | 28(1)    | 19(1)    | -2(1)    | 1(1)     | 3(1)     |
| Si(13) | 20(1)    | 22(1)    | 23(1)    | -2(1)    | 1(1)     | -4(1)    |
| Si(21) | 45(1)    | 29(1)    | 20(1)    | -1(1)    | -2(1)    | 2(1)     |
| Si(22) | 34(1)    | 36(1)    | 38(1)    | -9(1)    | 13(1)    | 1(1)     |
| Si(23) | 27(1)    | 22(1)    | 31(1)    | 5(1)     | 2(1)     | 0(1)     |
| C(011) | 23(2)    | 14(2)    | 19(2)    | 0(1)     | 5(1)     | -2(1)    |
| C(012) | 25(2)    | 29(2)    | 20(2)    | 1(2)     | 2(1)     | -4(2)    |
| C(013) | 37(2)    | 33(3)    | 25(2)    | 11(2)    | 2(2)     | -2(2)    |
| C(014) | 35(2)    | 34(3)    | 23(2)    | 6(2)     | 10(2)    | -6(2)    |
| C(015) | 25(2)    | 35(3)    | 27(2)    | 1(2)     | 7(2)     | -10(2)   |
| C(016) | 23(2)    | 29(2)    | 22(2)    | 1(2)     | 3(1)     | 2(2)     |
| C(121) | 18(2)    | 39(3)    | 25(2)    | 0(2)     | 7(1)     | -3(2)    |
| C(111) | 32(2)    | 62(3)    | 17(2)    | 2(2)     | 5(2)     | 6(2)     |
| C(211) | 78(4)    | 44(3)    | 22(2)    | 5(2)     | 5(2)     | 0(3)     |
| C(231) | 40(2)    | 27(2)    | 32(2)    | 13(2)    | 0(2)     | -6(2)    |
| C(131) | 24(2)    | 39(3)    | 29(2)    | -3(2)    | 5(2)     | -7(2)    |
| C(132) | 31(2)    | 24(2)    | 34(2)    | 0(2)     | 1(2)     | -6(2)    |
| C(124) | 43(3)    | 41(3)    | 63(4)    | 6(3)     | 21(2)    | -3(2)    |
| C(133) | 34(2)    | 39(3)    | 35(2)    | -11(2)   | 3(2)     | -8(2)    |
| C(221) | 45(3)    | 44(3)    | 35(3)    | -2(2)    | 18(2)    | -5(2)    |
| C(232) | 32(2)    | 26(2)    | 49(3)    | -3(2)    | 0(2)     | -1(2)    |
| C(128) | 20(2)    | 57(3)    | 27(2)    | -3(2)    | -4(2)    | 1(2)     |
| C(122) | 24(2)    | 31(2)    | 31(2)    | -4(2)    | 3(2)     | 7(2)     |
| C(129) | 28(2)    | 45(3)    | 24(2)    | 3(2)     | 0(2)     | 3(2)     |
| C(123) | 15(2)    | 36(2)    | 22(2)    | -5(2)    | -1(1)    | 2(2)     |
| C(125) | 19(2)    | 57(3)    | 26(2)    | -5(2)    | 7(2)     | -3(2)    |
| C(126) | 38(2)    | 45(3)    | 44(3)    | -6(2)    | 3(2)     | 21(2)    |
| C(127) | 38(2)    | 39(3)    | 30(2)    | -12(2)   | 3(2)     | 2(2)     |
| C(212) | 51(3)    | 41(3)    | 25(2)    | 1(2)     | -11(2)   | 9(2)     |
| C(213) | 65(3)    | 41(3)    | 31(2)    | -4(2)    | -11(2)   | -2(2)    |

## E. Anhang

|        |         |         |         |         |         |         |
|--------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| C(112) | 25(2)   | 53(3)   | 26(2)   | 7(2)    | -2(2)   | 2(2)    |
| C(236) | 61(3)   | 29(3)   | 47(3)   | -8(2)   | 1(2)    | 5(2)    |
| C(237) | 48(3)   | 25(3)   | 61(3)   | 6(2)    | -5(2)   | -4(2)   |
| C(233) | 30(2)   | 32(3)   | 43(3)   | 3(2)    | 3(2)    | 0(2)    |
| C(222) | 36(2)   | 43(3)   | 67(4)   | -3(3)   | 14(2)   | 11(2)   |
| C(234) | 58(3)   | 76(4)   | 36(3)   | 19(3)   | 10(2)   | -12(3)  |
| C(223) | 55(3)   | 73(4)   | 59(4)   | -39(3)  | 20(3)   | -4(3)   |
| C(238) | 36(2)   | 38(3)   | 68(3)   | -2(3)   | 14(2)   | 3(2)    |
| C(113) | 61(3)   | 32(3)   | 35(2)   | 14(2)   | 5(2)    | 2(2)    |
| C(239) | 29(2)   | 41(3)   | 76(4)   | -2(3)   | 3(2)    | -8(2)   |
| C(235) | 48(3)   | 32(3)   | 43(3)   | 6(2)    | -7(2)   | 1(2)    |
| C(OA1) | 71(15)  | 80(13)  | 32(9)   | -22(7)  | 18(10)  | -42(10) |
| C(OA2) | 54(8)   | 77(10)  | 106(11) | -4(8)   | 40(8)   | -16(7)  |
| C(OA3) | 51(8)   | 54(9)   | 58(7)   | -21(6)  | 19(6)   | 1(6)    |
| C(OA4) | 88(10)  | 66(10)  | 114(12) | -14(8)  | 22(9)   | 24(8)   |
| C(OA5) | 110(15) | 41(12)  | 95(12)  | 5(8)    | 1(11)   | 49(10)  |
| C(OB1) | 150(20) | 43(11)  | 138(14) | -11(9)  | -68(15) | 23(11)  |
| C(OB2) | 103(10) | 50(8)   | 89(8)   | -12(6)  | 14(8)   | 1(7)    |
| C(OB3) | 117(14) | 104(11) | 74(8)   | -25(8)  | -20(10) | 28(11)  |
| C(OB4) | 131(12) | 87(11)  | 84(9)   | 8(8)    | 27(9)   | 3(9)    |
| C(OB5) | 76(12)  | 115(17) | 63(13)  | -12(12) | -15(12) | -41(11) |

**Tab. E.4.5f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1g**.

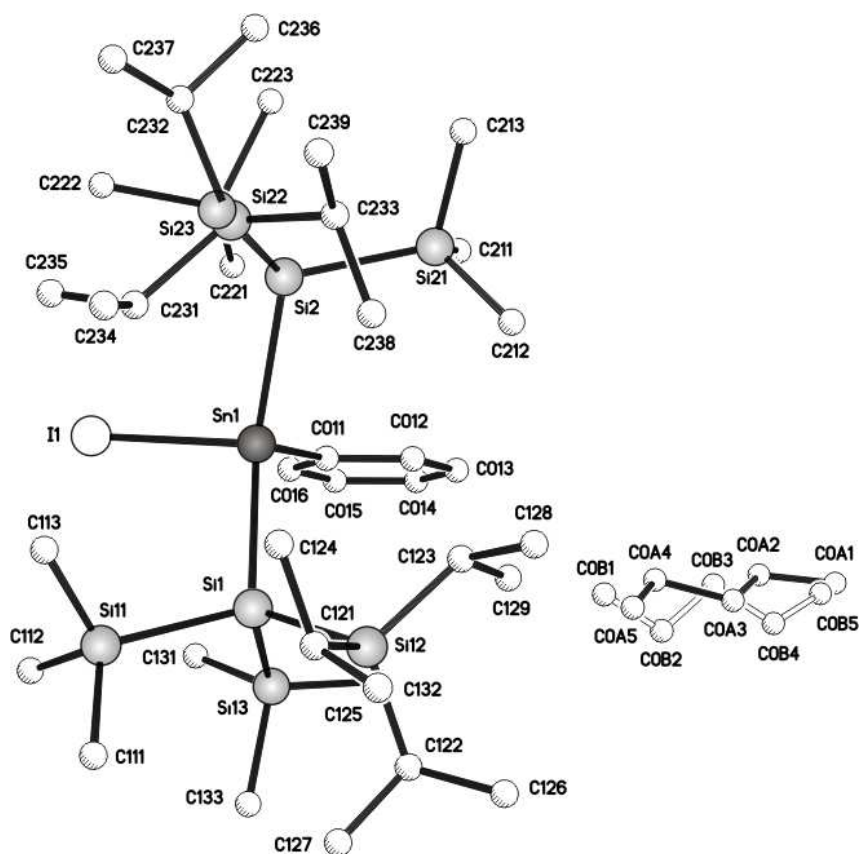
| Atom   | x/a       | y/b      | z/c      | U(eq) |
|--------|-----------|----------|----------|-------|
| H(012) | 6808      | 2330     | 895      | 30    |
| H(013) | 7342      | 2975     | 167      | 38    |
| H(014) | 9407      | 3204     | 140      | 36    |
| H(015) | 10943     | 2787     | 827      | 34    |
| H(016) | 10407     | 2137     | 1538     | 30    |
| H(12A) | 5043      | 1950     | 3944     | 32    |
| H(11A) | 7870(20)  | 1908(10) | 5086(11) | 55    |
| H(11B) | 6630(20)  | 1974(11) | 4652(8)  | 55    |
| H(11C) | 7580(30)  | 2426(10) | 4713(9)  | 55    |
| H(21A) | 6400(17)  | 1630(13) | -640(16) | 72    |
| H(21B) | 7460(30)  | 1271(8)  | -456(15) | 72    |
| H(21C) | 7330(30)  | 1761(13) | -78(9)   | 72    |
| H(23A) | 6683      | 536      | 2721     | 40    |
| H(13A) | 10534(12) | 3032(9)  | 2623(15) | 46    |
| H(13B) | 10321(5)  | 2528(10) | 2670(15) | 46    |
| H(13C) | 10600(13) | 2808(12) | 3200(11) | 46    |
| H(13D) | 8450(20)  | 3685(10) | 2211(8)  | 45    |
| H(13E) | 7170(20)  | 3451(10) | 2199(8)  | 45    |
| H(13F) | 8110(30)  | 3210(6)  | 1794(11) | 45    |
| H(12B) | 4430(30)  | 1136(8)  | 3639(13) | 72    |
| H(12C) | 5370(30)  | 1288(5)  | 3180(17) | 72    |
| H(12D) | 4000(30)  | 1297(5)  | 2946(16) | 72    |
| H(13G) | 9050(30)  | 3615(11) | 3634(8)  | 54    |
| H(13H) | 8690(30)  | 3143(7)  | 3990(11) | 54    |
| H(13I) | 7720(20)  | 3480(11) | 3640(8)  | 54    |
| H(22A) | 10700(30) | 949(5)   | 327(15)  | 61    |
| H(22B) | 10490(30) | 1205(10) | 987(12)  | 61    |
| H(22C) | 9618(15)  | 1340(10) | 364(16)  | 61    |
| H(23B) | 7587      | -523     | 1355     | 43    |
| H(12E) | 2883(8)   | 2188(12) | 1484(13) | 53    |
| H(12F) | 2707(12)  | 2531(9)  | 2088(14) | 53    |



E. Anhang

|        |           |           |           |     |
|--------|-----------|-----------|-----------|-----|
| H(12G) | 2885(8)   | 1932(11)  | 2167(13)  | 53  |
| H(12H) | 5677      | 3297      | 3033      | 35  |
| H(12I) | 4610(30)  | 2705(6)   | 1201(12)  | 49  |
| H(12J) | 5800(20)  | 2784(8)   | 1679(11)  | 49  |
| H(12K) | 4590(20)  | 3081(9)   | 1789(10)  | 49  |
| H(12L) | 4910      | 1990      | 1896      | 30  |
| H(12M) | 2939(13)  | 1798(10)  | 3947(14)  | 51  |
| H(12N) | 2668(16)  | 2042(12)  | 3285(11)  | 51  |
| H(12O) | 3171(7)   | 2370(10)  | 3856(15)  | 51  |
| H(12P) | 3801(10)  | 3688(11)  | 3218(16)  | 63  |
| H(12Q) | 3170(20)  | 3144(10)  | 3252(15)  | 63  |
| H(12R) | 3602(15)  | 3338(12)  | 2597(14)  | 63  |
| H(12S) | 5460(30)  | 3510(10)  | 4115(5)   | 54  |
| H(12T) | 6240(30)  | 2954(11)  | 4107(4)   | 54  |
| H(12U) | 4750(20)  | 2945(11)  | 4219(7)   | 54  |
| H(21D) | 4290(20)  | 1711(12)  | 127(11)   | 61  |
| H(21E) | 4980(11)  | 1817(11)  | 760(16)   | 61  |
| H(21F) | 4120(20)  | 1376(6)   | 683(16)   | 61  |
| H(21G) | 4760(30)  | 727(5)    | -622(15)  | 70  |
| H(21H) | 4620(30)  | 413(10)   | 19(10)    | 70  |
| H(21I) | 5818(19)  | 345(11)   | -337(15)  | 70  |
| H(11D) | 10207(12) | 1763(11)  | 4540(14)  | 52  |
| H(11E) | 10014(6)  | 2287(10)  | 4242(16)  | 52  |
| H(11F) | 10328(13) | 1838(12)  | 3838(12)  | 52  |
| H(23C) | 6500(30)  | -934(13)  | 479(8)    | 69  |
| H(23D) | 6290(30)  | -330(11)  | 391(9)    | 69  |
| H(23E) | 5240(30)  | -684(14)  | 632(3)    | 69  |
| H(23F) | 6780(30)  | -1331(10) | 1577(11)  | 68  |
| H(23G) | 5510(30)  | -1068(8)  | 1761(14)  | 68  |
| H(23H) | 6800(30)  | -969(6)   | 2217(15)  | 68  |
| H(23I) | 4299      | 273       | 1022      | 42  |
| H(22D) | 10580(30) | -76(12)   | 1084(10)  | 72  |
| H(22E) | 9492(18)  | -218(11)  | 1383(16)  | 72  |
| H(22F) | 10280(30) | 198(7)    | 1653(15)  | 72  |
| H(23J) | 6180(20)  | -22(12)   | 3549(15)  | 84  |
| H(23K) | 5930(30)  | -519(13)  | 3008(14)  | 84  |
| H(23L) | 4960(30)  | 4(12)     | 2959(13)  | 84  |
| H(22G) | 9270(30)  | 86(16)    | -227(13)  | 92  |
| H(22H) | 8110(40)  | 408(10)   | -314(12)  | 92  |
| H(22I) | 8110(40)  | -110(14)  | 30(4)     | 92  |
| H(23M) | 3090(30)  | 778(9)    | 1619(13)  | 70  |
| H(23N) | 4570(20)  | 1001(10)  | 1762(15)  | 70  |
| H(23O) | 3980(30)  | 618(5)    | 2322(15)  | 70  |
| H(11G) | 8430(30)  | 916(5)    | 4387(14)  | 64  |
| H(11H) | 8410(30)  | 915(5)    | 3589(15)  | 64  |
| H(11I) | 7100(30)  | 980(3)    | 3922(17)  | 64  |
| H(23P) | 2780(30)  | -184(5)   | 1536(17)  | 73  |
| H(23Q) | 3830(30)  | -366(9)   | 2100(14)  | 73  |
| H(23R) | 3880(20)  | -561(10)  | 1362(15)  | 73  |
| H(23S) | 8335(14)  | 70(13)    | 3208(14)  | 63  |
| H(23T) | 8550(16)  | 177(11)   | 2468(14)  | 63  |
| H(23U) | 8111(7)   | -385(11)  | 2682(16)  | 63  |
| H(0AG) | 6340(120) | 5330(40)  | -2290(40) | 90  |
| H(0AH) | 6610(90)  | 5640(40)  | -1990(60) | 90  |
| H(0AI) | 5840(90)  | 5420(50)  | -1900(50) | 90  |
| H(0AA) | 7936      | 5270      | -1447     | 92  |
| H(0AB) | 7382      | 4777      | -1844     | 92  |
| H(0AC) | 6614      | 5157      | -664      | 64  |
| H(0AD) | 5851      | 4722      | -1085     | 64  |
| H(0AE) | 7504      | 4154      | -895      | 106 |
| H(0AF) | 8265      | 4591      | -470      | 106 |

|        |           |          |           |     |
|--------|-----------|----------|-----------|-----|
| H(0AJ) | 7070(120) | 3940(50) | 30(40)    | 124 |
| H(0AK) | 6090(110) | 4320(50) | -80(30)   | 124 |
| H(0AL) | 7210(110) | 4450(40) | 310(50)   | 124 |
| H(0BG) | 7160(140) | 4148(16) | 400(60)   | 174 |
| H(0BH) | 8000(120) | 4060(30) | -10(70)   | 174 |
| H(0BI) | 6820(130) | 3940(30) | -180(60)  | 174 |
| H(0BA) | 7727      | 4882     | -24       | 97  |
| H(0BB) | 6284      | 4773     | -134      | 97  |
| H(0BC) | 7957      | 4761     | -1132     | 121 |
| H(0BD) | 6618      | 4503     | -1274     | 121 |
| H(0BE) | 7099      | 5515     | -952      | 120 |
| H(0BF) | 5765      | 5260     | -1084     | 120 |
| H(0BJ) | 6020(90)  | 5880(40) | -1894(16) | 129 |
| H(0BK) | 5850(100) | 5080(30) | -2220(30) | 129 |
| H(0BL) | 7650(90)  | 5440(40) | -2040(20) | 129 |



**Abb. E.4:** Molekülstruktur von Verbindung **1g** mit Lösungsmittel und Lagefehlordnung.

E.4.6 ClHyp<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnHyp<sub>2</sub>Cl (**2a**)Tab. E.4.6a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2a** mit einem Molekül Benzol.

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>48</sub> H <sub>118</sub> Cl <sub>2</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1459,17 g/mol   |  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | triklin, P $\bar{1}$  |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 9,8124(7) Å<br>b = 12,5628(9) Å<br>c = 18,1435(17) Å                          | $\alpha$ = 104,202(3)°<br>$\beta$ = 97,373(3)°<br>$\gamma$ = 109,137(2)° |
| <b>Volumen</b>   | 1994,5(3) Å <sup>3</sup>  |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 1; 1,210 Mg/m <sup>3</sup>  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 0,961 mm <sup>-1</sup>  |  |
| <b>F(000)</b>  | 764   |  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,20 x 0,20 x 0,05 mm   |  |
| <b>Messbereich</b>   | 2,30° ≤ $\theta$ ≤ 28,79°   |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -13 ≤ h ≤ 13; -16 ≤ k ≤ 16; -24 ≤ l ≤ 24  |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 50469 / 10299 [R(int) = 0,1076]   |  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 28,79^\circ</math></b> | 99,0 %  |  |
| <b>Max. / min. Transmission</b>                              | 0,8072 / 0,6632   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                       |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 10299 / 0 / 326   |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,798   |  |
| <b>Gütefaktoren [<math>I &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>         | R1 = 0,0387, wR2 = 0,0597   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0715, wR2 = 0,0656   |  |
| <b>Extinktionskoeffizient</b>                                | 0.00238(15)   |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,014 e/Å <sup>3</sup> und -0,684 e/Å <sup>3</sup>                                |  |

**Tab. E.4.6b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **2a** mit einem Molekül Benzol.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Sn(1)  | 7306(1)  | 6423(1)  | 1954(1) | 21(1) |
| Cl(1)  | 5592(1)  | 7079(1)  | 2591(1) | 33(1) |
| Si(1)  | 7619(1)  | 4998(1)  | 2735(1) | 24(1) |
| Si(13) | 9990(1)  | 4897(1)  | 2859(1) | 30(1) |
| Si(12) | 5768(1)  | 3126(1)  | 2052(1) | 32(1) |
| Si(11) | 7088(1)  | 5574(1)  | 3978(1) | 34(1) |
| C(121) | 5724(4)  | 2106(3)  | 2651(2) | 49(1) |
| C(122) | 6170(4)  | 2474(3)  | 1101(2) | 46(1) |
| C(123) | 3922(3)  | 3273(3)  | 1892(2) | 39(1) |
| C(131) | 9996(4)  | 3597(3)  | 3189(2) | 46(1) |
| C(111) | 5048(3)  | 5161(3)  | 3917(2) | 47(1) |
| C(132) | 11399(3) | 6259(3)  | 3599(2) | 47(1) |
| C(112) | 7777(4)  | 4763(3)  | 4588(2) | 54(1) |
| C(133) | 10521(4) | 4690(3)  | 1890(2) | 56(1) |
| C(113) | 8009(4)  | 7194(3)  | 4511(2) | 60(1) |
| Si(2)  | 9268(1)  | 8407(1)  | 1945(1) | 23(1) |
| Si(21) | 7982(1)  | 9119(1)  | 1113(1) | 28(1) |
| C(211) | 9080(3)  | 10722(3) | 1250(2) | 38(1) |
| C(212) | 7726(3)  | 8249(3)  | 75(2)   | 39(1) |
| C(213) | 6119(3)  | 9011(3)  | 1290(2) | 47(1) |
| Si(22) | 10224(1) | 9845(1)  | 3192(1) | 29(1) |
| C(221) | 8713(3)  | 10324(3) | 3502(2) | 45(1) |
| C(222) | 11761(3) | 11149(3) | 3112(2) | 42(1) |
| C(223) | 11025(4) | 9315(3)  | 3953(2) | 46(1) |
| Si(23) | 11238(1) | 8153(1)  | 1399(1) | 28(1) |
| C(231) | 12096(3) | 9446(3)  | 1045(2) | 39(1) |
| C(232) | 12687(3) | 8136(3)  | 2170(2) | 44(1) |
| C(233) | 10665(4) | 6793(3)  | 532(2)  | 45(1) |
| C(101) | 5894(3)  | 5541(2)  | 782(2)  | 21(1) |
| C(102) | 4456(3)  | 5510(2)  | 601(2)  | 25(1) |
| C(103) | 6408(3)  | 5010(2)  | 164(2)  | 26(1) |
| C(012) | 5111(5)  | 9178(6)  | 4396(3) | 83(2) |
| C(013) | 5395(5)  | 10295(6) | 4366(3) | 82(2) |
| C(011) | 4729(5)  | 8879(4)  | 5031(4) | 80(2) |

**Tab. E.4.6c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **2a**.

|               |            |                 |            |
|---------------|------------|-----------------|------------|
| Sn(1)-C(101)  | 2,180(3)   | Si(2)-Si(22)    | 2,3660(12) |
| Sn(1)-Cl(1)   | 2,4045(7)  | Si(21)-C(213)   | 1,864(3)   |
| Sn(1)-Si(2)   | 2,6083(8)  | Si(21)-C(212)   | 1,868(3)   |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,6085(9)  | Si(21)-C(211)   | 1,882(3)   |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3566(12) | Si(22)-C(223)   | 1,865(3)   |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3574(12) | Si(22)-C(221)   | 1,874(3)   |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3714(12) | Si(22)-C(222)   | 1,880(3)   |
| Si(13)-C(132) | 1,868(3)   | Si(23)-C(232)   | 1,871(3)   |
| Si(13)-C(131) | 1,873(3)   | Si(23)-C(231)   | 1,875(3)   |
| Si(13)-C(133) | 1,879(3)   | Si(23)-C(233)   | 1,881(3)   |
| Si(12)-C(121) | 1,867(3)   | C(101)-C(102)   | 1,393(4)   |
| Si(12)-C(122) | 1,871(3)   | C(101)-C(103)   | 1,398(4)   |
| Si(12)-C(123) | 1,874(3)   | C(102)-C(103)#1 | 1,401(4)   |
| Si(11)-C(113) | 1,871(4)   | C(103)-C(102)#1 | 1,401(4)   |
| Si(11)-C(111) | 1,877(3)   | C(012)-C(011)   | 1,356(6)   |

## E. Anhang

|               |            |                 |          |
|---------------|------------|-----------------|----------|
| Si(11)-C(112) | 1,881(3)   | C(012)-C(013)   | 1,356(6) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,3582(11) | C(013)-C(011)#2 | 1,358(6) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,3630(12) | C(011)-C(013)#2 | 1,358(6) |

Tab. E.4.6c Bindungswinkel [°] von Verbindung 2a.

|                      |            |                        |            |
|----------------------|------------|------------------------|------------|
| C(101)-Sn(1)-Cl(1)   | 98,64(7)   | Si(23)-Si(2)-Si(22)    | 109,66(4)  |
| C(101)-Sn(1)-Si(2)   | 107,89(7)  | Si(21)-Si(2)-Si(22)    | 108,69(4)  |
| Cl(1)-Sn(1)-Si(2)    | 102,32(3)  | Si(23)-Si(2)-Sn(1)     | 113,14(4)  |
| C(101)-Sn(1)-Si(1)   | 114,64(7)  | Si(21)-Si(2)-Sn(1)     | 104,91(4)  |
| Cl(1)-Sn(1)-Si(1)    | 98,66(3)   | Si(22)-Si(2)-Sn(1)     | 113,21(4)  |
| Si(2)-Sn(1)-Si(1)    | 128,53(3)  | C(213)-Si(21)-C(212)   | 107,91(15) |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 110,80(5)  | C(213)-Si(21)-C(211)   | 107,32(15) |
| Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 110,98(4)  | C(212)-Si(21)-C(211)   | 108,61(14) |
| Si(12)-Si(1)-Si(11)  | 106,19(4)  | C(213)-Si(21)-Si(2)    | 113,55(11) |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 112,47(4)  | C(212)-Si(21)-Si(2)    | 109,29(11) |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 106,23(4)  | C(211)-Si(21)-Si(2)    | 110,01(11) |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 109,89(4)  | C(223)-Si(22)-C(221)   | 109,61(15) |
| C(132)-Si(13)-C(131) | 107,72(16) | C(223)-Si(22)-C(222)   | 107,06(15) |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 110,24(16) | C(221)-Si(22)-C(222)   | 109,51(15) |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 107,40(16) | C(223)-Si(22)-Si(2)    | 113,51(11) |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,74(11) | C(221)-Si(22)-Si(2)    | 108,98(11) |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 110,27(11) | C(222)-Si(22)-Si(2)    | 108,09(10) |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 110,37(12) | C(232)-Si(23)-C(231)   | 107,99(14) |
| C(121)-Si(12)-C(122) | 107,98(16) | C(232)-Si(23)-C(233)   | 110,06(16) |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 108,74(15) | C(231)-Si(23)-C(233)   | 106,23(15) |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 110,75(15) | C(232)-Si(23)-Si(2)    | 109,44(11) |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 109,00(11) | C(231)-Si(23)-Si(2)    | 108,66(10) |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 111,00(11) | C(233)-Si(23)-Si(2)    | 114,24(11) |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 109,31(11) | C(102)-C(101)-C(103)   | 116,5(2)   |
| C(113)-Si(11)-C(111) | 107,28(17) | C(102)-C(101)-Sn(1)    | 122,1(2)   |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 107,61(17) | C(103)-C(101)-Sn(1)    | 121,4(2)   |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 108,01(15) | C(101)-C(102)-C(103)#1 | 121,2(3)   |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 114,28(12) | C(101)-C(103)-C(102)#1 | 122,4(3)   |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 112,25(11) | C(011)-C(012)-C(013)   | 120,5(5)   |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 107,17(12) | C(011)#2-C(013)-C(012) | 120,0(5)   |
| Si(23)-Si(2)-Si(21)  | 106,84(4)  | C(012)-C(011)-C(013)#2 | 119,5(5)   |

Tab. E.4.6e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 2a.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 21(1)    | 22(1)    | 20(1)    | 5(1)     | 4(1)     | 9(1)     |
| Cl(1)  | 34(1)    | 44(1)    | 31(1)    | 11(1)    | 14(1)    | 24(1)    |
| Si(1)  | 24(1)    | 28(1)    | 23(1)    | 10(1)    | 5(1)     | 11(1)    |
| Si(13) | 27(1)    | 31(1)    | 34(1)    | 11(1)    | 6(1)     | 15(1)    |
| Si(12) | 28(1)    | 28(1)    | 35(1)    | 10(1)    | 3(1)     | 8(1)     |
| Si(11) | 32(1)    | 47(1)    | 25(1)    | 13(1)    | 9(1)     | 14(1)    |
| C(121) | 40(2)    | 38(2)    | 64(3)    | 25(2)    | 1(2)     | 5(2)     |
| C(122) | 45(2)    | 35(2)    | 52(2)    | 3(2)     | 7(2)     | 17(2)    |
| C(123) | 31(2)    | 43(2)    | 38(2)    | 8(2)     | 2(2)     | 12(2)    |
| C(131) | 48(2)    | 41(2)    | 57(2)    | 16(2)    | 9(2)     | 28(2)    |
| C(111) | 41(2)    | 69(3)    | 39(2)    | 23(2)    | 18(2)    | 24(2)    |
| C(132) | 31(2)    | 37(2)    | 62(3)    | 12(2)    | 0(2)     | 7(2)     |

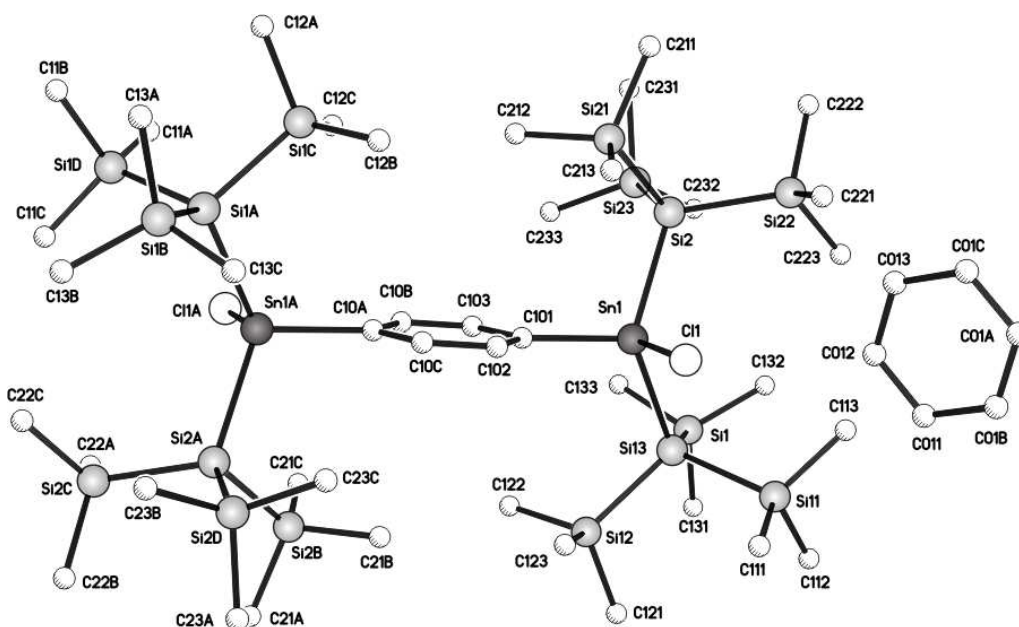
## E. Anhang

|        |       |        |        |        |       |       |
|--------|-------|--------|--------|--------|-------|-------|
| C(112) | 52(2) | 88(3)  | 35(2)  | 32(2)  | 12(2) | 34(2) |
| C(133) | 53(2) | 67(3)  | 56(3)  | 19(2)  | 27(2) | 29(2) |
| C(113) | 65(3) | 61(3)  | 36(2)  | -1(2)  | 15(2) | 11(2) |
| Si(2)  | 20(1) | 23(1)  | 24(1)  | 6(1)   | 6(1)  | 8(1)  |
| Si(21) | 26(1) | 29(1)  | 30(1)  | 12(1)  | 7(1)  | 13(1) |
| C(211) | 46(2) | 29(2)  | 40(2)  | 13(2)  | 8(2)  | 15(2) |
| C(212) | 42(2) | 41(2)  | 33(2)  | 14(2)  | 5(2)  | 13(2) |
| C(213) | 38(2) | 59(3)  | 60(3)  | 30(2)  | 16(2) | 29(2) |
| Si(22) | 28(1) | 26(1)  | 27(1)  | 4(1)   | 6(1)  | 8(1)  |
| C(221) | 41(2) | 42(2)  | 44(2)  | -1(2)  | 12(2) | 17(2) |
| C(222) | 42(2) | 31(2)  | 40(2)  | 5(2)   | 6(2)  | 5(2)  |
| C(223) | 48(2) | 47(2)  | 36(2)  | 11(2)  | 6(2)  | 14(2) |
| Si(23) | 25(1) | 32(1)  | 32(1)  | 11(1)  | 11(1) | 14(1) |
| C(231) | 32(2) | 45(2)  | 46(2)  | 21(2)  | 14(2) | 15(2) |
| C(232) | 30(2) | 59(3)  | 55(2)  | 28(2)  | 19(2) | 22(2) |
| C(233) | 51(2) | 47(2)  | 43(2)  | 9(2)   | 21(2) | 24(2) |
| C(101) | 22(2) | 17(2)  | 21(2)  | 6(1)   | 1(1)  | 6(1)  |
| C(102) | 25(2) | 28(2)  | 20(2)  | 3(1)   | 3(1)  | 11(1) |
| C(103) | 21(2) | 29(2)  | 29(2)  | 7(1)   | 2(1)  | 13(1) |
| C(012) | 53(3) | 116(5) | 50(3)  | -30(3) | 5(2)  | 38(3) |
| C(013) | 44(3) | 130(5) | 66(4)  | 32(4)  | 18(3) | 23(3) |
| C(011) | 50(3) | 59(3)  | 108(4) | 5(3)   | 5(3)  | 13(2) |

**Tab. E.4.6f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2a**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|-------|------|-------|
| H(12A) | 5034  | 1324  | 2358 | 74    |
| H(12B) | 5423  | 2381  | 3121 | 74    |
| H(12C) | 6694  | 2087  | 2782 | 74    |
| H(12D) | 5450  | 1687  | 854  | 69    |
| H(12E) | 7143  | 2448  | 1193 | 69    |
| H(12F) | 6125  | 2954  | 767  | 69    |
| H(12G) | 3156  | 2503  | 1656 | 59    |
| H(12H) | 3908  | 3752  | 1554 | 59    |
| H(12I) | 3755  | 3641  | 2384 | 59    |
| H(13A) | 10978 | 3588  | 3262 | 69    |
| H(13B) | 9327  | 2879  | 2801 | 69    |
| H(13C) | 9685  | 3658  | 3673 | 69    |
| H(11A) | 4891  | 5517  | 4415 | 70    |
| H(11B) | 4574  | 4316  | 3777 | 70    |
| H(11C) | 4634  | 5439  | 3530 | 70    |
| H(13D) | 12359 | 6208  | 3633 | 70    |
| H(13E) | 11150 | 6328  | 4099 | 70    |
| H(13F) | 11413 | 6941  | 3446 | 70    |
| H(11D) | 7553  | 4957  | 5092 | 81    |
| H(11E) | 8829  | 4991  | 4649 | 81    |
| H(11F) | 7300  | 3925  | 4335 | 81    |
| H(13G) | 11483 | 4641  | 1947 | 84    |
| H(13H) | 10543 | 5350  | 1708 | 84    |
| H(13I) | 9808  | 3973  | 1519 | 84    |
| H(11G) | 7717  | 7363  | 4998 | 90    |
| H(11H) | 7718  | 7634  | 4200 | 90    |
| H(11I) | 9065  | 7417  | 4609 | 90    |
| H(21A) | 8573  | 10993 | 892  | 57    |
| H(21B) | 10043 | 10806 | 1151 | 57    |
| H(21C) | 9186  | 11184 | 1776 | 57    |

|        |       |       |      |    |
|--------|-------|-------|------|----|
| H(21D) | 7204  | 8536  | -264 | 58 |
| H(21E) | 7165  | 7428  | -3   | 58 |
| H(21F) | 8677  | 8334  | -40  | 58 |
| H(21G) | 5676  | 9348  | 953  | 70 |
| H(21H) | 6219  | 9436  | 1824 | 70 |
| H(21I) | 5502  | 8195  | 1184 | 70 |
| H(22A) | 9088  | 10899 | 4012 | 67 |
| H(22B) | 7907  | 9650  | 3518 | 67 |
| H(22C) | 8369  | 10668 | 3136 | 67 |
| H(22D) | 12062 | 11790 | 3588 | 63 |
| H(22E) | 11419 | 11393 | 2686 | 63 |
| H(22F) | 12588 | 10929 | 3020 | 63 |
| H(22G) | 11271 | 9895  | 4455 | 68 |
| H(22H) | 11903 | 9198  | 3838 | 68 |
| H(22I) | 10313 | 8581  | 3957 | 68 |
| H(23A) | 12954 | 9389  | 864  | 59 |
| H(23B) | 12382 | 10168 | 1465 | 59 |
| H(23C) | 11391 | 9444  | 625  | 59 |
| H(23D) | 13484 | 8025  | 1947 | 66 |
| H(23E) | 12260 | 7500  | 2377 | 66 |
| H(23F) | 13058 | 8875  | 2583 | 66 |
| H(23G) | 11508 | 6780  | 319  | 68 |
| H(23H) | 9914  | 6805  | 142  | 68 |
| H(23I) | 10280 | 6100  | 692  | 68 |
| H(102) | 4061  | 5841  | 996  | 30 |
| H(103) | 7357  | 5001  | 265  | 31 |
| H(012) | 5180  | 8611  | 3978 | 99 |
| H(013) | 5673  | 10497 | 3933 | 98 |
| H(011) | 4552  | 8115  | 5054 | 96 |



**Abb. E.5:** Molekülstruktur von Verbindung **2a** mit Lösungsmittel. Die Atome mit Buchstaben als Endung weisen auf eine Symmetrieoperation  $(-x+1; -y+1, -z)$  hin, die Atome im Solvenz (C01A – C01C) entsprechen der Symmetrieoperation  $(-x+1; -y+2, -z+1)$ .

E.4.7 BrHyp<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnHyp<sub>2</sub>Br (**2b**)Tab. E.4.7a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2b** mit einem Molekül Benzol

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>48</sub> H <sub>118</sub> Cl <sub>2</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1548,07 g/mol   |  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | triklin, P $\bar{1}$  |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 18,6104(7) Å<br>b = 19,1313(7) Å<br>c = 19,2892(7) Å                          | $\alpha = 87,7340(10)^\circ$<br>$\beta = 62,6214(9)^\circ$<br>$\gamma = 80,9441(10)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 6018,2(4) Å <sup>3</sup>  |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 3; 1,276 Mg/m <sup>3</sup>  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,885 mm <sup>-1</sup>  |  |
| <b>F(000)</b>  | 2400  |  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,10 x 0,05 x 0,05 mm   |  |
| <b>Messbereich</b>   | 2,31° ≤ $\theta$ ≤ 28,10°   |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -24 ≤ h ≤ 24; -25 ≤ k ≤ 25; -25 ≤ l ≤ 25  |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 113781 / 28924 [R(int) = 0,1126]  |  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 28,10^\circ</math></b> | 98,5 %  |  |
| <b>Max. / min. Transmission</b>                              | 0,8072 / 0,6632   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                       |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 28924 / 0 / 973   |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,653   |  |
| <b>Gütefaktoren [<math>I &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>         | R1 = 0,0353, wR2 = 0,0426   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,1286, wR2 = 0,0555   |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 0,578 e/Å <sup>3</sup> und -0,508 e/Å <sup>3</sup>                                |  |



**Tab. E.4.7b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **2b** mit einem Molekül Benzol

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Sn(3)  | 7719(1)  | 2278(1)  | 3011(1) | 19(1) |
| Sn(2)  | 5582(1)  | 1055(1)  | 6920(1) | 19(1) |
| Sn(1)  | 8833(1)  | -5601(1) | 6934(1) | 18(1) |
| Br(2)  | 6203(1)  | 1679(1)  | 7613(1) | 31(1) |
| Br(3)  | 7115(1)  | 1628(1)  | 2322(1) | 31(1) |
| Br(1)  | 9405(1)  | -4950(1) | 7652(1) | 31(1) |
| Si(1)  | 7300(1)  | -5008(1) | 7688(1) | 22(1) |
| Si(4)  | 4055(1)  | 1640(1)  | 7741(1) | 22(1) |
| Si(2)  | 9510(1)  | -6918(1) | 6858(1) | 21(1) |
| Si(52) | 10188(1) | 2468(1)  | 2162(1) | 29(1) |
| Si(13) | 6395(1)  | -5816(1) | 7892(1) | 28(1) |
| Si(3)  | 6262(1)  | -267(1)  | 6809(1) | 22(1) |
| Si(6)  | 7038(1)  | 3585(1)  | 3048(1) | 21(1) |
| Si(5)  | 9261(1)  | 1718(1)  | 2241(1) | 24(1) |
| Si(41) | 3135(1)  | 888(1)   | 7824(1) | 27(1) |
| Si(12) | 6990(1)  | -4460(1) | 8890(1) | 34(1) |
| Si(51) | 9585(1)  | 1294(1)  | 978(1)  | 38(1) |
| Si(31) | 6418(1)  | -899(1)  | 5710(1) | 29(1) |
| Si(11) | 7122(1)  | -4100(1) | 6894(1) | 31(1) |
| Si(32) | 5584(1)  | -906(1)  | 7933(1) | 32(1) |
| Si(33) | 7581(1)  | -213(1)  | 6665(1) | 35(1) |
| Si(21) | 10838(1) | -6867(1) | 6684(1) | 30(1) |
| Si(22) | 8829(1)  | -7514(1) | 8014(1) | 30(1) |
| Si(53) | 9432(1)  | 706(1)   | 2915(1) | 39(1) |
| Si(42) | 3900(1)  | 2661(1)  | 7069(1) | 28(1) |
| Si(62) | 5631(1)  | 3611(1)  | 3893(1) | 27(1) |
| Si(43) | 3726(1)  | 2057(1)  | 9010(1) | 31(1) |
| Si(23) | 9655(1)  | -7584(1) | 5780(1) | 27(1) |
| Si(63) | 7512(1)  | 4391(1)  | 3574(1) | 27(1) |
| C(612) | 6569(3)  | 3525(3)  | 1504(3) | 54(2) |
| C(203) | 7211(3)  | 2113(2)  | 4792(3) | 23(1) |
| C(102) | 9456(3)  | -5461(2) | 5138(3) | 22(1) |
| C(202) | 6782(3)  | 1909(3)  | 5555(3) | 25(1) |
| C(201) | 6199(3)  | 1460(2)  | 5752(3) | 21(1) |
| C(206) | 6067(3)  | 1240(2)  | 5145(3) | 23(1) |
| C(205) | 6495(3)  | 1451(2)  | 4385(3) | 23(1) |
| C(101) | 9514(3)  | -5205(2) | 5776(2) | 17(1) |
| C(106) | 10070(3) | -4739(2) | 5614(3) | 24(1) |
| C(204) | 7086(3)  | 1894(2)  | 4181(3) | 21(1) |
| C(521) | 10348(3) | 3108(3)  | 1366(3) | 42(2) |
| C(231) | 9944(3)  | -8548(3) | 5924(3) | 40(2) |
| C(331) | 8248(3)  | -1092(3) | 6266(3) | 47(2) |
| C(232) | 8705(3)  | -7514(3) | 5659(3) | 39(2) |
| C(621) | 5049(3)  | 4447(3)  | 3744(3) | 40(2) |
| C(311) | 5467(3)  | -832(3)  | 5589(3) | 44(2) |
| C(613) | 6856(3)  | 4941(2)  | 1873(3) | 42(2) |
| C(431) | 2572(3)  | 2277(3)  | 9554(3) | 45(2) |
| C(131) | 5355(3)  | -5335(3) | 8089(3) | 43(2) |
| C(522) | 11210(3) | 1932(3)  | 1942(3) | 43(2) |
| C(411) | 2131(3)  | 1405(3)  | 7981(3) | 44(2) |
| C(221) | 9572(3)  | -8231(3) | 8134(3) | 44(2) |
| C(222) | 8017(3)  | -7933(3) | 7953(3) | 41(1) |
| C(223) | 8397(3)  | -6878(3) | 8873(3) | 45(2) |
| C(412) | 3583(3)  | 346(3)   | 6889(3) | 47(2) |
| C(421) | 2886(3)  | 3214(3)  | 7696(3) | 42(2) |
| C(511) | 9168(3)  | 451(3)   | 1023(3) | 58(2) |

## E. Anhang

|        |          |          |          |        |
|--------|----------|----------|----------|--------|
| C(422) | 4724(3)  | 3198(3)  | 6888(3)  | 35(1)  |
| C(523) | 9821(3)  | 2958(3)  | 3109(3)  | 51(2)  |
| C(121) | 5846(3)  | -4251(3) | 9442(3)  | 49(2)  |
| C(321) | 4750(3)  | -1290(3) | 7873(3)  | 48(2)  |
| Si(61) | 7208(1)  | 3963(1)  | 1812(1)  | 32(1)  |
| C(432) | 4046(3)  | 1416(3)  | 9608(3)  | 53(2)  |
| C(312) | 7237(3)  | -596(3)  | 4798(3)  | 41(1)  |
| C(423) | 3915(3)  | 2410(3)  | 6133(3)  | 39(2)  |
| C(233) | 10488(3) | -7312(3) | 4857(3)  | 38(1)  |
| C(211) | 10798(3) | -6626(3) | 7634(3)  | 46(2)  |
| C(132) | 6269(3)  | -6365(3) | 8760(3)  | 44(2)  |
| C(531) | 9428(4)  | 958(3)   | 3842(3)  | 59(2)  |
| C(512) | 9216(4)  | 1927(3)  | 412(3)   | 65(2)  |
| C(122) | 7325(3)  | -5014(3) | 9535(3)  | 49(2)  |
| C(212) | 11365(3) | -6231(3) | 5935(3)  | 45(2)  |
| C(622) | 5203(3)  | 2857(2)  | 3722(3)  | 40(1)  |
| C(111) | 7181(3)  | -4491(3) | 5994(3)  | 48(2)  |
| C(332) | 7519(3)  | -23(3)   | 7636(3)  | 52(2)  |
| C(333) | 8094(3)  | 463(3)   | 5966(3)  | 52(2)  |
| C(413) | 2939(3)  | 294(3)   | 8665(3)  | 39(2)  |
| C(631) | 6727(3)  | 5210(3)  | 3947(3)  | 39(1)  |
| C(322) | 6316(3)  | -1662(3) | 8016(3)  | 46(2)  |
| C(123) | 7409(3)  | -3611(3) | 8746(3)  | 48(2)  |
| C(313) | 6726(3)  | -1867(3) | 5822(3)  | 41(2)  |
| C(433) | 4155(3)  | 2885(3)  | 8989(3)  | 46(2)  |
| C(632) | 7671(3)  | 4039(3)  | 4422(3)  | 43(2)  |
| C(213) | 11484(3) | -7753(3) | 6338(3)  | 41(2)  |
| C(112) | 6086(3)  | -3540(2) | 7445(3)  | 43(1)  |
| C(532) | 10440(3) | 143(3)   | 2276(3)  | 55(2)  |
| C(323) | 5172(3)  | -306(3)  | 8809(3)  | 51(2)  |
| C(113) | 7915(3)  | -3519(3) | 6606(3)  | 49(2)  |
| C(533) | 8603(3)  | 164(3)   | 3148(3)  | 58(2)  |
| C(623) | 5449(3)  | 3610(2)  | 4926(2)  | 39(1)  |
| C(611) | 8305(3)  | 3792(3)  | 1061(3)  | 60(2)  |
| C(05)  | 3923(4)  | -1815(4) | 10199(4) | 59(2)  |
| C(03)  | 2927(5)  | -1786(4) | 9748(4)  | 69(2)  |
| C(06)  | 3604(4)  | -1136(4) | 10479(3) | 62(2)  |
| C(633) | 8474(3)  | 4657(2)  | 2788(3)  | 40(1)  |
| C(02)  | 2616(4)  | -1106(4) | 10024(4) | 72(2)  |
| C(04)  | 3587(4)  | -2150(3) | 9827(3)  | 62(2)  |
| C(133) | 6790(3)  | -6396(3) | 7003(3)  | 54(2)  |
| C(513) | 10736(3) | 1101(3)  | 403(3)   | 54(2)  |
| C(01)  | 2954(4)  | -772(3)  | 10403(3) | 66(2)  |
| C(0B)  | 9868(8)  | 4822(6)  | -599(5)  | 107(4) |
| C(0C)  | 9349(6)  | 5359(6)  | -81(7)   | 102(3) |
| C(0A)  | 10490(7) | 4464(4)  | -518(5)  | 103(3) |

Tab. E.4.7c Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **2b**.

|              |            |               |          |
|--------------|------------|---------------|----------|
| Sn(3)-C(204) | 2,172(5)   | Si(32)-C(321) | 1,870(4) |
| Sn(3)-Br(3)  | 2,5546(6)  | Si(32)-C(322) | 1,881(5) |
| Sn(3)-Si(6)  | 2,6066(14) | Si(33)-C(333) | 1,861(5) |
| Sn(3)-Si(5)  | 2,6132(14) | Si(33)-C(332) | 1,871(5) |
| Sn(2)-C(201) | 2,182(5)   | Si(33)-C(331) | 1,878(5) |
| Sn(2)-Br(2)  | 2,5558(6)  | Si(21)-C(212) | 1,860(5) |
| Sn(2)-Si(3)  | 2,6128(14) | Si(21)-C(213) | 1,864(5) |
| Sn(2)-Si(4)  | 2,6149(14) | Si(21)-C(211) | 1,871(5) |
| Sn(1)-C(101) | 2,176(4)   | Si(22)-C(222) | 1,869(4) |

## E. Anhang

|               |            |                 |           |
|---------------|------------|-----------------|-----------|
| Sn(1)-Br(1)   | 2,5526(6)  | Si(22)-C(223)   | 1,870(5)  |
| Sn(1)-Si(2)   | 2,6109(14) | Si(22)-C(221)   | 1,876(5)  |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,6152(13) | Si(53)-C(531)   | 1,867(5)  |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3540(18) | Si(53)-C(533)   | 1,868(5)  |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3554(19) | Si(53)-C(532)   | 1,881(5)  |
| Si(1)-Si(12)  | 2,363(2)   | Si(42)-C(422)   | 1,871(4)  |
| Si(4)-Si(41)  | 2,3523(18) | Si(42)-C(423)   | 1,873(5)  |
| Si(4)-Si(42)  | 2,3553(19) | Si(42)-C(421)   | 1,875(5)  |
| Si(4)-Si(43)  | 2,371(2)   | Si(62)-C(623)   | 1,860(4)  |
| Si(2)-Si(22)  | 2,3520(19) | Si(62)-C(622)   | 1,861(4)  |
| Si(2)-Si(21)  | 2,3542(17) | Si(62)-C(621)   | 1,877(5)  |
| Si(2)-Si(23)  | 2,3678(19) | Si(43)-C(432)   | 1,865(5)  |
| Si(52)-C(523) | 1,862(5)   | Si(43)-C(433)   | 1,875(5)  |
| Si(52)-C(521) | 1,868(5)   | Si(43)-C(431)   | 1,889(5)  |
| Si(52)-C(522) | 1,879(5)   | Si(23)-C(233)   | 1,866(5)  |
| Si(52)-Si(5)  | 2,3616(18) | Si(23)-C(232)   | 1,871(4)  |
| Si(13)-C(133) | 1,857(5)   | Si(23)-C(231)   | 1,886(5)  |
| Si(13)-C(131) | 1,877(5)   | Si(63)-C(633)   | 1,869(4)  |
| Si(13)-C(132) | 1,881(5)   | Si(63)-C(631)   | 1,873(5)  |
| Si(3)-Si(32)  | 2,354(2)   | Si(63)-C(632)   | 1,875(5)  |
| Si(3)-Si(33)  | 2,3591(18) | C(612)-Si(61)   | 1,863(4)  |
| Si(3)-Si(31)  | 2,3601(19) | C(203)-C(202)   | 1,389(6)  |
| Si(6)-Si(62)  | 2,3558(18) | C(203)-C(204)   | 1,392(6)  |
| Si(6)-Si(61)  | 2,3560(18) | C(102)-C(106)#1 | 1,384(6)  |
| Si(6)-Si(63)  | 2,3577(17) | C(102)-C(101)   | 1,397(6)  |
| Si(5)-Si(53)  | 2,352(2)   | C(202)-C(201)   | 1,396(6)  |
| Si(5)-Si(51)  | 2,369(2)   | C(201)-C(206)   | 1,393(6)  |
| Si(41)-C(411) | 1,867(5)   | C(206)-C(205)   | 1,389(6)  |
| Si(41)-C(413) | 1,870(5)   | C(205)-C(204)   | 1,397(6)  |
| Si(41)-C(412) | 1,874(5)   | C(101)-C(106)   | 1,392(6)  |
| Si(12)-C(122) | 1,859(5)   | C(106)-C(102)#1 | 1,384(6)  |
| Si(12)-C(123) | 1,868(5)   | C(613)-Si(61)   | 1,872(5)  |
| Si(12)-C(121) | 1,873(5)   | Si(61)-C(611)   | 1,866(5)  |
| Si(51)-C(512) | 1,857(5)   | C(05)-C(06)     | 1,358(8)  |
| Si(51)-C(511) | 1,879(5)   | C(05)-C(04)     | 1,375(7)  |
| Si(51)-C(513) | 1,886(5)   | C(03)-C(02)     | 1,358(9)  |
| Si(31)-C(312) | 1,868(5)   | C(03)-C(04)     | 1,384(8)  |
| Si(31)-C(311) | 1,872(4)   | C(06)-C(01)     | 1,364(8)  |
| Si(31)-C(313) | 1,884(5)   | C(02)-C(01)     | 1,388(7)  |
| Si(11)-C(113) | 1,854(5)   | C(0B)-C(0A)     | 1,319(10) |
| Si(11)-C(111) | 1,867(5)   | C(0B)-C(0C)     | 1,367(12) |
| Si(11)-C(112) | 1,884(5)   | C(0C)-C(0A)#2   | 1,387(9)  |
| Si(32)-C(323) | 1,856(5)   | C(0A)-C(0C)#2   | 1,387(9)  |

Tab. E.4.7d Bindungswinkel [°] von Verbindung 2b.

|                    |            |                      |            |
|--------------------|------------|----------------------|------------|
| C(204)-Sn(3)-Br(3) | 99,56(11)  | C(113)-Si(11)-Si(1)  | 111,15(16) |
| C(204)-Sn(3)-Si(6) | 106,79(12) | C(111)-Si(11)-Si(1)  | 109,99(18) |
| Br(3)-Sn(3)-Si(6)  | 101,87(3)  | C(112)-Si(11)-Si(1)  | 109,68(17) |
| C(204)-Sn(3)-Si(5) | 114,42(12) | C(323)-Si(32)-C(321) | 111,2(2)   |
| Br(3)-Sn(3)-Si(5)  | 99,90(3)   | C(323)-Si(32)-C(322) | 108,4(2)   |
| Si(6)-Sn(3)-Si(5)  | 128,82(4)  | C(321)-Si(32)-C(322) | 107,5(2)   |
| C(201)-Sn(2)-Br(2) | 99,92(12)  | C(323)-Si(32)-Si(3)  | 108,97(19) |
| C(201)-Sn(2)-Si(3) | 105,60(13) | C(321)-Si(32)-Si(3)  | 110,14(17) |
| Br(2)-Sn(2)-Si(3)  | 103,41(3)  | C(322)-Si(32)-Si(3)  | 110,58(18) |
| C(201)-Sn(2)-Si(4) | 114,62(12) | C(333)-Si(33)-C(332) | 109,5(2)   |
| Br(2)-Sn(2)-Si(4)  | 97,99(3)   | C(333)-Si(33)-C(331) | 106,8(3)   |
| Si(3)-Sn(2)-Si(4)  | 129,88(4)  | C(332)-Si(33)-C(331) | 108,6(2)   |

## E. Anhang

|                      |            |                        |            |
|----------------------|------------|------------------------|------------|
| C(101)-Sn(1)-Br(1)   | 98,09(11)  | C(333)-Si(33)-Si(3)    | 112,85(16) |
| C(101)-Sn(1)-Si(2)   | 105,31(12) | C(332)-Si(33)-Si(3)    | 109,95(18) |
| Br(1)-Sn(1)-Si(2)    | 103,81(3)  | C(331)-Si(33)-Si(3)    | 109,03(16) |
| C(101)-Sn(1)-Si(1)   | 114,90(11) | C(212)-Si(21)-C(213)   | 106,5(2)   |
| Br(1)-Sn(1)-Si(1)    | 98,16(3)   | C(212)-Si(21)-C(211)   | 109,6(2)   |
| Si(2)-Sn(1)-Si(1)    | 130,43(4)  | C(213)-Si(21)-C(211)   | 108,1(2)   |
| Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 109,63(7)  | C(212)-Si(21)-Si(2)    | 112,87(15) |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 109,94(7)  | C(213)-Si(21)-Si(2)    | 109,48(16) |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 106,76(8)  | C(211)-Si(21)-Si(2)    | 110,15(17) |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 111,98(6)  | C(222)-Si(22)-C(223)   | 112,0(2)   |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 105,74(6)  | C(222)-Si(22)-C(221)   | 108,3(2)   |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 112,55(6)  | C(223)-Si(22)-C(221)   | 107,7(2)   |
| Si(41)-Si(4)-Si(42)  | 110,06(7)  | C(222)-Si(22)-Si(2)    | 109,31(16) |
| Si(41)-Si(4)-Si(43)  | 109,82(7)  | C(223)-Si(22)-Si(2)    | 109,55(18) |
| Si(42)-Si(4)-Si(43)  | 105,31(7)  | C(221)-Si(22)-Si(2)    | 109,91(18) |
| Si(41)-Si(4)-Sn(2)   | 112,05(6)  | C(531)-Si(53)-C(533)   | 109,1(3)   |
| Si(42)-Si(4)-Sn(2)   | 104,86(6)  | C(531)-Si(53)-C(532)   | 109,1(3)   |
| Si(43)-Si(4)-Sn(2)   | 114,36(6)  | C(533)-Si(53)-C(532)   | 108,0(3)   |
| Si(22)-Si(2)-Si(21)  | 107,93(7)  | C(531)-Si(53)-Si(5)    | 110,79(19) |
| Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 109,43(7)  | C(533)-Si(53)-Si(5)    | 111,00(18) |
| Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 107,19(7)  | C(532)-Si(53)-Si(5)    | 108,88(19) |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 112,87(7)  | C(422)-Si(42)-C(423)   | 111,3(2)   |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 105,35(6)  | C(422)-Si(42)-C(421)   | 108,1(2)   |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 113,69(6)  | C(423)-Si(42)-C(421)   | 108,4(2)   |
| C(523)-Si(52)-C(521) | 109,9(3)   | C(422)-Si(42)-Si(4)    | 109,82(16) |
| C(523)-Si(52)-C(522) | 106,7(2)   | C(423)-Si(42)-Si(4)    | 110,32(17) |
| C(521)-Si(52)-C(522) | 107,9(2)   | C(421)-Si(42)-Si(4)    | 108,75(17) |
| C(523)-Si(52)-Si(5)  | 111,07(18) | C(623)-Si(62)-C(622)   | 108,6(2)   |
| C(521)-Si(52)-Si(5)  | 110,86(16) | C(623)-Si(62)-C(621)   | 108,6(2)   |
| C(522)-Si(52)-Si(5)  | 110,26(17) | C(622)-Si(62)-C(621)   | 107,3(2)   |
| C(133)-Si(13)-C(131) | 107,9(2)   | C(623)-Si(62)-Si(6)    | 109,81(15) |
| C(133)-Si(13)-C(132) | 110,2(3)   | C(622)-Si(62)-Si(6)    | 113,80(16) |
| C(131)-Si(13)-C(132) | 107,8(2)   | C(621)-Si(62)-Si(6)    | 108,63(17) |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 109,60(18) | C(432)-Si(43)-C(433)   | 107,2(2)   |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 110,69(17) | C(432)-Si(43)-C(431)   | 106,7(3)   |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,59(17) | C(433)-Si(43)-C(431)   | 107,8(2)   |
| Si(32)-Si(3)-Si(33)  | 107,73(7)  | C(432)-Si(43)-Si(4)    | 116,00(19) |
| Si(32)-Si(3)-Si(31)  | 108,70(7)  | C(433)-Si(43)-Si(4)    | 112,28(18) |
| Si(33)-Si(3)-Si(31)  | 107,91(8)  | C(431)-Si(43)-Si(4)    | 106,48(17) |
| Si(32)-Si(3)-Sn(2)   | 113,63(7)  | C(233)-Si(23)-C(232)   | 108,4(2)   |
| Si(33)-Si(3)-Sn(2)   | 104,76(6)  | C(233)-Si(23)-C(231)   | 108,9(2)   |
| Si(31)-Si(3)-Sn(2)   | 113,74(6)  | C(232)-Si(23)-C(231)   | 106,5(2)   |
| Si(62)-Si(6)-Si(61)  | 109,24(6)  | C(233)-Si(23)-Si(2)    | 110,04(16) |
| Si(62)-Si(6)-Si(63)  | 107,45(7)  | C(232)-Si(23)-Si(2)    | 114,83(17) |
| Si(61)-Si(6)-Si(63)  | 108,70(7)  | C(231)-Si(23)-Si(2)    | 108,12(17) |
| Si(62)-Si(6)-Sn(3)   | 105,51(6)  | C(633)-Si(63)-C(631)   | 107,5(2)   |
| Si(61)-Si(6)-Sn(3)   | 112,86(6)  | C(633)-Si(63)-C(632)   | 110,8(2)   |
| Si(63)-Si(6)-Sn(3)   | 112,87(5)  | C(631)-Si(63)-C(632)   | 106,5(2)   |
| Si(53)-Si(5)-Si(52)  | 108,80(7)  | C(633)-Si(63)-Si(6)    | 109,69(15) |
| Si(53)-Si(5)-Si(51)  | 105,44(8)  | C(631)-Si(63)-Si(6)    | 109,00(16) |
| Si(52)-Si(5)-Si(51)  | 110,34(8)  | C(632)-Si(63)-Si(6)    | 113,13(16) |
| Si(53)-Si(5)-Sn(3)   | 105,93(6)  | C(202)-C(203)-C(204)   | 122,8(4)   |
| Si(52)-Si(5)-Sn(3)   | 114,30(7)  | C(106)#1-C(102)-C(101) | 121,6(4)   |
| Si(51)-Si(5)-Sn(3)   | 111,53(6)  | C(203)-C(202)-C(201)   | 121,2(4)   |
| C(411)-Si(41)-C(413) | 107,8(2)   | C(206)-C(201)-C(202)   | 116,4(5)   |
| C(411)-Si(41)-C(412) | 108,5(2)   | C(206)-C(201)-Sn(2)    | 120,9(3)   |
| C(413)-Si(41)-C(412) | 110,1(2)   | C(202)-C(201)-Sn(2)    | 122,6(3)   |
| C(411)-Si(41)-Si(4)  | 111,31(17) | C(205)-C(206)-C(201)   | 122,0(4)   |
| C(413)-Si(41)-Si(4)  | 109,98(16) | C(206)-C(205)-C(204)   | 122,0(4)   |
| C(412)-Si(41)-Si(4)  | 109,13(17) | C(106)-C(101)-C(102)   | 116,5(4)   |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 108,3(2)   | C(106)-C(101)-Sn(1)    | 123,0(3)   |

## E. Anhang

|                      |            |                        |            |
|----------------------|------------|------------------------|------------|
| C(122)-Si(12)-C(121) | 106,2(3)   | C(102)-C(101)-Sn(1)    | 120,3(3)   |
| C(123)-Si(12)-C(121) | 108,1(2)   | C(102)#1-C(106)-C(101) | 121,9(4)   |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 115,68(18) | C(203)-C(204)-C(205)   | 115,6(4)   |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 111,69(18) | C(203)-C(204)-Sn(3)    | 121,5(3)   |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 106,46(17) | C(205)-C(204)-Sn(3)    | 122,9(3)   |
| C(512)-Si(51)-C(511) | 107,6(3)   | C(612)-Si(61)-C(611)   | 110,4(2)   |
| C(512)-Si(51)-C(513) | 107,0(3)   | C(612)-Si(61)-C(613)   | 107,6(2)   |
| C(511)-Si(51)-C(513) | 108,2(3)   | C(611)-Si(61)-C(613)   | 107,5(2)   |
| C(512)-Si(51)-Si(5)  | 114,9(2)   | C(612)-Si(61)-Si(6)    | 110,44(16) |
| C(511)-Si(51)-Si(5)  | 111,4(2)   | C(611)-Si(61)-Si(6)    | 111,62(18) |
| C(513)-Si(51)-Si(5)  | 107,55(18) | C(613)-Si(61)-Si(6)    | 109,12(17) |
| C(312)-Si(31)-C(311) | 108,1(2)   | C(06)-C(05)-C(04)      | 119,8(6)   |
| C(312)-Si(31)-C(313) | 109,1(2)   | C(02)-C(03)-C(04)      | 120,9(6)   |
| C(311)-Si(31)-C(313) | 106,4(2)   | C(05)-C(06)-C(01)      | 121,9(6)   |
| C(312)-Si(31)-Si(3)  | 110,20(17) | C(03)-C(02)-C(01)      | 119,9(7)   |
| C(311)-Si(31)-Si(3)  | 114,95(18) | C(05)-C(04)-C(03)      | 118,9(7)   |
| C(313)-Si(31)-Si(3)  | 107,90(17) | C(06)-C(01)-C(02)      | 118,6(7)   |
| C(113)-Si(11)-C(111) | 109,0(2)   | C(0A)-C(0B)-C(0C)      | 121,1(9)   |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 108,3(2)   | C(0B)-C(0C)-C(0A)#2    | 118,2(9)   |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 108,7(2)   | C(0B)-C(0A)-C(0C)#2    | 120,6(9)   |

Tab. E.4.7e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2b**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(3)  | 17(1)    | 19(1)    | 19(1)    | 2(1)     | -8(1)    | -4(1)    |
| Sn(2)  | 18(1)    | 20(1)    | 20(1)    | 3(1)     | -9(1)    | -4(1)    |
| Sn(1)  | 16(1)    | 20(1)    | 18(1)    | 2(1)     | -7(1)    | -4(1)    |
| Br(2)  | 33(1)    | 35(1)    | 33(1)    | -1(1)    | -19(1)   | -10(1)   |
| Br(3)  | 31(1)    | 35(1)    | 31(1)    | -3(1)    | -17(1)   | -10(1)   |
| Br(1)  | 28(1)    | 39(1)    | 30(1)    | -3(1)    | -15(1)   | -10(1)   |
| Si(1)  | 17(1)    | 24(1)    | 21(1)    | 1(1)     | -6(1)    | -4(1)    |
| Si(4)  | 19(1)    | 21(1)    | 24(1)    | 0(1)     | -9(1)    | -4(1)    |
| Si(2)  | 20(1)    | 21(1)    | 22(1)    | 1(1)     | -9(1)    | -3(1)    |
| Si(52) | 24(1)    | 29(1)    | 36(1)    | 2(1)     | -15(1)   | -7(1)    |
| Si(13) | 22(1)    | 25(1)    | 36(1)    | 3(1)     | -12(1)   | -7(1)    |
| Si(3)  | 21(1)    | 21(1)    | 25(1)    | 3(1)     | -10(1)   | -3(1)    |
| Si(6)  | 21(1)    | 20(1)    | 24(1)    | 2(1)     | -10(1)   | -4(1)    |
| Si(5)  | 20(1)    | 24(1)    | 26(1)    | 1(1)     | -9(1)    | -4(1)    |
| Si(41) | 25(1)    | 27(1)    | 33(1)    | 4(1)     | -15(1)   | -9(1)    |
| Si(12) | 27(1)    | 39(1)    | 29(1)    | -9(1)    | -7(1)    | -6(1)    |
| Si(51) | 30(1)    | 44(1)    | 31(1)    | -14(1)   | -5(1)    | -9(1)    |
| Si(31) | 35(1)    | 23(1)    | 29(1)    | -1(1)    | -15(1)   | -2(1)    |
| Si(11) | 23(1)    | 28(1)    | 38(1)    | 9(1)     | -12(1)   | -2(1)    |
| Si(32) | 35(1)    | 30(1)    | 31(1)    | 7(1)     | -15(1)   | -9(1)    |
| Si(33) | 23(1)    | 32(1)    | 51(1)    | 4(1)     | -19(1)   | -2(1)    |
| Si(21) | 21(1)    | 32(1)    | 37(1)    | 2(1)     | -14(1)   | -3(1)    |
| Si(22) | 36(1)    | 28(1)    | 28(1)    | 8(1)     | -15(1)   | -10(1)   |
| Si(53) | 26(1)    | 30(1)    | 50(1)    | 14(1)    | -11(1)   | -2(1)    |
| Si(42) | 25(1)    | 23(1)    | 34(1)    | 4(1)     | -13(1)   | -3(1)    |
| Si(62) | 21(1)    | 29(1)    | 29(1)    | 3(1)     | -10(1)   | -4(1)    |
| Si(43) | 27(1)    | 37(1)    | 25(1)    | -6(1)    | -7(1)    | -7(1)    |
| Si(23) | 29(1)    | 23(1)    | 26(1)    | -2(1)    | -11(1)   | -3(1)    |
| Si(63) | 25(1)    | 24(1)    | 33(1)    | -3(1)    | -14(1)   | -4(1)    |
| C(612) | 86(4)    | 49(4)    | 54(4)    | 5(3)     | -54(4)   | -17(3)   |
| C(203) | 19(3)    | 23(3)    | 26(3)    | 8(2)     | -8(2)    | -10(2)   |
| C(102) | 18(3)    | 19(3)    | 27(3)    | -3(2)    | -8(2)    | -2(2)    |
| C(202) | 28(3)    | 30(3)    | 25(3)    | 1(3)     | -17(3)   | -8(2)    |

## E. Anhang

|        |       |        |       |        |        |        |
|--------|-------|--------|-------|--------|--------|--------|
| C(201) | 17(3) | 20(3)  | 25(3) | 4(2)   | -9(2)  | 2(2)   |
| C(206) | 21(3) | 25(3)  | 25(3) | 5(2)   | -12(3) | -9(2)  |
| C(205) | 25(3) | 29(3)  | 17(3) | 3(2)   | -12(2) | -5(2)  |
| C(101) | 18(2) | 15(3)  | 15(3) | 1(2)   | -5(2)  | 1(2)   |
| C(106) | 26(3) | 23(3)  | 23(3) | 1(2)   | -11(2) | -1(2)  |
| C(204) | 19(3) | 19(3)  | 26(3) | -2(2)  | -10(2) | -1(2)  |
| C(521) | 43(3) | 36(4)  | 49(4) | 12(3)  | -21(3) | -16(3) |
| C(231) | 43(3) | 27(4)  | 41(4) | -2(3)  | -10(3) | -7(3)  |
| C(331) | 25(3) | 46(4)  | 64(5) | -3(3)  | -18(3) | 5(3)   |
| C(232) | 42(3) | 43(4)  | 38(4) | -10(3) | -23(3) | -3(3)  |
| C(621) | 27(3) | 40(4)  | 50(4) | 4(3)   | -18(3) | 5(3)   |
| C(311) | 49(4) | 40(4)  | 49(4) | -5(3)  | -29(3) | -3(3)  |
| C(613) | 56(4) | 33(3)  | 43(4) | 11(3)  | -29(3) | -3(3)  |
| C(431) | 30(3) | 58(4)  | 34(4) | -11(3) | 0(3)   | -12(3) |
| C(131) | 29(3) | 45(4)  | 57(4) | 11(3)  | -21(3) | -14(3) |
| C(522) | 30(3) | 48(4)  | 57(4) | 6(3)   | -23(3) | -13(3) |
| C(411) | 35(3) | 43(4)  | 66(4) | 9(3)   | -31(3) | -13(3) |
| C(221) | 61(4) | 31(3)  | 45(4) | 13(3)  | -29(3) | -9(3)  |
| C(222) | 42(3) | 41(4)  | 35(3) | 13(3)  | -8(3)  | -25(3) |
| C(223) | 45(3) | 48(4)  | 31(3) | 2(3)   | -8(3)  | -11(3) |
| C(412) | 53(4) | 45(4)  | 47(4) | -4(3)  | -23(3) | -17(3) |
| C(421) | 33(3) | 25(3)  | 57(4) | 12(3)  | -13(3) | -1(3)  |
| C(511) | 44(4) | 54(5)  | 63(5) | -31(4) | -10(4) | -14(3) |
| C(422) | 42(3) | 32(3)  | 35(3) | 6(3)   | -17(3) | -16(3) |
| C(523) | 52(4) | 54(4)  | 52(4) | -7(3)  | -27(4) | -11(3) |
| C(121) | 32(3) | 66(4)  | 34(3) | -14(3) | 0(3)   | -10(3) |
| C(321) | 44(3) | 49(4)  | 52(4) | 17(3)  | -18(3) | -25(3) |
| Si(61) | 41(1) | 29(1)  | 28(1) | 4(1)   | -18(1) | -6(1)  |
| C(432) | 75(5) | 51(4)  | 37(4) | -5(3)  | -30(4) | -7(3)  |
| C(312) | 44(3) | 31(3)  | 34(3) | 1(3)   | -8(3)  | 2(3)   |
| C(423) | 41(3) | 38(4)  | 42(4) | 8(3)   | -22(3) | -8(3)  |
| C(233) | 42(3) | 31(3)  | 34(3) | 0(3)   | -13(3) | 2(3)   |
| C(211) | 44(3) | 47(4)  | 64(4) | 0(3)   | -40(3) | -1(3)  |
| C(132) | 29(3) | 48(4)  | 48(4) | 20(3)  | -11(3) | -9(3)  |
| C(531) | 64(4) | 58(5)  | 57(5) | 18(4)  | -33(4) | -1(4)  |
| C(512) | 75(5) | 77(5)  | 48(5) | -16(4) | -35(4) | 2(4)   |
| C(122) | 60(4) | 60(4)  | 31(3) | -3(3)  | -23(3) | -7(3)  |
| C(212) | 28(3) | 52(4)  | 52(4) | 6(3)   | -15(3) | -13(3) |
| C(622) | 27(3) | 39(3)  | 54(4) | 6(3)   | -19(3) | -10(2) |
| C(111) | 44(3) | 62(4)  | 37(4) | 7(3)   | -21(3) | 0(3)   |
| C(332) | 51(4) | 48(4)  | 78(5) | -3(3)  | -49(4) | -4(3)  |
| C(333) | 30(3) | 51(4)  | 69(5) | 12(3)  | -16(3) | -16(3) |
| C(413) | 36(3) | 37(4)  | 43(4) | 8(3)   | -16(3) | -14(3) |
| C(631) | 40(3) | 32(3)  | 41(4) | -12(3) | -16(3) | 2(3)   |
| C(322) | 60(4) | 35(4)  | 53(4) | 15(3)  | -35(3) | -11(3) |
| C(123) | 42(3) | 43(4)  | 60(4) | -16(3) | -23(3) | -6(3)  |
| C(313) | 51(4) | 24(3)  | 47(4) | 3(3)   | -20(3) | -6(3)  |
| C(433) | 46(4) | 43(4)  | 45(4) | -11(3) | -15(3) | -14(3) |
| C(632) | 51(4) | 41(3)  | 47(4) | -6(3)  | -30(3) | -8(3)  |
| C(213) | 29(3) | 42(4)  | 46(4) | -3(3)  | -14(3) | 6(3)   |
| C(112) | 32(3) | 31(3)  | 57(4) | 6(3)   | -15(3) | 6(2)   |
| C(532) | 40(4) | 28(4)  | 87(5) | 8(3)   | -23(4) | 3(3)   |
| C(323) | 59(4) | 50(4)  | 38(4) | 2(3)   | -14(3) | -17(3) |
| C(113) | 37(3) | 33(3)  | 70(4) | 13(3)  | -19(3) | -6(3)  |
| C(533) | 36(3) | 42(4)  | 80(5) | 24(4)  | -9(4)  | -21(3) |
| C(623) | 33(3) | 42(3)  | 30(3) | 1(2)   | -7(2)  | 0(2)   |
| C(611) | 60(4) | 56(4)  | 46(4) | 9(3)   | -11(3) | -5(3)  |
| C(05)  | 54(4) | 85(6)  | 48(4) | 25(4)  | -26(4) | -34(4) |
| C(03)  | 86(6) | 103(7) | 42(5) | 26(5)  | -38(4) | -60(5) |
| C(06)  | 78(5) | 76(5)  | 43(4) | 15(4)  | -26(4) | -53(4) |
| C(633) | 34(3) | 35(3)  | 53(4) | 0(3)   | -23(3) | -9(2)  |

## E. Anhang

|        |         |        |        |        |        |        |
|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|
| C(02)  | 82(5)   | 99(6)  | 53(5)  | 46(5)  | -43(4) | -41(5) |
| C(04)  | 77(5)   | 68(5)  | 37(4)  | 13(3)  | -18(4) | -28(4) |
| C(133) | 60(4)   | 38(4)  | 61(4)  | -8(3)  | -21(4) | -19(3) |
| C(513) | 35(3)   | 61(5)  | 51(4)  | -18(3) | -1(3)  | -15(3) |
| C(01)  | 91(5)   | 56(4)  | 52(4)  | 14(3)  | -31(4) | -28(4) |
| C(0B)  | 173(11) | 121(9) | 77(7)  | 22(6)  | -87(8) | -67(8) |
| C(0C)  | 134(9)  | 98(8)  | 116(9) | 57(6)  | -86(8) | -55(7) |
| C(0A)  | 149(9)  | 79(7)  | 88(7)  | -2(5)  | -50(7) | -44(6) |

**Tab. E.4.7f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2b**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c   | U(eq) |
|--------|-------|-------|-------|-------|
| H(61A) | 6679  | 3658  | 973   | 81    |
| H(61B) | 5988  | 3677  | 1863  | 81    |
| H(61C) | 6703  | 3010  | 1516  | 81    |
| H(203) | 7607  | 2416  | 4681  | 28    |
| H(102) | 9082  | -5779 | 5223  | 26    |
| H(202) | 6888  | 2077  | 5951  | 30    |
| H(206) | 5672  | 937   | 5255  | 27    |
| H(205) | 6382  | 1290  | 3991  | 27    |
| H(106) | 10127 | -4552 | 6033  | 29    |
| H(52A) | 10699 | 3438  | 1371  | 63    |
| H(52B) | 9817  | 3373  | 1449  | 63    |
| H(52C) | 10611 | 2848  | 860   | 63    |
| H(23A) | 10045 | -8831 | 5466  | 60    |
| H(23B) | 9495  | -8704 | 6390  | 60    |
| H(23C) | 10441 | -8612 | 5991  | 60    |
| H(33A) | 8797  | -1073 | 6206  | 71    |
| H(33B) | 8285  | -1199 | 5757  | 71    |
| H(33C) | 8009  | -1462 | 6628  | 71    |
| H(23D) | 8808  | -7831 | 5225  | 59    |
| H(23E) | 8551  | -7025 | 5548  | 59    |
| H(23F) | 8260  | -7651 | 6141  | 59    |
| H(62A) | 4465  | 4473  | 4106  | 60    |
| H(62B) | 5128  | 4449  | 3205  | 60    |
| H(62C) | 5251  | 4857  | 3842  | 60    |
| H(31A) | 5555  | -1180 | 5187  | 66    |
| H(31B) | 5340  | -355  | 5431  | 66    |
| H(31C) | 5010  | -927  | 6085  | 66    |
| H(61D) | 6846  | 5090  | 1385  | 63    |
| H(61E) | 7233  | 5190  | 1957  | 63    |
| H(61F) | 6304  | 5056  | 2310  | 63    |
| H(43A) | 2407  | 2475  | 10076 | 68    |
| H(43B) | 2333  | 1846  | 9602  | 68    |
| H(43C) | 2378  | 2625  | 9266  | 68    |
| H(13A) | 4959  | -5666 | 8287  | 64    |
| H(13B) | 5378  | -5138 | 7603  | 64    |
| H(13C) | 5187  | -4950 | 8478  | 64    |
| H(52D) | 11594 | 2250  | 1892  | 65    |
| H(52E) | 11421 | 1655  | 1452  | 65    |
| H(52F) | 11147 | 1611  | 2368  | 65    |
| H(41A) | 1758  | 1078  | 8020  | 66    |
| H(41B) | 2215  | 1712  | 7540  | 66    |
| H(41C) | 1892  | 1696  | 8465  | 66    |
| H(22A) | 9277  | -8499 | 8596  | 66    |
| H(22B) | 9983  | -8018 | 8199  | 66    |

E. Anhang

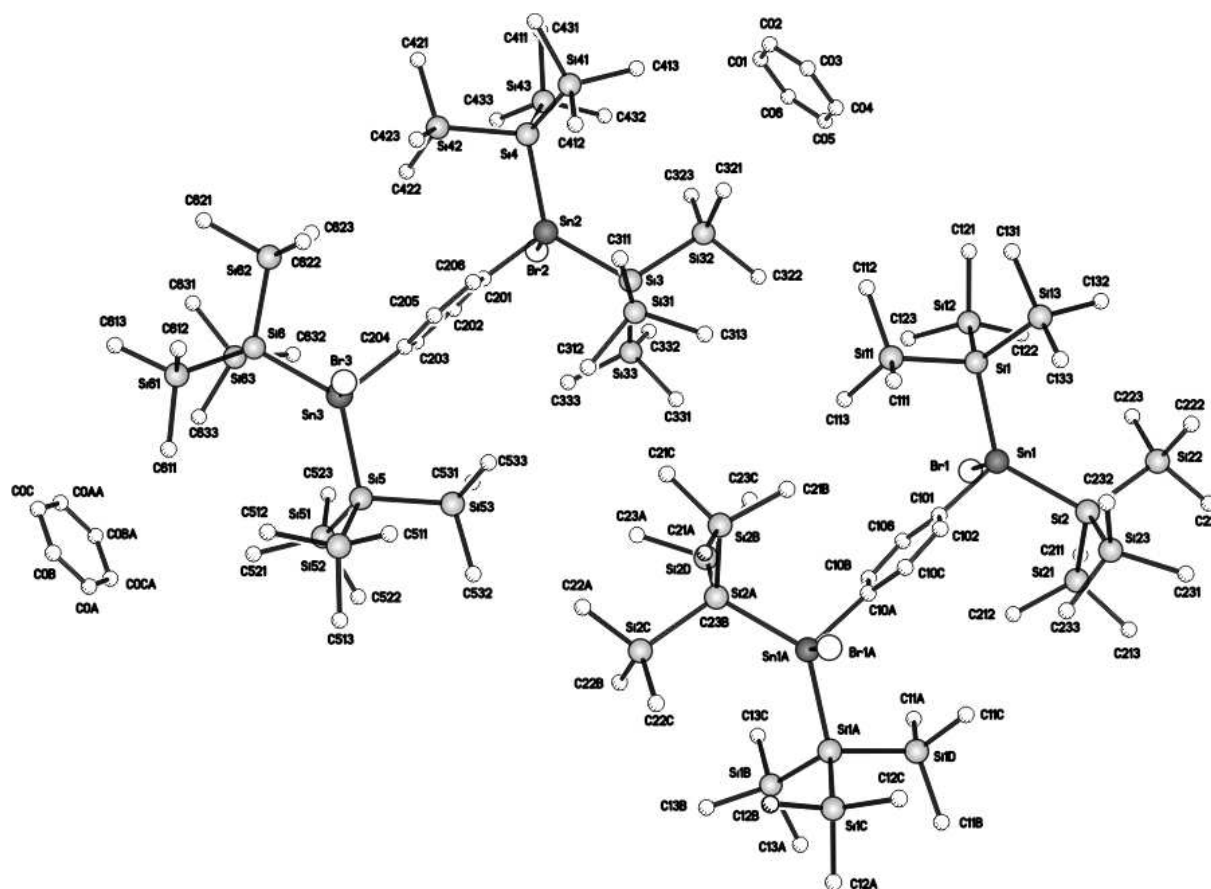
|        |       |       |       |    |
|--------|-------|-------|-------|----|
| H(22C) | 9843  | -8550 | 7669  | 66 |
| H(22D) | 7697  | -8142 | 8453  | 61 |
| H(22E) | 8273  | -8304 | 7538  | 61 |
| H(22F) | 7654  | -7573 | 7837  | 61 |
| H(22G) | 8086  | -7120 | 9352  | 67 |
| H(22H) | 8033  | -6480 | 8809  | 67 |
| H(22I) | 8845  | -6701 | 8910  | 67 |
| H(41D) | 3208  | 24    | 6925  | 70 |
| H(41E) | 4111  | 71    | 6799  | 70 |
| H(41F) | 3664  | 661   | 6455  | 70 |
| H(42A) | 2792  | 3619  | 7403  | 63 |
| H(42B) | 2886  | 3387  | 8167  | 63 |
| H(42C) | 2449  | 2927  | 7844  | 63 |
| H(51A) | 9241  | 326   | 504   | 87 |
| H(51B) | 8584  | 518   | 1395  | 87 |
| H(51C) | 9463  | 70    | 1193  | 87 |
| H(42D) | 4596  | 3663  | 6704  | 53 |
| H(42E) | 5250  | 2953  | 6490  | 53 |
| H(42F) | 4758  | 3258  | 7373  | 53 |
| H(52G) | 10249 | 3212  | 3085  | 77 |
| H(52H) | 9692  | 2622  | 3531  | 77 |
| H(52I) | 9328  | 3298  | 3210  | 77 |
| H(12A) | 5686  | -4027 | 9950  | 73 |
| H(12B) | 5612  | -4690 | 9520  | 73 |
| H(12C) | 5640  | -3928 | 9143  | 73 |
| H(32A) | 4426  | -1501 | 8370  | 72 |
| H(32B) | 4991  | -1655 | 7452  | 72 |
| H(32C) | 4394  | -915  | 7766  | 72 |
| H(43D) | 3932  | 1654  | 10097 | 79 |
| H(43E) | 4634  | 1240  | 9316  | 79 |
| H(43F) | 3740  | 1018  | 9726  | 79 |
| H(31D) | 7326  | -887  | 4350  | 62 |
| H(31E) | 7747  | -643  | 4841  | 62 |
| H(31F) | 7069  | -99   | 4723  | 62 |
| H(42G) | 3776  | 2838  | 5895  | 59 |
| H(42H) | 3514  | 2093  | 6241  | 59 |
| H(42I) | 4463  | 2169  | 5774  | 59 |
| H(23G) | 10540 | -7586 | 4413  | 57 |
| H(23H) | 11006 | -7400 | 4885  | 57 |
| H(23I) | 10354 | -6806 | 4787  | 57 |
| H(21A) | 11328 | -6506 | 7538  | 69 |
| H(21B) | 10675 | -7028 | 7978  | 69 |
| H(21C) | 10369 | -6217 | 7883  | 69 |
| H(13D) | 5886  | -6694 | 8839  | 67 |
| H(13E) | 6053  | -6053 | 9226  | 67 |
| H(13F) | 6801  | -6633 | 8666  | 67 |
| H(53A) | 9544  | 530   | 4093  | 88 |
| H(53B) | 8890  | 1221  | 4194  | 88 |
| H(53C) | 9850  | 1257  | 3726  | 88 |
| H(51D) | 9362  | 1705  | -94   | 97 |
| H(51E) | 9473  | 2353  | 329   | 97 |
| H(51F) | 8620  | 2056  | 703   | 97 |
| H(12D) | 7140  | -4752 | 10029 | 74 |
| H(12E) | 7924  | -5129 | 9277  | 74 |
| H(12F) | 7088  | -5452 | 9638  | 74 |
| H(21D) | 11944 | -6294 | 5816  | 67 |
| H(21E) | 11106 | -5746 | 6136  | 67 |
| H(21F) | 11324 | -6319 | 5459  | 67 |
| H(62D) | 4605  | 2944  | 4025  | 59 |
| H(62E) | 5422  | 2418  | 3886  | 59 |
| H(62F) | 5357  | 2812  | 3165  | 59 |



E. Anhang

|        |       |       |       |    |
|--------|-------|-------|-------|----|
| H(11A) | 7090  | -4110 | 5675  | 72 |
| H(11B) | 6760  | -4796 | 6141  | 72 |
| H(11C) | 7724  | -4772 | 5693  | 72 |
| H(33D) | 8071  | -16   | 7574  | 78 |
| H(33E) | 7273  | -392  | 7996  | 78 |
| H(33F) | 7181  | 439   | 7847  | 78 |
| H(33G) | 8646  | 451   | 5913  | 78 |
| H(33H) | 7774  | 934   | 6161  | 78 |
| H(33I) | 8133  | 359   | 5455  | 78 |
| H(41G) | 2611  | -56   | 8657  | 58 |
| H(41H) | 2642  | 577   | 9156  | 58 |
| H(41I) | 3463  | 49    | 8623  | 58 |
| H(63A) | 6938  | 5562  | 4129  | 59 |
| H(63B) | 6223  | 5092  | 4382  | 59 |
| H(63C) | 6607  | 5403  | 3527  | 59 |
| H(32D) | 6025  | -1920 | 8488  | 68 |
| H(32E) | 6762  | -1477 | 8049  | 68 |
| H(32F) | 6543  | -1983 | 7556  | 68 |
| H(12G) | 7327  | -3428 | 9249  | 72 |
| H(12H) | 7125  | -3265 | 8532  | 72 |
| H(12I) | 7996  | -3696 | 8382  | 72 |
| H(31G) | 6816  | -2139 | 5362  | 62 |
| H(31H) | 6291  | -2033 | 6290  | 62 |
| H(31I) | 7233  | -1931 | 5872  | 62 |
| H(43G) | 4041  | 3018  | 9520  | 69 |
| H(43H) | 3900  | 3269  | 8784  | 69 |
| H(43I) | 4749  | 2802  | 8652  | 69 |
| H(63D) | 7915  | 4376  | 4584  | 65 |
| H(63E) | 8038  | 3584  | 4267  | 65 |
| H(63F) | 7143  | 3973  | 4858  | 65 |
| H(21G) | 12038 | -7731 | 6263  | 62 |
| H(21H) | 11511 | -7890 | 5842  | 62 |
| H(21I) | 11243 | -8103 | 6728  | 62 |
| H(11D) | 5990  | -3193 | 7096  | 65 |
| H(11E) | 6068  | -3291 | 7888  | 65 |
| H(11F) | 5660  | -3844 | 7637  | 65 |
| H(53D) | 10557 | -240  | 2579  | 82 |
| H(53E) | 10877 | 436   | 2084  | 82 |
| H(53F) | 10412 | -59   | 1832  | 82 |
| H(32G) | 5000  | -586  | 9279  | 77 |
| H(32H) | 4700  | 27    | 8838  | 77 |
| H(32I) | 5597  | -41   | 8772  | 77 |
| H(11G) | 7824  | -3144 | 6281  | 74 |
| H(11H) | 8459  | -3800 | 6310  | 74 |
| H(11I) | 7882  | -3305 | 7075  | 74 |
| H(53G) | 8688  | -255  | 3427  | 87 |
| H(53H) | 8615  | 14    | 2662  | 87 |
| H(53I) | 8070  | 448   | 3477  | 87 |
| H(62G) | 4861  | 3642  | 5275  | 58 |
| H(62H) | 5650  | 4017  | 5031  | 58 |
| H(62I) | 5741  | 3171  | 5015  | 58 |
| H(61G) | 8345  | 3883  | 542   | 90 |
| H(61H) | 8534  | 3297  | 1076  | 90 |
| H(61I) | 8613  | 4105  | 1170  | 90 |
| H(05A) | 4375  | -2056 | 10261 | 71 |
| H(03A) | 2687  | -2015 | 9496  | 83 |
| H(06A) | 3841  | -910  | 10734 | 74 |
| H(63G) | 8701  | 4952  | 3018  | 59 |
| H(63H) | 8352  | 4927  | 2402  | 59 |
| H(63I) | 8874  | 4233  | 2532  | 59 |
| H(02A) | 2168  | -860  | 9958  | 86 |

|        |       |       |       |     |
|--------|-------|-------|-------|-----|
| H(04A) | 3806  | -2624 | 9627  | 75  |
| H(13G) | 6423  | -6743 | 7096  | 81  |
| H(13H) | 7339  | -6644 | 6880  | 81  |
| H(13I) | 6816  | -6107 | 6563  | 81  |
| H(51G) | 10889 | 881   | -106  | 81  |
| H(51H) | 10956 | 777   | 690   | 81  |
| H(51I) | 10962 | 1544  | 326   | 81  |
| H(01A) | 2738  | -299  | 10605 | 79  |
| H(0B)  | 9779  | 4704  | -1025 | 128 |
| H(0C)  | 8891  | 5604  | -131  | 123 |
| H(0A)  | 10832 | 4082  | -875  | 124 |



**Abb. E.6:** Vollständige Molekülstruktur von **2a**. Die Lösungsmittelatome C0AA – C0CA wurden mit der Symmetrieoperation  $(-x+2; -y+1; -z)$  erzeugt, die restlichen Atome mit Buchstaben als Endziffer wurden mit  $(-x+2; -y+1; -z+1)$  erzeugt.

E.4.8 IHyp<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnHyp<sub>2</sub>I (**2c**)Tab. E.4.8a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2c**.

|  |  |  |
|--|--|--|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>42</sub> H <sub>112</sub> I <sub>2</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 1557,91 g/mol  |  |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K   |  |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å  |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | trikin, P1   |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 9,5812(3) Å<br>b = 13,5200(5) Å<br>c = 16,5058(3) Å                          | α = 74,357(2)°<br>β = 87,253(2)°<br>γ = 69,999(2)° |
| <b>Volumen</b>                               | 1932,43(16) Å <sup>3</sup>   |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 2; 1,401 Mg/m <sup>3</sup>   |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 1,721 mm <sup>-1</sup>   |  |
| <b>F(000)</b>                                | 830  |  |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,05 x 0,20 x 0,10 mm  |  |
| <b>Messbereich</b>                           | 2,26° ≤ θ ≤ 28,16°   |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -12 ≤ h ≤ 12; -17 ≤ k ≤ 17; -19 ≤ l ≤ 21   |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 29622 / 14690[R(int) = 0,1476]   |  |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 28,16°</b>        | 96,7 %   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                      |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 14690/ 9 / 530   |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 1,276  |  |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,1111, wR2 = 0,2987  |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,1792, wR2 = 0,3175  |  |
| <b>Absoluter Strukturparameter</b>           | 0,19(6)  |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 5,445 e/Å <sup>3</sup> und -1,481 e/Å <sup>3</sup>                               |  |

**Tab. E.4.8b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **2c**

| Atom   | x/a       | y/b       | z/c       | U(eq)   |
|--------|-----------|-----------|-----------|---------|
| Sn(1)  | 9319(2)   | 7323(1)   | 9281(1)   | 24(1)   |
| Sn(2)  | 6776(2)   | 7260(1)   | 13488(1)  | 28(1)   |
| I(2)   | 9373(2)   | 6896(2)   | 14362(1)  | 42(1)   |
| I(1)   | 6853(2)   | 7377(2)   | 8457(1)   | 40(1)   |
| Si(7)  | 5260(9)   | 9281(6)   | 13532(5)  | 29(2)   |
| Si(8)  | 6260(8)   | 5409(5)   | 14148(5)  | 20(2)   |
| Si(9)  | 9474(9)   | 9263(6)   | 8587(5)   | 28(2)   |
| Si(5)  | 11106(8)  | 5380(5)   | 9241(5)   | 20(2)   |
| Si(81) | 5404(11)  | 5211(9)   | 15497(6)  | 46(3)   |
| Si(91) | 10800(11) | 9298(7)   | 7320(6)   | 37(2)   |
| Si(71) | 6223(9)   | 10404(6)  | 12486(5)  | 33(2)   |
| Si(51) | 10469(12) | 4742(8)   | 8152(6)   | 45(2)   |
| Si(52) | 13641(9)  | 5201(7)   | 9225(5)   | 38(2)   |
| Si(92) | 7044(9)   | 10502(6)  | 8261(5)   | 36(2)   |
| Si(82) | 4712(9)   | 5170(6)   | 13193(5)  | 37(2)   |
| Si(83) | 8581(10)  | 3972(6)   | 14233(6)  | 42(2)   |
| Si(93) | 10651(9)  | 9842(6)   | 9498(5)   | 36(2)   |
| Si(53) | 10801(9)  | 4182(6)   | 10531(5)  | 36(2)   |
| Si(72) | 2731(9)   | 9746(7)   | 13209(6)  | 43(2)   |
| Si(73) | 5631(11)  | 9590(7)   | 14843(6)  | 41(2)   |
| C(3)   | 6640(30)  | 7378(17)  | 11580(14) | 13(5)   |
| C(4)   | 7390(30)  | 7319(19)  | 12164(15) | 22(5)   |
| C(6)   | 9370(30)  | 7329(18)  | 11065(15) | 24(6)   |
| C(1)   | 8570(30)  | 7365(19)  | 10504(16) | 22(6)   |
| C(5)   | 9030(40)  | 7200(20)  | 11990(20) | 40(8)   |
| C(2)   | 7140(30)  | 7380(20)  | 10735(18) | 30(7)   |
| C(511) | 12290(40) | 3560(30)  | 8060(20)  | 60(11)  |
| C(531) | 11650(30) | 2740(20)  | 10467(19) | 46(8)   |
| C(731) | 4020(40)  | 10750(30) | 15010(20) | 58(10)  |
| C(732) | 5800(40)  | 8390(30)  | 15746(19) | 57(10)  |
| C(532) | 11860(30) | 4325(18)  | 11377(17) | 40(7)   |
| C(931) | 12490(30) | 8800(20)  | 10074(18) | 40(7)   |
| C(911) | 10310(40) | 10760(30) | 6660(20)  | 81(12)  |
| C(921) | 6260(30)  | 10450(20) | 7262(19)  | 48(9)   |
| C(821) | 3010(40)  | 6500(30)  | 12750(20) | 60(9)   |
| C(831) | 9740(40)  | 3730(20)  | 15220(20) | 55(9)   |
| C(922) | 5760(30)  | 10270(30) | 9100(20)  | 47(8)   |
| C(711) | 8330(30)  | 9950(20)  | 12564(19) | 43(7)   |
| C(811) | 6670(40)  | 5390(30)  | 16238(18) | 67(11)  |
| C(712) | 5510(40)  | 11800(20) | 12600(20) | 61(11)  |
| C(912) | 12730(30) | 8800(30)  | 7600(20)  | 64(9)   |
| C(913) | 10660(60) | 8210(30)  | 6783(19)  | 104(16) |
| C(932) | 9300(40)  | 10340(30) | 10285(19) | 51(8)   |
| C(533) | 8730(40)  | 4450(20)  | 10780(20) | 54(9)   |
| C(832) | 9660(30)  | 4300(20)  | 13340(20) | 57(10)  |
| C(512) | 8890(30)  | 4200(20)  | 8470(20)  | 47(8)   |
| C(822) | 5650(30)  | 4790(20)  | 12300(20) | 51(8)   |
| C(521) | 13930(30) | 6080(30)  | 9893(19)  | 51(9)   |
| C(923) | 7100(30)  | 11940(20) | 8090(20)  | 54(9)   |
| C(733) | 7360(40)  | 9940(30)  | 14830(20) | 54(9)   |
| C(812) | 3440(30)  | 6270(30)  | 15520(20) | 92(16)  |
| C(933) | 11250(40) | 11010(20) | 8830(20)  | 54(9)   |
| C(721) | 1840(40)  | 9010(40)  | 14080(30) | 120(20) |
| C(713) | 5600(40)  | 10510(20) | 11410(18) | 50(8)   |
| C(513) | 10060(50) | 5660(30)  | 7100(20)  | 75(13)  |
| C(823) | 3940(30)  | 4140(20)  | 13713(19) | 46(8)   |

## E. Anhang

|        |           |           |           |         |
|--------|-----------|-----------|-----------|---------|
| C(722) | 2470(40)  | 9490(30)  | 12170(20) | 78(12)  |
| C(833) | 8160(40)  | 2630(30)  | 14310(30) | 75(12)  |
| C(522) | 14790(50) | 3730(30)  | 9700(30)  | 111(19) |
| C(523) | 14120(40) | 5590(30)  | 8160(20)  | 69(11)  |
| C(723) | 1780(50)  | 11220(40) | 13060(30) | 130(20) |
| C(813) | 5680(60)  | 3950(50)  | 15820(30) | 200(40) |

Tab. E.4.8c Bindungslänge [Å] von Verbindung 2c.

|               |           |               |         |
|---------------|-----------|---------------|---------|
| Sn(1)-C(1)    | 2,12(3)   | Si(51)-C(512) | 1,89(3) |
| Sn(1)-Si(9)   | 2,616(9)  | Si(52)-C(523) | 1,77(4) |
| Sn(1)-Si(5)   | 2,615(6)  | Si(52)-C(522) | 1,88(3) |
| Sn(1)-I(1)    | 2,753(3)  | Si(52)-C(521) | 1,91(3) |
| Sn(2)-C(4)    | 2,22(3)   | Si(92)-C(922) | 1,84(3) |
| Sn(2)-Si(7)   | 2,639(8)  | Si(92)-C(923) | 1,90(3) |
| Sn(2)-Si(8)   | 2,649(7)  | Si(92)-C(921) | 1,87(3) |
| Sn(2)-I(2)    | 2,764(3)  | Si(82)-C(823) | 1,80(3) |
| Si(7)-Si(72)  | 2,335(11) | Si(82)-C(821) | 1,95(3) |
| Si(7)-Si(71)  | 2,352(11) | Si(82)-C(822) | 1,79(3) |
| Si(7)-Si(73)  | 2,376(12) | Si(83)-C(831) | 1,91(3) |
| Si(8)-Si(81)  | 2,315(12) | Si(83)-C(833) | 1,96(3) |
| Si(8)-Si(83)  | 2,380(10) | Si(83)-C(832) | 1,80(3) |
| Si(8)-Si(82)  | 2,369(11) | Si(93)-C(933) | 1,91(3) |
| Si(9)-Si(91)  | 2,391(13) | Si(93)-C(932) | 1,88(3) |
| Si(9)-Si(92)  | 2,342(10) | Si(93)-C(931) | 1,93(3) |
| Si(9)-Si(93)  | 2,355(11) | Si(53)-C(531) | 1,87(3) |
| Si(5)-Si(52)  | 2,356(11) | Si(53)-C(533) | 1,93(3) |
| Si(5)-Si(53)  | 2,377(10) | Si(53)-C(532) | 1,85(3) |
| Si(5)-Si(51)  | 2,377(13) | Si(72)-C(721) | 1,87(3) |
| Si(81)-C(813) | 1,57(7)   | Si(72)-C(723) | 1,84(5) |
| Si(81)-C(811) | 1,87(3)   | Si(72)-C(722) | 1,88(4) |
| Si(81)-C(812) | 1,94(3)   | Si(73)-C(732) | 1,85(4) |
| Si(91)-C(912) | 1,77(3)   | Si(73)-C(733) | 1,87(3) |
| Si(91)-C(911) | 1,88(3)   | Si(73)-C(731) | 1,86(3) |
| Si(91)-C(913) | 1,96(3)   | C(3)-C(4)     | 1,20(3) |
| Si(71)-C(712) | 1,83(3)   | C(3)-C(2)     | 1,45(4) |
| Si(71)-C(711) | 1,89(3)   | C(4)-C(5)     | 1,54(4) |
| Si(71)-C(713) | 1,86(3)   | C(6)-C(1)     | 1,21(3) |
| Si(51)-C(513) | 1,81(3)   | C(6)-C(5)     | 1,52(4) |
| Si(51)-C(511) | 1,95(3)   | C(1)-C(2)     | 1,40(4) |

Tab. E.4.8d Bindungswinkel [°] von Verbindung 2c.

|                   |            |                      |           |
|-------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(1)-Sn(1)-Si(9)  | 105,2(7)   | C(512)-Si(51)-Si(5)  | 110,4(11) |
| C(1)-Sn(1)-Si(5)  | 112,2(7)   | C(523)-Si(52)-C(522) | 108(2)    |
| Si(9)-Sn(1)-Si(5) | 131,0(3)   | C(523)-Si(52)-C(521) | 113,7(16) |
| C(1)-Sn(1)-I(1)   | 102,6(7)   | C(522)-Si(52)-C(521) | 109,8(16) |
| Si(9)-Sn(1)-I(1)  | 102,68(18) | C(523)-Si(52)-Si(5)  | 108,6(12) |
| Si(5)-Sn(1)-I(1)  | 98,98(19)  | C(522)-Si(52)-Si(5)  | 108,9(17) |
| C(4)-Sn(2)-Si(7)  | 107,3(6)   | C(521)-Si(52)-Si(5)  | 107,5(10) |
| C(4)-Sn(2)-Si(8)  | 107,9(6)   | C(922)-Si(92)-C(923) | 108,7(15) |
| Si(7)-Sn(2)-Si(8) | 131,0(3)   | C(922)-Si(92)-C(921) | 107,9(14) |
| C(4)-Sn(2)-I(2)   | 105,6(6)   | C(923)-Si(92)-C(921) | 107,5(13) |
| Si(7)-Sn(2)-I(2)  | 100,4(2)   | C(922)-Si(92)-Si(9)  | 113,1(11) |

## E. Anhang

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| Si(8)-Sn(2)-I(2)     | 101,80(18) | C(923)-Si(92)-Si(9)  | 108,0(10) |
| Si(72)-Si(7)-Si(71)  | 108,7(4)   | C(921)-Si(92)-Si(9)  | 111,5(11) |
| Si(72)-Si(7)-Si(73)  | 110,8(5)   | C(823)-Si(82)-C(821) | 105,7(14) |
| Si(71)-Si(7)-Si(73)  | 107,7(4)   | C(823)-Si(82)-C(822) | 108,0(15) |
| Si(72)-Si(7)-Sn(2)   | 111,6(4)   | C(821)-Si(82)-C(822) | 106,6(14) |
| Si(71)-Si(7)-Sn(2)   | 105,7(4)   | C(823)-Si(82)-Si(8)  | 110,6(11) |
| Si(73)-Si(7)-Sn(2)   | 112,1(4)   | C(821)-Si(82)-Si(8)  | 111,9(12) |
| Si(81)-Si(8)-Si(83)  | 106,8(4)   | C(822)-Si(82)-Si(8)  | 113,7(12) |
| Si(81)-Si(8)-Si(82)  | 113,2(4)   | C(831)-Si(83)-C(833) | 107,3(15) |
| Si(83)-Si(8)-Si(82)  | 105,6(4)   | C(831)-Si(83)-C(832) | 107,2(17) |
| Si(81)-Si(8)-Sn(2)   | 114,8(4)   | C(833)-Si(83)-C(832) | 112,4(17) |
| Si(83)-Si(8)-Sn(2)   | 106,5(3)   | C(831)-Si(83)-Si(8)  | 111,4(11) |
| Si(82)-Si(8)-Sn(2)   | 109,3(3)   | C(833)-Si(83)-Si(8)  | 107,6(11) |
| Si(91)-Si(9)-Si(92)  | 108,9(4)   | C(832)-Si(83)-Si(8)  | 110,9(9)  |
| Si(91)-Si(9)-Si(93)  | 108,2(5)   | C(933)-Si(93)-C(932) | 109,8(15) |
| Si(92)-Si(9)-Si(93)  | 108,3(4)   | C(933)-Si(93)-C(931) | 102,9(14) |
| Si(91)-Si(9)-Sn(1)   | 111,3(4)   | C(932)-Si(93)-C(931) | 109,9(15) |
| Si(92)-Si(9)-Sn(1)   | 107,9(4)   | C(933)-Si(93)-Si(9)  | 107,7(10) |
| Si(93)-Si(9)-Sn(1)   | 112,1(4)   | C(932)-Si(93)-Si(9)  | 109,3(11) |
| Si(52)-Si(5)-Si(53)  | 106,4(4)   | C(931)-Si(93)-Si(9)  | 116,9(9)  |
| Si(52)-Si(5)-Si(51)  | 110,6(4)   | C(531)-Si(53)-C(533) | 108,4(14) |
| Si(53)-Si(5)-Si(51)  | 106,2(4)   | C(531)-Si(53)-C(532) | 107,0(12) |
| Si(52)-Si(5)-Sn(1)   | 113,8(3)   | C(533)-Si(53)-C(532) | 111,9(14) |
| Si(53)-Si(5)-Sn(1)   | 105,2(3)   | C(531)-Si(53)-Si(5)  | 109,1(10) |
| Si(51)-Si(5)-Sn(1)   | 114,0(4)   | C(533)-Si(53)-Si(5)  | 112,3(9)  |
| C(813)-Si(81)-C(811) | 102(2)     | C(532)-Si(53)-Si(5)  | 108,0(9)  |
| C(813)-Si(81)-C(812) | 120(3)     | C(721)-Si(72)-C(723) | 108(2)    |
| C(811)-Si(81)-C(812) | 107,4(19)  | C(721)-Si(72)-C(722) | 113(2)    |
| C(813)-Si(81)-Si(8)  | 103(2)     | C(723)-Si(72)-C(722) | 105,4(19) |
| C(811)-Si(81)-Si(8)  | 112,1(12)  | C(721)-Si(72)-Si(7)  | 111,0(12) |
| C(812)-Si(81)-Si(8)  | 111,9(11)  | C(723)-Si(72)-Si(7)  | 109,9(16) |
| C(912)-Si(91)-C(911) | 107,6(19)  | C(722)-Si(72)-Si(7)  | 110,1(14) |
| C(912)-Si(91)-C(913) | 101,0(19)  | C(732)-Si(73)-C(733) | 108,6(16) |
| C(911)-Si(91)-C(913) | 118,4(18)  | C(732)-Si(73)-C(731) | 107,7(17) |
| C(912)-Si(91)-Si(9)  | 108,2(13)  | C(733)-Si(73)-C(731) | 108,6(17) |
| C(911)-Si(91)-Si(9)  | 109,0(11)  | C(732)-Si(73)-Si(7)  | 112,7(12) |
| C(913)-Si(91)-Si(9)  | 111,9(11)  | C(733)-Si(73)-Si(7)  | 109,7(12) |
| C(712)-Si(71)-C(711) | 107,2(14)  | C(731)-Si(73)-Si(7)  | 109,6(13) |
| C(712)-Si(71)-C(713) | 105,9(16)  | C(4)-C(3)-C(2)       | 125(3)    |
| C(711)-Si(71)-C(713) | 109,4(15)  | C(3)-C(4)-C(5)       | 116(3)    |
| C(712)-Si(71)-Si(7)  | 108,9(10)  | C(3)-C(4)-Sn(2)      | 128(2)    |
| C(711)-Si(71)-Si(7)  | 112,9(9)   | C(5)-C(4)-Sn(2)      | 115,5(18) |
| C(713)-Si(71)-Si(7)  | 112,1(10)  | C(1)-C(6)-C(5)       | 127(3)    |
| C(513)-Si(51)-C(511) | 105(2)     | C(6)-C(1)-C(2)       | 115(3)    |
| C(513)-Si(51)-C(512) | 109,5(16)  | C(6)-C(1)-Sn(1)      | 122(2)    |
| C(511)-Si(51)-C(512) | 110,4(16)  | C(2)-C(1)-Sn(1)      | 122,5(19) |
| C(513)-Si(51)-Si(5)  | 118,0(14)  | C(4)-C(5)-C(6)       | 114(3)    |
| C(511)-Si(51)-Si(5)  | 103,3(11)  | C(1)-C(2)-C(3)       | 122(3)    |

Tab. E.4.8e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 2c.

| Atom  | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|-------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1) | 21(1)    | 24(1)    | 26(1)    | -6(1)    | 6(1)     | -7(1)    |
| Sn(2) | 25(1)    | 29(1)    | 26(1)    | -6(1)    | 7(1)     | -5(1)    |
| I(2)  | 32(1)    | 51(1)    | 40(1)    | -10(1)   | -1(1)    | -11(1)   |
| I(1)  | 30(1)    | 49(1)    | 41(1)    | -12(1)   | -3(1)    | -13(1)   |
| Si(7) | 30(5)    | 31(4)    | 24(4)    | -8(3)    | 1(3)     | -10(3)   |

## E. Anhang

|        |         |         |         |          |         |          |
|--------|---------|---------|---------|----------|---------|----------|
| Si(8)  | 13(4)   | 10(3)   | 31(4)   | 2(3)     | 13(3)   | -3(3)    |
| Si(9)  | 19(4)   | 27(4)   | 31(4)   | -12(3)   | 0(3)    | 5(3)     |
| Si(5)  | 13(3)   | 7(3)    | 33(4)   | -2(3)    | 12(3)   | 2(2)     |
| Si(81) | 27(5)   | 73(7)   | 26(5)   | -7(4)    | 12(4)   | -8(5)    |
| Si(91) | 40(5)   | 31(4)   | 33(5)   | -3(3)    | 13(4)   | -11(4)   |
| Si(71) | 27(4)   | 25(4)   | 40(5)   | -8(3)    | 8(3)    | -4(3)    |
| Si(51) | 50(6)   | 61(6)   | 38(5)   | -16(4)   | 11(4)   | -35(5)   |
| Si(52) | 23(4)   | 46(5)   | 43(5)   | -13(4)   | 12(4)   | -9(3)    |
| Si(92) | 25(4)   | 41(4)   | 36(5)   | -11(3)   | 2(3)    | -5(3)    |
| Si(82) | 36(5)   | 39(5)   | 35(4)   | -9(3)    | 11(4)   | -14(4)   |
| Si(83) | 35(5)   | 26(4)   | 53(6)   | -3(3)    | 7(4)    | -1(3)    |
| Si(93) | 26(4)   | 26(4)   | 52(5)   | -13(3)   | 0(4)    | -3(3)    |
| Si(53) | 41(5)   | 27(4)   | 34(4)   | -4(3)    | 11(3)   | -7(3)    |
| Si(72) | 25(5)   | 55(6)   | 45(5)   | -16(4)   | 8(4)    | -9(4)    |
| Si(73) | 39(5)   | 43(5)   | 41(5)   | -26(4)   | 16(4)   | -7(4)    |
| C(511) | 70(20)  | 52(19)  | 60(20)  | -50(16)  | -7(17)  | 10(16)   |
| C(531) | 43(19)  | 41(18)  | 42(18)  | -16(13)  | 12(14)  | 2(14)    |
| C(731) | 28(19)  | 60(20)  | 80(30)  | -33(18)  | 18(17)  | 7(16)    |
| C(732) | 40(20)  | 110(30) | 21(16)  | -24(17)  | 10(13)  | -30(20)  |
| C(532) | 35(17)  | 10(12)  | 57(18)  | -7(11)   | 22(13)  | 10(11)   |
| C(931) | 41(18)  | 23(14)  | 51(18)  | 1(12)    | 0(14)   | -14(12)  |
| C(911) | 80(20)  | 51(9)   | 80(20)  | 27(10)   | 71(18)  | -17(13)  |
| C(921) | 27(17)  | 38(17)  | 70(20)  | 12(14)   | 10(15)  | -17(14)  |
| C(821) | 40(20)  | 50(20)  | 70(20)  | -8(16)   | 15(16)  | 1(16)    |
| C(831) | 50(20)  | 42(18)  | 60(20)  | 4(14)    | 1(17)   | -15(15)  |
| C(922) | 34(19)  | 60(20)  | 60(20)  | -26(15)  | 26(15)  | -27(16)  |
| C(711) | 22(15)  | 37(15)  | 58(19)  | -9(12)   | 25(13)  | -2(12)   |
| C(811) | 100(30) | 100(30) | 10(15)  | -12(15)  | -11(16) | -40(20)  |
| C(712) | 50(20)  | 17(14)  | 110(30) | -3(15)   | 54(19)  | -24(14)  |
| C(912) | 32(8)   | 80(20)  | 80(30)  | -53(17)  | 26(14)  | -2(13)   |
| C(913) | 230(50) | 140(30) | 13(16)  | -19(15)  | 30(20)  | -160(40) |
| C(932) | 50(20)  | 70(20)  | 50(19)  | -29(16)  | 36(15)  | -32(17)  |
| C(533) | 60(20)  | 39(17)  | 60(20)  | 4(14)    | 5(16)   | -18(15)  |
| C(832) | 18(16)  | 23(15)  | 120(30) | -7(15)   | 40(17)  | -2(12)   |
| C(512) | 17(15)  | 37(16)  | 80(20)  | -11(14)  | 24(14)  | -8(12)   |
| C(822) | 50(20)  | 34(16)  | 70(20)  | -20(14)  | 12(16)  | -2(14)   |
| C(521) | 35(17)  | 90(20)  | 46(18)  | 0(16)    | -6(14)  | -54(17)  |
| C(923) | 33(18)  | 30(16)  | 80(20)  | -21(15)  | -5(16)  | 21(13)   |
| C(733) | 50(20)  | 60(20)  | 60(20)  | -26(17)  | 10(17)  | -24(17)  |
| C(812) | 19(17)  | 90(30)  | 100(30) | 10(20)   | 60(19)  | 42(17)   |
| C(933) | 70(20)  | 45(19)  | 50(20)  | -11(14)  | 5(17)   | -24(17)  |
| C(721) | 30(20)  | 200(50) | 90(30)  | 50(30)   | 10(20)  | -60(30)  |
| C(713) | 60(20)  | 45(18)  | 48(19)  | -5(14)   | -2(16)  | -29(16)  |
| C(513) | 90(30)  | 100(30) | 50(20)  | 0(20)    | 0(20)   | -60(30)  |
| C(823) | 15(14)  | 51(18)  | 70(20)  | -4(14)   | 20(13)  | -15(13)  |
| C(722) | 80(30)  | 110(30) | 50(20)  | 0(20)    | -8(19)  | -50(20)  |
| C(833) | 60(20)  | 40(20)  | 110(30) | -19(19)  | -20(20) | 8(17)    |
| C(522) | 110(40) | 50(20)  | 150(40) | -20(20)  | -70(30) | 10(20)   |
| C(523) | 30(20)  | 80(30)  | 70(30)  | -30(20)  | 0(17)   | 14(17)   |
| C(723) | 60(30)  | 200(50) | 130(40) | -120(40) | 20(30)  | 10(30)   |
| C(813) | 140(50) | 260(90) | 110(40) | -120(50) | -50(40) | 100(50)  |

**Tab. E.4.8f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2c**.

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c   | U(eq) |
|--------|-------|-------|-------|-------|
| H(3A)  | 5653  | 7429  | 11677 | 15    |
| H(6A)  | 10288 | 7390  | 10915 | 28    |
| H(5A)  | 9737  | 7053  | 12409 | 48    |
| H(2A)  | 6483  | 7383  | 10333 | 36    |
| H(51A) | 12136 | 3243  | 7633  | 90    |
| H(51B) | 12530 | 3006  | 8593  | 90    |
| H(51C) | 13086 | 3839  | 7923  | 90    |
| H(53A) | 11531 | 2254  | 10987 | 69    |
| H(53B) | 12686 | 2586  | 10367 | 69    |
| H(53C) | 11161 | 2647  | 10013 | 69    |
| H(73A) | 4173  | 10879 | 15542 | 88    |
| H(73B) | 3127  | 10585 | 15016 | 88    |
| H(73C) | 3937  | 11400 | 14565 | 88    |
| H(73D) | 5953  | 8553  | 16258 | 86    |
| H(73E) | 6632  | 7777  | 15678 | 86    |
| H(73F) | 4907  | 8214  | 15770 | 86    |
| H(53D) | 11756 | 3847  | 11905 | 60    |
| H(53E) | 11488 | 5068  | 11411 | 60    |
| H(53F) | 12895 | 4136  | 11251 | 60    |
| H(93A) | 12868 | 9127  | 10426 | 59    |
| H(93B) | 13211 | 8603  | 9667  | 59    |
| H(93C) | 12320 | 8162  | 10415 | 59    |
| H(91A) | 10829 | 10777 | 6152  | 121   |
| H(91B) | 10590 | 11173 | 6974  | 121   |
| H(91C) | 9257  | 11065 | 6533  | 121   |
| H(92A) | 5264  | 10961 | 7149  | 72    |
| H(92B) | 6256  | 9725  | 7319  | 72    |
| H(92C) | 6865  | 10636 | 6805  | 72    |
| H(82A) | 2411  | 6368  | 12370 | 90    |
| H(82B) | 3358  | 7080  | 12459 | 90    |
| H(82C) | 2428  | 6698  | 13209 | 90    |
| H(83A) | 10664 | 3149  | 15240 | 82    |
| H(83B) | 9202  | 3536  | 15712 | 82    |
| H(83C) | 9926  | 4386  | 15215 | 82    |
| H(92D) | 4782  | 10796 | 8927  | 71    |
| H(92E) | 6098  | 10345 | 9606  | 71    |
| H(92F) | 5725  | 9546  | 9189  | 71    |
| H(71A) | 8659  | 10435 | 12125 | 64    |
| H(71B) | 8740  | 9220  | 12503 | 64    |
| H(71C) | 8644  | 9963  | 13102 | 64    |
| H(81A) | 6274  | 5297  | 16789 | 101   |
| H(81B) | 6731  | 6105  | 16041 | 101   |
| H(81C) | 7637  | 4849  | 16264 | 101   |
| H(71D) | 5893  | 12262 | 12179 | 91    |
| H(71E) | 5811  | 11793 | 13151 | 91    |
| H(71F) | 4441  | 12066 | 12545 | 91    |
| H(91D) | 13283 | 8800  | 7097  | 96    |
| H(91E) | 13005 | 8065  | 7957  | 96    |
| H(91F) | 12949 | 9258  | 7890  | 96    |
| H(91G) | 11200 | 8246  | 6278  | 156   |
| H(91H) | 9632  | 8349  | 6645  | 156   |
| H(91I) | 11069 | 7490  | 7162  | 156   |
| H(93D) | 9775  | 10579 | 10657 | 76    |
| H(93E) | 8979  | 9758  | 10606 | 76    |
| H(93F) | 8455  | 10940 | 9994  | 76    |
| H(53G) | 8663  | 3951  | 11303 | 81    |



E. Anhang

|        |       |       |       |     |
|--------|-------|-------|-------|-----|
| H(53H) | 8228  | 4347  | 10337 | 81  |
| H(53I) | 8282  | 5188  | 10818 | 81  |
| H(83D) | 10596 | 3711  | 13394 | 86  |
| H(83E) | 9839  | 4959  | 13329 | 86  |
| H(83F) | 9130  | 4394  | 12834 | 86  |
| H(51D) | 8643  | 3943  | 8025  | 70  |
| H(51E) | 8032  | 4772  | 8570  | 70  |
| H(51F) | 9183  | 3607  | 8973  | 70  |
| H(82D) | 4959  | 4710  | 11940 | 77  |
| H(82E) | 6454  | 4113  | 12487 | 77  |
| H(82F) | 6025  | 5351  | 11995 | 77  |
| H(52A) | 14951 | 6021  | 9898  | 76  |
| H(52B) | 13653 | 5824  | 10458 | 76  |
| H(52C) | 13316 | 6825  | 9658  | 76  |
| H(92G) | 6114  | 12458 | 7961  | 81  |
| H(92H) | 7724  | 12083 | 7636  | 81  |
| H(92I) | 7496  | 11990 | 8597  | 81  |
| H(73G) | 7507  | 10068 | 15365 | 82  |
| H(73H) | 7262  | 10594 | 14390 | 82  |
| H(73I) | 8200  | 9352  | 14745 | 82  |
| H(81D) | 3120  | 6157  | 16090 | 138 |
| H(81E) | 2748  | 6168  | 15172 | 138 |
| H(81F) | 3468  | 6992  | 15316 | 138 |
| H(93G) | 11723 | 11264 | 9186  | 81  |
| H(93H) | 10385 | 11595 | 8541  | 81  |
| H(93I) | 11925 | 10751 | 8424  | 81  |
| H(72A) | 799   | 9216  | 13937 | 174 |
| H(72B) | 1939  | 9210  | 14590 | 174 |
| H(72C) | 2308  | 8239  | 14176 | 174 |
| H(71G) | 6014  | 10975 | 11003 | 76  |
| H(71H) | 4537  | 10807 | 11352 | 76  |
| H(71I) | 5936  | 9793  | 11317 | 76  |
| H(51G) | 9831  | 5303  | 6726  | 113 |
| H(51H) | 10916 | 5866  | 6916  | 113 |
| H(51I) | 9232  | 6304  | 7110  | 113 |
| H(82G) | 3313  | 4055  | 13319 | 69  |
| H(82H) | 3362  | 4354  | 14168 | 69  |
| H(82I) | 4729  | 3458  | 13931 | 69  |
| H(72D) | 1424  | 9683  | 12048 | 117 |
| H(72E) | 2963  | 8730  | 12208 | 117 |
| H(72F) | 2876  | 9926  | 11739 | 117 |
| H(83G) | 9081  | 2029  | 14355 | 113 |
| H(83H) | 7585  | 2718  | 13823 | 113 |
| H(83I) | 7613  | 2472  | 14807 | 113 |
| H(52D) | 15822 | 3648  | 9693  | 166 |
| H(52E) | 14608 | 3288  | 9371  | 166 |
| H(52F) | 14516 | 3495  | 10265 | 166 |
| H(52G) | 15148 | 5519  | 8149  | 104 |
| H(52H) | 13516 | 6331  | 7906  | 104 |
| H(52I) | 13946 | 5118  | 7864  | 104 |
| H(72G) | 746   | 11408 | 12923 | 188 |
| H(72H) | 2213  | 11619 | 12604 | 188 |
| H(72I) | 1899  | 11410 | 13565 | 188 |
| H(81G) | 5350  | 3786  | 16382 | 299 |
| H(81H) | 6725  | 3553  | 15818 | 299 |
| H(81I) | 5140  | 3749  | 15456 | 299 |

E.4.9 BrHyp<sub>2</sub>Sn(1,4-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)SnHyp<sub>2</sub>I (**2d**)Tab. E.4.9a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **2d**.

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>42</sub> H <sub>112</sub> BrI <sub>16</sub> Si <sub>16</sub> Sn <sub>2</sub> |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 1510,95 g/mol   |  |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | trikin, P1  |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 9,5538(5) Å<br>b = 10,5443(3) Å<br>c = 11,4117(3) Å                             | α = 73,8410(10)°<br>β = 87,0450(10)°<br>γ = 70,1660(10)° |
| <b>Volumen</b>                               | 1916,19(16) Å <sup>3</sup>  |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 1; 1,310 Mg/m <sup>3</sup>  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 1,851 mm <sup>-1</sup>  |  |
| <b>F(000)</b>                                | 777   |  |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,23 x 0,20 x 0,14 mm   |  |
| <b>Messbereich</b>                           | 2,27° ≤ θ ≤ 27,88°  |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -12 ≤ h ≤ 12; -17 ≤ k ≤ 17; -21 ≤ l ≤ 21  |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 44962 / 17873 [R(int) = 0,0356]   |  |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 29,00°</b>        | 99,9 %  |  |
| <b>Max. / min. Transmission</b>              | 0,7817 / 0,6755   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                         |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 17873/ 3 / 597  |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 1,054   |  |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0295, wR2 = 0,0806   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,0315, wR2 = 0,0815   |  |
| <b>Absoluter Strukturparameter</b>           | 0,541(7)  |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 2,037 e/Å <sup>3</sup> und -0,558 e/Å <sup>3</sup>                                  |  |

**Tab. E.4.9b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ), äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) und Besetzungsfaktoren von Verbindung **2d**.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c      | U(eq) | k         |
|--------|----------|----------|----------|-------|-----------|
| Sn(1)  | 21(1)    | 6942(1)  | 5834(1)  | 19(1) |           |
| I(1)   | 56(1)    | 6476(1)  | 10904(1) | 29(1) | 0,635(1)  |
| Br(1)  | 56(1)    | 6476(1)  | 10904(1) | 29(1) | 0,365(1)  |
| Sn(2)  | -2536(1) | 6839(1)  | 10041(1) | 19(1) |           |
| I(2)   | -2430(1) | 7010(1)  | 5028(1)  | 25(1) | 0,365(19) |
| Br(2)  | -2430(1) | 7010(1)  | 5028(1)  | 25(1) | 0,635(1)  |
| Si(1)  | 215(1)   | 8882(1)  | 5128(1)  | 22(1) |           |
| Si(3)  | -3026(1) | 4985(1)  | 10682(1) | 23(1) |           |
| Si(2)  | 1798(1)  | 4987(1)  | 5798(1)  | 22(1) |           |
| Si(11) | 1532(1)  | 8939(1)  | 3878(1)  | 32(1) |           |
| Si(31) | -3927(2) | 4763(1)  | 12055(1) | 36(1) |           |
| Si(4)  | -4013(1) | 8847(1)  | 10099(1) | 22(1) |           |
| Si(21) | 1165(1)  | 4361(1)  | 4704(1)  | 29(1) |           |
| Si(41) | -3618(1) | 9119(1)  | 11419(1) | 33(1) |           |
| Si(22) | 1517(1)  | 3779(1)  | 7092(1)  | 27(1) |           |
| Si(32) | -705(1)  | 3561(1)  | 10773(1) | 31(1) |           |
| Si(12) | 1358(1)  | 9489(1)  | 6038(1)  | 29(1) |           |
| Si(42) | -3056(1) | 9995(1)  | 9041(1)  | 27(1) |           |
| Si(33) | -4618(1) | 4751(1)  | 9747(1)  | 28(1) |           |
| Si(23) | 4333(1)  | 4835(1)  | 5761(1)  | 28(1) |           |
| Si(13) | -2258(1) | 10135(1) | 4802(1)  | 29(1) |           |
| Si(43) | -6569(1) | 9337(1)  | 9779(1)  | 32(1) |           |
| C(12)  | -2269(4) | 7019(3)  | 7301(2)  | 24(1) |           |
| C(11)  | -2725(4) | 7001(3)  | 8115(2)  | 24(1) |           |
| C(15)  | -319(4)  | 6856(3)  | 8558(2)  | 25(1) |           |
| C(13)  | -808(4)  | 6945(3)  | 7096(2)  | 20(1) |           |
| C(16)  | -1775(4) | 6896(3)  | 8768(2)  | 21(1) |           |
| C(14)  | 163(4)   | 6880(3)  | 7734(2)  | 25(1) |           |
| C(211) | 2841(6)  | 3173(4)  | 4603(3)  | 43(1) |           |
| C(131) | -2217(6) | 11573(4) | 4648(3)  | 43(1) |           |
| C(221) | 2350(6)  | 2319(3)  | 7020(3)  | 40(1) |           |
| C(212) | -430(5)  | 3835(4)  | 5018(3)  | 39(1) |           |
| C(222) | 2533(5)  | 3926(4)  | 7973(3)  | 38(1) |           |
| C(321) | 381(5)   | 3889(4)  | 9826(3)  | 42(1) |           |
| C(411) | -3519(7) | 7902(5)  | 12302(3) | 51(1) |           |
| C(223) | -463(5)  | 4017(4)  | 7349(3)  | 40(1) |           |
| C(331) | -3561(5) | 4329(4)  | 8833(3)  | 37(1) |           |
| C(121) | 3176(5)  | 8458(4)  | 6581(3)  | 45(1) |           |
| C(421) | -3631(5) | 10048(4) | 7951(3)  | 39(1) |           |
| C(122) | 56(6)    | 9934(4)  | 6853(3)  | 44(1) |           |
| C(231) | 5578(5)  | 3374(4)  | 6217(3)  | 48(1) |           |
| C(213) | 667(6)   | 5398(5)  | 3643(3)  | 49(1) |           |
| C(412) | -1888(6) | 9451(5)  | 11449(3) | 51(1) |           |
| C(123) | 1832(6)  | 10694(4) | 5367(3)  | 46(1) |           |
| C(332) | -6242(5) | 6028(4)  | 9286(3)  | 45(1) |           |
| C(422) | -971(5)  | 9540(4)  | 9146(3)  | 43(1) |           |
| C(132) | -3055(6) | 10099(4) | 3791(3)  | 42(1) |           |
| C(232) | 4693(6)  | 5682(4)  | 6391(3)  | 47(1) |           |
| C(133) | -3545(5) | 9863(4)  | 5676(3)  | 43(1) |           |
| C(322) | -1066(6) | 2247(4)  | 10832(3) | 47(1) |           |
| C(311) | -2576(6) | 4838(5)  | 12790(3) | 47(1) |           |
| C(111) | 3581(5)  | 8509(5)  | 4116(3)  | 51(1) |           |
| C(233) | 4875(5)  | 5287(4)  | 4658(3)  | 40(1) |           |
| C(112) | 1192(7)  | 7992(5)  | 3319(3)  | 56(1) |           |
| C(431) | -6859(5) | 9035(4)  | 8759(3)  | 47(1) |           |

## E. Anhang

|        |           |          |          |       |
|--------|-----------|----------|----------|-------|
| C(423) | -3798(7)  | 11423(4) | 9163(4)  | 55(1) |
| C(333) | -5417(6)  | 3658(4)  | 10318(3) | 47(1) |
| C(113) | 916(7)    | 10377(4) | 3164(3)  | 61(2) |
| C(432) | -7534(7)  | 10849(4) | 9609(4)  | 61(2) |
| C(323) | 482(6)    | 3264(4)  | 11747(3) | 47(1) |
| C(413) | -5237(7)  | 10315(5) | 11574(3) | 56(2) |
| C(312) | -4062(10) | 3333(6)  | 12444(4) | 88(3) |
| C(433) | -7431(7)  | 8581(7)  | 10660(4) | 82(2) |
| C(313) | -5802(6)  | 5782(7)  | 12088(4) | 81(2) |

Tab. E.4.9c Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung 2d.

|               |            |               |          |
|---------------|------------|---------------|----------|
| Sn(1)-C(13)   | 2,189(4)   | Si(41)-C(413) | 1,885(5) |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,6140(11) | Si(22)-C(223) | 1,855(5) |
| Sn(1)-Si(2)   | 2,6212(11) | Si(22)-C(222) | 1,877(4) |
| Sn(1)-I(2)    | 2,7130(4)  | Si(22)-C(221) | 1,892(4) |
| I(1)-Sn(2)    | 2,7474(4)  | Si(32)-C(321) | 1,863(5) |
| Sn(2)-C(16)   | 2,176(4)   | Si(32)-C(323) | 1,883(5) |
| Sn(2)-Si(4)   | 2,6192(11) | Si(32)-C(322) | 1,891(5) |
| Sn(2)-Si(3)   | 2,6178(11) | Si(12)-C(122) | 1,867(5) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3555(16) | Si(12)-C(123) | 1,875(5) |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3599(15) | Si(12)-C(121) | 1,892(5) |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3750(15) | Si(42)-C(422) | 1,877(5) |
| Si(3)-Si(31)  | 2,3565(16) | Si(42)-C(423) | 1,876(5) |
| Si(3)-Si(32)  | 2,3689(15) | Si(42)-C(421) | 1,882(4) |
| Si(3)-Si(33)  | 2,3723(15) | Si(33)-C(333) | 1,886(5) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,3587(15) | Si(33)-C(332) | 1,878(5) |
| Si(2)-Si(22)  | 2,3624(15) | Si(33)-C(331) | 1,883(4) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,3752(15) | Si(23)-C(232) | 1,862(5) |
| Si(11)-C(111) | 1,872(5)   | Si(23)-C(233) | 1,857(4) |
| Si(11)-C(112) | 1,884(5)   | Si(23)-C(231) | 1,880(5) |
| Si(11)-C(113) | 1,875(5)   | Si(13)-C(132) | 1,887(4) |
| Si(31)-C(313) | 1,860(6)   | Si(13)-C(133) | 1,886(5) |
| Si(31)-C(311) | 1,861(5)   | Si(13)-C(131) | 1,897(5) |
| Si(31)-C(312) | 1,901(6)   | Si(43)-C(433) | 1,857(6) |
| Si(4)-Si(43)  | 2,3498(15) | Si(43)-C(432) | 1,875(5) |
| Si(4)-Si(42)  | 2,3597(15) | Si(43)-C(431) | 1,891(5) |
| Si(4)-Si(41)  | 2,3752(16) | C(12)-C(11)   | 1,386(6) |
| Si(21)-C(213) | 1,874(5)   | C(12)-C(13)   | 1,396(5) |
| Si(21)-C(211) | 1,880(5)   | C(11)-C(16)   | 1,389(5) |
| Si(21)-C(212) | 1,881(4)   | C(15)-C(16)   | 1,403(6) |
| Si(41)-C(411) | 1,843(5)   | C(15)-C(14)   | 1,407(5) |
| Si(41)-C(412) | 1,860(5)   | C(13)-C(14)   | 1,403(5) |

Tab. E.4.9d Bindungswinkel [ $^\circ$ ] von Verbindung 2d.

|                   |            |                      |            |
|-------------------|------------|----------------------|------------|
| C(13)-Sn(1)-Si(1) | 107,05(10) | C(413)-Si(41)-Si(4)  | 108,37(17) |
| C(13)-Sn(1)-Si(2) | 111,56(9)  | C(223)-Si(22)-C(222) | 109,2(2)   |
| Si(1)-Sn(1)-Si(2) | 130,57(4)  | C(223)-Si(22)-C(221) | 107,4(2)   |
| C(13)-Sn(1)-I(2)  | 100,54(10) | C(222)-Si(22)-C(221) | 108,6(2)   |
| Si(1)-Sn(1)-I(2)  | 102,95(2)  | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 112,68(16) |
| Si(2)-Sn(1)-I(2)  | 99,14(3)   | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 109,86(15) |
| C(16)-Sn(2)-Si(4) | 108,52(10) | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 108,94(15) |

## E. Anhang

|                      |            |                      |            |
|----------------------|------------|----------------------|------------|
| C(16)-Sn(2)-Si(3)    | 108,48(10) | C(321)-Si(32)-C(323) | 108,5(2)   |
| Si(4)-Sn(2)-Si(3)    | 131,94(4)  | C(321)-Si(32)-C(322) | 109,1(2)   |
| C(16)-Sn(2)-I(1)     | 101,37(10) | C(323)-Si(32)-C(322) | 106,1(2)   |
| Si(4)-Sn(2)-I(1)     | 99,68(3)   | C(321)-Si(32)-Si(3)  | 110,63(15) |
| Si(3)-Sn(2)-I(1)     | 101,95(3)  | C(323)-Si(32)-Si(3)  | 113,82(17) |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 108,17(6)  | C(322)-Si(32)-Si(3)  | 108,54(17) |
| Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 109,17(6)  | C(122)-Si(12)-C(123) | 109,1(2)   |
| Si(12)-Si(1)-Si(13)  | 107,28(6)  | C(122)-Si(12)-C(121) | 109,1(2)   |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 112,26(5)  | C(123)-Si(12)-C(121) | 105,7(2)   |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 112,82(5)  | C(122)-Si(12)-Si(1)  | 110,77(17) |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 106,98(5)  | C(123)-Si(12)-Si(1)  | 106,97(17) |
| Si(31)-Si(3)-Si(32)  | 106,95(6)  | C(121)-Si(12)-Si(1)  | 114,87(16) |
| Si(31)-Si(3)-Si(33)  | 111,17(6)  | C(422)-Si(42)-C(423) | 107,1(3)   |
| Si(32)-Si(3)-Si(33)  | 106,78(6)  | C(422)-Si(42)-C(421) | 109,3(2)   |
| Si(31)-Si(3)-Sn(2)   | 114,49(6)  | C(423)-Si(42)-C(421) | 108,3(2)   |
| Si(32)-Si(3)-Sn(2)   | 106,79(5)  | C(422)-Si(42)-Si(4)  | 111,54(16) |
| Si(33)-Si(3)-Sn(2)   | 110,22(5)  | C(423)-Si(42)-Si(4)  | 108,82(18) |
| Si(23)-Si(2)-Si(22)  | 106,61(5)  | C(421)-Si(42)-Si(4)  | 111,57(16) |
| Si(23)-Si(2)-Si(21)  | 110,24(6)  | C(333)-Si(33)-C(332) | 106,7(2)   |
| Si(22)-Si(2)-Si(21)  | 106,87(6)  | C(333)-Si(33)-C(331) | 108,6(2)   |
| Si(23)-Si(2)-Sn(1)   | 112,93(5)  | C(332)-Si(33)-C(331) | 106,9(2)   |
| Si(22)-Si(2)-Sn(1)   | 105,56(5)  | C(333)-Si(33)-Si(3)  | 110,30(16) |
| Si(21)-Si(2)-Sn(1)   | 114,05(5)  | C(332)-Si(33)-Si(3)  | 113,51(17) |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 108,8(3)   | C(331)-Si(33)-Si(3)  | 110,52(15) |
| C(111)-Si(11)-C(113) | 107,6(3)   | C(232)-Si(23)-C(233) | 109,4(2)   |
| C(112)-Si(11)-C(113) | 109,6(3)   | C(232)-Si(23)-C(231) | 108,0(2)   |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 110,87(17) | C(233)-Si(23)-C(231) | 106,9(2)   |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 110,13(19) | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 109,96(17) |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 109,82(18) | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 111,02(15) |
| C(313)-Si(31)-C(311) | 110,5(3)   | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 111,42(17) |
| C(313)-Si(31)-C(312) | 108,3(4)   | C(132)-Si(13)-C(133) | 108,6(2)   |
| C(311)-Si(31)-C(312) | 106,9(3)   | C(132)-Si(13)-C(131) | 107,8(2)   |
| C(313)-Si(31)-Si(3)  | 112,6(2)   | C(133)-Si(13)-C(131) | 108,1(2)   |
| C(311)-Si(31)-Si(3)  | 110,03(17) | C(132)-Si(13)-Si(1)  | 111,81(16) |
| C(312)-Si(31)-Si(3)  | 108,3(2)   | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 112,16(15) |
| Si(43)-Si(4)-Si(42)  | 108,10(6)  | C(131)-Si(13)-Si(1)  | 108,21(16) |
| Si(43)-Si(4)-Si(41)  | 110,84(6)  | C(433)-Si(43)-C(432) | 108,9(3)   |
| Si(42)-Si(4)-Si(41)  | 108,14(6)  | C(433)-Si(43)-C(431) | 110,5(3)   |
| Si(43)-Si(4)-Sn(2)   | 111,65(5)  | C(432)-Si(43)-C(431) | 106,5(2)   |
| Si(42)-Si(4)-Sn(2)   | 105,86(5)  | C(433)-Si(43)-Si(4)  | 109,94(19) |
| Si(41)-Si(4)-Sn(2)   | 111,99(5)  | C(432)-Si(43)-Si(4)  | 110,7(2)   |
| C(213)-Si(21)-C(211) | 108,5(3)   | C(431)-Si(43)-Si(4)  | 110,28(17) |
| C(213)-Si(21)-C(212) | 108,3(2)   | C(11)-C(12)-C(13)    | 120,6(4)   |
| C(211)-Si(21)-C(212) | 108,0(2)   | C(16)-C(11)-C(12)    | 122,9(4)   |
| C(213)-Si(21)-Si(2)  | 115,59(17) | C(16)-C(15)-C(14)    | 121,4(4)   |
| C(211)-Si(21)-Si(2)  | 106,26(17) | C(12)-C(13)-C(14)    | 117,8(3)   |
| C(212)-Si(21)-Si(2)  | 109,96(15) | C(12)-C(13)-Sn(1)    | 123,2(3)   |
| C(411)-Si(41)-C(412) | 109,2(3)   | C(14)-C(13)-Sn(1)    | 119,0(3)   |
| C(411)-Si(41)-C(413) | 108,2(3)   | C(11)-C(16)-C(15)    | 116,6(3)   |
| C(412)-Si(41)-C(413) | 108,0(3)   | C(11)-C(16)-Sn(2)    | 121,4(3)   |
| C(411)-Si(41)-Si(4)  | 111,40(18) | C(15)-C(16)-Sn(2)    | 122,0(3)   |
| C(412)-Si(41)-Si(4)  | 111,52(16) | C(15)-C(14)-C(13)    | 120,6(4)   |

Tab. E.4.9e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2d**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Sn(1)  | 19(1)    | 22(1)    | 16(1)    | -5(1)    | 2(1)     | -7(1)    |
| I(1)   | 23(1)    | 36(1)    | 28(1)    | -8(1)    | -2(1)    | -10(1)   |
| Br(1)  | 23(1)    | 36(1)    | 28(1)    | -8(1)    | -2(1)    | -10(1)   |
| Sn(2)  | 18(1)    | 22(1)    | 17(1)    | -5(1)    | 2(1)     | -6(1)    |
| I(2)   | 20(1)    | 31(1)    | 26(1)    | -8(1)    | -1(1)    | -11(1)   |
| Br(2)  | 20(1)    | 31(1)    | 26(1)    | -8(1)    | -1(1)    | -11(1)   |
| Si(1)  | 24(1)    | 22(1)    | 20(1)    | -5(1)    | 2(1)     | -9(1)    |
| Si(3)  | 23(1)    | 25(1)    | 20(1)    | -4(1)    | 1(1)     | -9(1)    |
| Si(2)  | 22(1)    | 23(1)    | 21(1)    | -7(1)    | 1(1)     | -7(1)    |
| Si(11) | 35(1)    | 32(1)    | 25(1)    | -4(1)    | 9(1)     | -11(1)   |
| Si(31) | 33(1)    | 51(1)    | 20(1)    | -3(1)    | 4(1)     | -18(1)   |
| Si(4)  | 21(1)    | 24(1)    | 21(1)    | -9(1)    | 2(1)     | -7(1)    |
| Si(21) | 33(1)    | 34(1)    | 28(1)    | -14(1)   | 2(1)     | -16(1)   |
| Si(41) | 37(1)    | 39(1)    | 27(1)    | -17(1)   | 4(1)     | -12(1)   |
| Si(22) | 30(1)    | 24(1)    | 25(1)    | -5(1)    | 2(1)     | -8(1)    |
| Si(32) | 28(1)    | 25(1)    | 35(1)    | -5(1)    | 1(1)     | -6(1)    |
| Si(12) | 31(1)    | 30(1)    | 31(1)    | -13(1)   | 1(1)     | -13(1)   |
| Si(42) | 27(1)    | 26(1)    | 28(1)    | -7(1)    | 1(1)     | -9(1)    |
| Si(33) | 26(1)    | 34(1)    | 28(1)    | -9(1)    | 2(1)     | -14(1)   |
| Si(23) | 22(1)    | 34(1)    | 30(1)    | -11(1)   | 3(1)     | -9(1)    |
| Si(13) | 28(1)    | 28(1)    | 27(1)    | -8(1)    | -2(1)    | -4(1)    |
| Si(43) | 21(1)    | 37(1)    | 31(1)    | -6(1)    | -1(1)    | -5(1)    |
| C(12)  | 22(2)    | 30(2)    | 22(2)    | -10(2)   | 1(2)     | -11(2)   |
| C(11)  | 17(2)    | 30(2)    | 25(2)    | -9(2)    | 2(2)     | -8(2)    |
| C(15)  | 26(2)    | 29(2)    | 19(2)    | -5(2)    | 0(2)     | -8(2)    |
| C(13)  | 24(2)    | 20(2)    | 17(2)    | -5(1)    | 0(1)     | -6(1)    |
| C(16)  | 22(2)    | 18(2)    | 22(2)    | -5(1)    | 4(1)     | -5(1)    |
| C(14)  | 21(2)    | 29(2)    | 25(2)    | -7(2)    | 6(2)     | -9(2)    |
| C(211) | 44(3)    | 43(3)    | 55(3)    | -30(2)   | 16(2)    | -20(2)   |
| C(131) | 45(3)    | 31(2)    | 44(3)    | -10(2)   | -4(2)    | 0(2)     |
| C(221) | 52(3)    | 24(2)    | 41(2)    | -6(2)    | 6(2)     | -10(2)   |
| C(212) | 38(2)    | 42(2)    | 46(3)    | -16(2)   | -2(2)    | -23(2)   |
| C(222) | 46(3)    | 39(2)    | 26(2)    | -6(2)    | -3(2)    | -13(2)   |
| C(321) | 36(2)    | 39(2)    | 44(3)    | -13(2)   | 13(2)    | -6(2)    |
| C(411) | 60(3)    | 61(3)    | 28(2)    | -12(2)   | 9(2)     | -17(3)   |
| C(223) | 36(2)    | 44(2)    | 42(2)    | -13(2)   | 14(2)    | -18(2)   |
| C(331) | 41(2)    | 47(3)    | 31(2)    | -17(2)   | 2(2)     | -20(2)   |
| C(121) | 40(3)    | 49(3)    | 48(3)    | -14(2)   | -14(2)   | -14(2)   |
| C(421) | 43(3)    | 40(2)    | 27(2)    | 1(2)     | -5(2)    | -14(2)   |
| C(122) | 45(3)    | 55(3)    | 36(2)    | -23(2)   | 4(2)     | -14(2)   |
| C(231) | 31(2)    | 40(3)    | 64(3)    | -13(2)   | -2(2)    | -1(2)    |
| C(213) | 64(3)    | 64(3)    | 29(2)    | -10(2)   | -2(2)    | -36(3)   |
| C(412) | 55(3)    | 76(4)    | 41(3)    | -30(3)   | 0(2)     | -35(3)   |
| C(123) | 52(3)    | 38(2)    | 57(3)    | -15(2)   | 5(2)     | -25(2)   |
| C(332) | 31(2)    | 49(3)    | 45(3)    | -8(2)    | -4(2)    | -7(2)    |
| C(422) | 32(2)    | 61(3)    | 37(2)    | -11(2)   | 5(2)     | -23(2)   |
| C(132) | 49(3)    | 43(3)    | 29(2)    | -6(2)    | -13(2)   | -10(2)   |
| C(232) | 51(3)    | 57(3)    | 45(3)    | -23(2)   | 2(2)     | -29(2)   |
| C(133) | 32(2)    | 56(3)    | 40(2)    | -17(2)   | 5(2)     | -8(2)    |
| C(322) | 47(3)    | 29(2)    | 62(3)    | -11(2)   | -2(2)    | -10(2)   |
| C(311) | 43(3)    | 65(3)    | 28(2)    | -15(2)   | 0(2)     | -12(2)   |
| C(111) | 36(3)    | 57(3)    | 56(3)    | -16(3)   | 16(2)    | -13(2)   |
| C(233) | 34(2)    | 59(3)    | 36(2)    | -22(2)   | 14(2)    | -21(2)   |
| C(112) | 65(4)    | 70(4)    | 42(3)    | -31(3)   | 9(2)     | -21(3)   |
| C(431) | 34(2)    | 59(3)    | 53(3)    | -26(2)   | -7(2)    | -11(2)   |
| C(423) | 64(4)    | 28(2)    | 72(4)    | -14(2)   | 8(3)     | -17(2)   |
| C(333) | 51(3)    | 58(3)    | 47(3)    | -18(2)   | 7(2)     | -38(3)   |

## E. Anhang

|        |        |        |       |        |        |        |
|--------|--------|--------|-------|--------|--------|--------|
| C(113) | 66(4)  | 47(3)  | 47(3) | 11(2)  | 20(3)  | -10(3) |
| C(432) | 56(3)  | 48(3)  | 61(3) | -27(3) | -17(3) | 18(3)  |
| C(323) | 45(3)  | 40(3)  | 43(3) | 0(2)   | -15(2) | -6(2)  |
| C(413) | 62(4)  | 55(3)  | 50(3) | -38(3) | 2(3)   | -1(3)  |
| C(312) | 134(7) | 100(6) | 44(3) | 14(3)  | 2(4)   | -86(5) |
| C(433) | 50(4)  | 144(7) | 42(3) | 16(4)  | -5(3)  | -54(4) |
| C(313) | 38(3)  | 136(7) | 51(3) | -36(4) | 4(3)   | 1(4)   |

**Tab. E.4.9f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2d**.

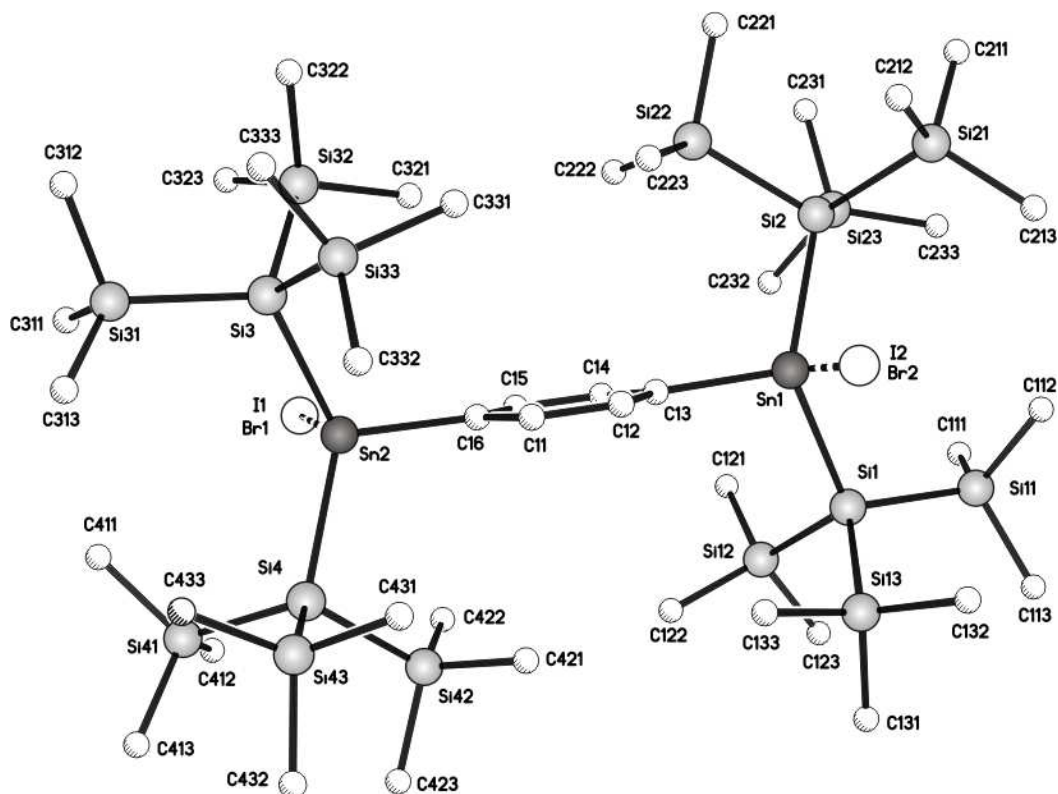
| Atom   | x/a   | y/b   | z/c   | U(eq) |
|--------|-------|-------|-------|-------|
| H(12A) | -2957 | 7082  | 6878  | 28    |
| H(11A) | -3730 | 7064  | 8232  | 29    |
| H(15A) | 355   | 6813  | 8981  | 30    |
| H(14A) | 1155  | 6851  | 7609  | 30    |
| H(21A) | 2574  | 2792  | 4241  | 65    |
| H(21B) | 3185  | 2663  | 5164  | 65    |
| H(21C) | 3639  | 3446  | 4351  | 65    |
| H(13A) | -3201 | 12111 | 4437  | 65    |
| H(13B) | -1473 | 11703 | 4239  | 65    |
| H(13C) | -1956 | 11649 | 5190  | 65    |
| H(22A) | 2312  | 1809  | 7569  | 61    |
| H(22B) | 3388  | 2176  | 6862  | 61    |
| H(22C) | 1781  | 2215  | 6591  | 61    |
| H(21D) | -661  | 3555  | 4572  | 58    |
| H(21E) | -1307 | 4434  | 5099  | 58    |
| H(21F) | -153  | 3243  | 5547  | 58    |
| H(22D) | 2519  | 3360  | 8494  | 56    |
| H(22E) | 2044  | 4654  | 8058  | 56    |
| H(22F) | 3567  | 3839  | 7826  | 56    |
| H(32A) | 1277  | 3254  | 9840  | 63    |
| H(32B) | 669   | 4520  | 9827  | 63    |
| H(32C) | -233  | 4065  | 9313  | 63    |
| H(41A) | -3376 | 8044  | 12837 | 77    |
| H(41B) | -2680 | 7270  | 12234 | 77    |
| H(41C) | -4447 | 7744  | 12303 | 77    |
| H(22G) | -526  | 3436  | 7846  | 60    |
| H(22H) | -1018 | 4011  | 6868  | 60    |
| H(22I) | -891  | 4731  | 7468  | 60    |
| H(33A) | -4256 | 4320  | 8420  | 56    |
| H(33B) | -2818 | 3595  | 9039  | 56    |
| H(33C) | -3059 | 4854  | 8564  | 56    |
| H(12B) | 3612  | 8796  | 6907  | 68    |
| H(12C) | 3867  | 8226  | 6155  | 68    |
| H(12D) | 2990  | 7818  | 6961  | 68    |
| H(42A) | -3267 | 10565 | 7529  | 58    |
| H(42B) | -4720 | 10291 | 7893  | 58    |
| H(42C) | -3205 | 9316  | 7864  | 58    |
| H(12E) | 477   | 10305 | 7157  | 66    |
| H(12F) | -89   | 9290  | 7253  | 66    |
| H(12G) | -905  | 10440 | 6577  | 66    |
| H(23A) | 6602  | 3298  | 6052  | 72    |
| H(23B) | 5232  | 2885  | 6000  | 72    |
| H(23C) | 5549  | 3177  | 6834  | 72    |
| H(21G) | 176   | 5138  | 3279  | 73    |
| H(21H) | 1574  | 5498  | 3384  | 73    |

E. Anhang

|        |       |       |       |     |
|--------|-------|-------|-------|-----|
| H(21I) | -9    | 6099  | 3711  | 73  |
| H(41D) | -1832 | 9663  | 11966 | 77  |
| H(41E) | -1900 | 10060 | 10955 | 77  |
| H(41F) | -1019 | 8806  | 11442 | 77  |
| H(12H) | 2315  | 10970 | 5723  | 69  |
| H(12I) | 919   | 11276 | 5092  | 69  |
| H(12J) | 2511  | 10467 | 4935  | 69  |
| H(33D) | -7002 | 5833  | 9052  | 67  |
| H(33E) | -5905 | 6533  | 8836  | 67  |
| H(33F) | -6665 | 6383  | 9730  | 67  |
| H(42D) | -608  | 10022 | 8691  | 64  |
| H(42E) | -543  | 8783  | 9110  | 64  |
| H(42F) | -672  | 9578  | 9694  | 64  |
| H(13D) | -4074 | 10623 | 3679  | 63  |
| H(13E) | -3064 | 9358  | 3848  | 63  |
| H(13F) | -2440 | 10298 | 3321  | 63  |
| H(23D) | 5764  | 5557  | 6421  | 70  |
| H(23E) | 4348  | 5476  | 6964  | 70  |
| H(23F) | 4156  | 6461  | 6121  | 70  |
| H(13G) | -4549 | 10398 | 5517  | 65  |
| H(13H) | -3181 | 9930  | 6197  | 65  |
| H(13I) | -3574 | 9120  | 5770  | 65  |
| H(32D) | -119  | 1634  | 10933 | 71  |
| H(32E) | -1546 | 2318  | 10298 | 71  |
| H(32F) | -1719 | 2109  | 11297 | 71  |
| H(31A) | -3110 | 5111  | 13250 | 70  |
| H(31B) | -2061 | 5337  | 12482 | 70  |
| H(31C) | -1846 | 4104  | 13025 | 70  |
| H(11B) | 4129  | 8243  | 3657  | 76  |
| H(11C) | 3859  | 7922  | 4648  | 76  |
| H(11D) | 3826  | 9139  | 4169  | 76  |
| H(23G) | 5864  | 5355  | 4664  | 60  |
| H(23H) | 4148  | 6000  | 4368  | 60  |
| H(23I) | 4901  | 4745  | 4361  | 60  |
| H(11E) | 1560  | 8137  | 2748  | 84  |
| H(11F) | 121   | 8119  | 3285  | 84  |
| H(11G) | 1717  | 7228  | 3634  | 84  |
| H(43A) | -7864 | 9002  | 8728  | 71  |
| H(43B) | -6122 | 8329  | 8743  | 71  |
| H(43C) | -6743 | 9617  | 8279  | 71  |
| H(42G) | -3407 | 11907 | 8726  | 82  |
| H(42H) | -3486 | 11414 | 9723  | 82  |
| H(42I) | -4888 | 11693 | 9105  | 82  |
| H(33G) | -6013 | 3532  | 9916  | 70  |
| H(33H) | -6050 | 3900  | 10762 | 70  |
| H(33I) | -4604 | 2975  | 10573 | 70  |
| H(11H) | 1512  | 10405 | 2661  | 91  |
| H(11I) | 1052  | 10873 | 3464  | 91  |
| H(11J) | -139  | 10603 | 2992  | 91  |
| H(43D) | -8614 | 11017 | 9572  | 92  |
| H(43E) | -7218 | 11251 | 9083  | 92  |
| H(43F) | -7274 | 11067 | 10084 | 92  |
| H(32G) | 1408  | 2655  | 11752 | 70  |
| H(32H) | -61   | 3064  | 12252 | 70  |
| H(32I) | 717   | 3919  | 11743 | 70  |
| H(41G) | -5076 | 10455 | 12108 | 84  |
| H(41H) | -6158 | 10144 | 11589 | 84  |
| H(41I) | -5319 | 10969 | 11105 | 84  |
| H(31D) | -4513 | 3247  | 12996 | 131 |
| H(31E) | -3063 | 2783  | 12499 | 131 |
| H(31F) | -4681 | 3232  | 12039 | 131 |



|        |       |      |       |     |
|--------|-------|------|-------|-----|
| H(43G) | -8486 | 8764 | 10511 | 122 |
| H(43H) | -7341 | 8791 | 11173 | 122 |
| H(43I) | -6920 | 7789 | 10760 | 122 |
| H(31G) | -6221 | 5561 | 12636 | 122 |
| H(31H) | -6458 | 5816 | 11636 | 122 |
| H(31I) | -5715 | 6507 | 12009 | 122 |



**Abb. E.7:** Molekülstruktur von Verbindung **2d** mit lagefehlgeordneten Halogenatomen.

E.4.10 IPbHyp<sub>2</sub><sup>t</sup>Bu (3a)

Tab. E.4.10a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 3a.

|  |   |                                      |
|--|---|--------------------------------------|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>22</sub> H <sub>63</sub> IPbSi <sub>8</sub>          |                                      |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 886,53 g/mol  |                                      |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K  |                                      |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å   |                                      |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | monoklin, P2 <sub>1</sub> /n                                |                                      |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 9,4622(7) Å<br>b = 18,2965(17) Å<br>c = 23,907(2) Å     | α = 90°<br>β = 97,567(3)°<br>γ = 90° |
| <b>Volumen</b>                               | 4102,8(6) Å <sup>3</sup>                                    |                                      |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 4; 1,435 Mg/m <sup>3</sup>                                  |                                      |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 5,109 mm <sup>-1</sup>                                      |                                      |
| <b>F(000)</b>                                | 1768  |                                      |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,15 0 x 0,15 x 0,25 mm                                     |                                      |
| <b>Messbereich</b>                           | 2,39° ≤ θ ≤ 27,97°  |                                      |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -12 ≤ h ≤ 12; -24 ≤ k ≤ 24; -31 ≤ l ≤ 26                    |                                      |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 50963 / 9851 [R(int) = 0,0875]                              |                                      |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 29,00°</b>        | 99,7 %  |                                      |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |                                      |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 9851 / 0 / 289  |                                      |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 0,823   |                                      |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0390, wR2 = 0,0662                                   |                                      |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,0810, wR2 = 0,0735                                   |                                      |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 2,467 e/Å <sup>3</sup> und -1,374 e/Å <sup>3</sup>          |                                      |

**Tab. E.4.10b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **3a**.

| Atom   | x/a     | y/b     | z/c      | U(eq)  |
|--------|---------|---------|----------|--------|
| Pb(1)  | 4376(1) | 7109(1) | 1203(1)  | 33(1)  |
| I(2)   | 6957(1) | 6501(1) | 892(1)   | 49(1)  |
| Si(1)  | 3257(1) | 7734(1) | 214(1)   | 32(1)  |
| Si(2)  | 3659(2) | 5954(1) | 1809(1)  | 34(1)  |
| Si(11) | 1713(2) | 6979(1) | -385(1)  | 38(1)  |
| Si(12) | 1873(2) | 8767(1) | 374(1)   | 51(1)  |
| Si(21) | 2553(2) | 5059(1) | 1196(1)  | 45(1)  |
| Si(22) | 2047(2) | 6362(1) | 2412(1)  | 50(1)  |
| Si(23) | 5600(2) | 5354(1) | 2341(1)  | 52(1)  |
| Si(13) | 5094(2) | 8076(1) | -318(1)  | 42(1)  |
| C(34)  | 6352(8) | 7671(4) | 2280(3)  | 85(3)  |
| C(213) | 3754(6) | 4808(3) | 666(2)   | 59(2)  |
| C(113) | 2430(6) | 6045(3) | -424(3)  | 60(2)  |
| C(133) | 5660(6) | 7265(3) | -708(2)  | 57(2)  |
| C(132) | 4355(6) | 8791(4) | -844(3)  | 68(2)  |
| C(112) | 1480(7) | 7344(4) | -1124(2) | 60(2)  |
| C(111) | -98(5)  | 6959(3) | -160(3)  | 55(2)  |
| C(212) | 2236(8) | 4212(4) | 1591(3)  | 80(2)  |
| C(211) | 789(6)  | 5393(4) | 860(3)   | 66(2)  |
| C(131) | 6720(6) | 8490(4) | 83(3)    | 62(2)  |
| C(31)  | 5371(6) | 8038(3) | 1810(2)  | 45(2)  |
| C(32)  | 4168(8) | 8398(4) | 2040(3)  | 86(2)  |
| C(123) | 594(6)  | 8550(4) | 883(3)   | 72(2)  |
| C(33)  | 6172(7) | 8557(4) | 1491(3)  | 81(2)  |
| C(122) | 796(6)  | 9042(4) | -306(3)  | 71(2)  |
| C(222) | 966(7)  | 5573(4) | 2615(3)  | 79(2)  |
| C(233) | 6968(7) | 5938(5) | 2741(3)  | 91(3)  |
| C(121) | 2975(7) | 9596(4) | 634(3)   | 84(2)  |
| C(232) | 4817(8) | 4801(5) | 2882(3)  | 104(3) |
| C(231) | 6531(7) | 4724(4) | 1909(3)  | 71(2)  |
| C(221) | 781(6)  | 7044(4) | 2061(3)  | 80(2)  |
| C(223) | 2999(7) | 6765(4) | 3078(3)  | 81(2)  |

**Tab. E.4.10c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **3a**.

|               |            |               |          |
|---------------|------------|---------------|----------|
| Pb(1)-C(31)   | 2,349(5)   | Si(21)-C(211) | 1,858(6) |
| Pb(1)-Si(2)   | 2,6994(15) | Si(21)-C(212) | 1,859(6) |
| Pb(1)-Si(1)   | 2,7136(14) | Si(21)-C(213) | 1,866(5) |
| Pb(1)-I(2)    | 2,8694(4)  | Si(22)-C(221) | 1,854(7) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,354(2)   | Si(22)-C(222) | 1,869(6) |
| Si(1)-Si(12)  | 2,359(2)   | Si(22)-C(223) | 1,874(6) |
| Si(1)-Si(13)  | 2,369(2)   | Si(23)-C(233) | 1,846(7) |
| Si(2)-Si(21)  | 2,351(2)   | Si(23)-C(231) | 1,846(6) |
| Si(2)-Si(22)  | 2,353(2)   | Si(23)-C(232) | 1,871(7) |
| Si(2)-Si(23)  | 2,362(2)   | Si(13)-C(131) | 1,863(6) |
| Si(11)-C(113) | 1,844(6)   | Si(13)-C(133) | 1,868(6) |
| Si(11)-C(111) | 1,863(5)   | Si(13)-C(132) | 1,885(6) |
| Si(11)-C(112) | 1,875(6)   | C(34)-C(31)   | 1,516(8) |
| Si(12)-C(122) | 1,870(6)   | C(31)-C(32)   | 1,483(8) |
| Si(12)-C(123) | 1,868(6)   | C(31)-C(33)   | 1,485(8) |
| Si(12)-C(121) | 1,898(7)   |               |          |

Tab. E.4.10c Bindungswinkel [°] von Verbindung 3a.

|                      |            |                      |          |
|----------------------|------------|----------------------|----------|
| C(31)-Pb(1)-Si(2)    | 110,10(15) | C(211)-Si(21)-C(212) | 107,3(3) |
| C(31)-Pb(1)-Si(1)    | 108,20(15) | C(211)-Si(21)-C(213) | 112,3(3) |
| Si(2)-Pb(1)-Si(1)    | 134,49(4)  | C(212)-Si(21)-C(213) | 107,0(3) |
| C(31)-Pb(1)-I(2)     | 98,93(14)  | C(211)-Si(21)-Si(2)  | 110,0(2) |
| Si(2)-Pb(1)-I(2)     | 96,81(3)   | C(212)-Si(21)-Si(2)  | 110,7(2) |
| Si(1)-Pb(1)-I(2)     | 100,64(3)  | C(213)-Si(21)-Si(2)  | 109,5(2) |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 104,81(8)  | C(221)-Si(22)-C(222) | 107,1(3) |
| Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 105,64(8)  | C(221)-Si(22)-C(223) | 109,3(3) |
| Si(12)-Si(1)-Si(13)  | 109,71(8)  | C(222)-Si(22)-C(223) | 107,5(3) |
| Si(11)-Si(1)-Pb(1)   | 114,99(7)  | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 111,6(2) |
| Si(12)-Si(1)-Pb(1)   | 110,94(7)  | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 109,6(2) |
| Si(13)-Si(1)-Pb(1)   | 110,44(6)  | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 111,6(2) |
| Si(21)-Si(2)-Si(22)  | 109,38(8)  | C(233)-Si(23)-C(231) | 107,3(3) |
| Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 105,18(9)  | C(233)-Si(23)-C(232) | 105,6(4) |
| Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 109,81(8)  | C(231)-Si(23)-C(232) | 108,1(3) |
| Si(21)-Si(2)-Pb(1)   | 109,50(7)  | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 116,9(3) |
| Si(22)-Si(2)-Pb(1)   | 108,04(7)  | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 112,6(2) |
| Si(23)-Si(2)-Pb(1)   | 114,84(7)  | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 105,8(2) |
| C(113)-Si(11)-C(111) | 110,8(3)   | C(131)-Si(13)-C(133) | 107,9(3) |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 106,3(3)   | C(131)-Si(13)-C(132) | 105,7(3) |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 106,3(3)   | C(133)-Si(13)-C(132) | 108,9(3) |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 111,8(2)   | C(131)-Si(13)-Si(1)  | 116,5(2) |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 110,9(2)   | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 109,7(2) |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 110,5(2)   | C(132)-Si(13)-Si(1)  | 107,9(2) |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 107,3(3)   | C(32)-C(31)-C(33)    | 112,0(6) |
| C(122)-Si(12)-C(121) | 106,5(3)   | C(32)-C(31)-C(34)    | 110,3(6) |
| C(123)-Si(12)-C(121) | 109,3(3)   | C(33)-C(31)-C(34)    | 111,1(5) |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 109,0(2)   | C(32)-C(31)-Pb(1)    | 106,6(4) |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 110,9(2)   | C(33)-C(31)-Pb(1)    | 109,6(4) |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 113,6(2)   | C(34)-C(31)-Pb(1)    | 107,1(4) |

Tab. E.4.10e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 3a.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Pb(1)  | 30(1)    | 37(1)    | 32(1)    | 0(1)     | 6(1)     | 1(1)     |
| I(2)   | 37(1)    | 62(1)    | 53(1)    | 9(1)     | 18(1)    | 12(1)    |
| Si(1)  | 28(1)    | 34(1)    | 34(1)    | 3(1)     | 5(1)     | 3(1)     |
| Si(2)  | 32(1)    | 40(1)    | 30(1)    | -2(1)    | 9(1)     | -2(1)    |
| Si(11) | 32(1)    | 47(1)    | 35(1)    | 0(1)     | 4(1)     | -1(1)    |
| Si(12) | 46(1)    | 43(1)    | 62(1)    | -9(1)    | -4(1)    | 14(1)    |
| Si(21) | 53(1)    | 41(1)    | 41(1)    | -5(1)    | 8(1)     | -10(1)   |
| Si(22) | 41(1)    | 62(1)    | 51(1)    | -15(1)   | 20(1)    | -7(1)    |
| Si(23) | 52(1)    | 68(1)    | 36(1)    | 8(1)     | 5(1)     | 11(1)    |
| Si(13) | 33(1)    | 48(1)    | 45(1)    | 13(1)    | 7(1)     | -4(1)    |
| C(34)  | 91(6)    | 104(7)   | 52(4)    | -13(4)   | -18(4)   | -20(5)   |
| C(213) | 78(5)    | 50(4)    | 50(4)    | -14(3)   | 10(3)    | 10(4)    |
| C(113) | 65(4)    | 52(4)    | 67(4)    | -2(4)    | 24(4)    | 4(3)     |
| C(133) | 55(4)    | 73(5)    | 46(4)    | 6(3)     | 16(3)    | 8(3)     |
| C(132) | 62(4)    | 71(5)    | 66(5)    | 30(4)    | -6(4)    | -15(4)   |
| C(112) | 63(4)    | 71(5)    | 40(4)    | -2(3)    | -11(3)   | -4(4)    |
| C(111) | 29(3)    | 68(5)    | 69(4)    | -9(4)    | 4(3)     | -2(3)    |
| C(212) | 116(6)   | 56(5)    | 69(5)    | -4(4)    | 19(4)    | -31(4)   |
| C(211) | 49(4)    | 95(6)    | 55(4)    | -13(4)   | 7(3)     | -12(4)   |
| C(131) | 45(4)    | 65(5)    | 76(5)    | 16(4)    | 0(3)     | -15(3)   |

## E. Anhang

|        |       |        |        |        |        |        |
|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| C(31)  | 47(4) | 41(4)  | 46(3)  | -6(3)  | -2(3)  | -12(3) |
| C(32)  | 97(6) | 72(6)  | 91(6)  | -35(5) | 20(5)  | -9(5)  |
| C(123) | 61(4) | 86(6)  | 70(5)  | -27(4) | 10(4)  | 24(4)  |
| C(33)  | 90(6) | 74(6)  | 78(5)  | -4(4)  | 10(4)  | -44(5) |
| C(122) | 67(5) | 63(5)  | 80(5)  | 3(4)   | -3(4)  | 34(4)  |
| C(222) | 80(5) | 86(6)  | 83(5)  | -9(5)  | 55(4)  | -20(4) |
| C(233) | 57(5) | 122(8) | 86(6)  | -25(5) | -17(4) | 11(5)  |
| C(121) | 81(5) | 44(5)  | 122(7) | -5(4)  | -7(5)  | 3(4)   |
| C(232) | 88(6) | 148(9) | 78(6)  | 64(6)  | 24(5)  | 24(6)  |
| C(231) | 75(5) | 74(5)  | 63(5)  | 4(4)   | 8(4)   | 25(4)  |
| C(221) | 47(4) | 97(6)  | 98(6)  | -7(5)  | 14(4)  | 8(4)   |
| C(223) | 77(5) | 104(6) | 69(5)  | -39(5) | 33(4)  | -16(5) |

**Tab. E.4.10f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **3a**.

| Atom   | x/a  | y/b  | z/c   | U(eq) |
|--------|------|------|-------|-------|
| H(34A) | 6793 | 8036 | 2534  | 127   |
| H(34B) | 7074 | 7402 | 2121  | 127   |
| H(34C) | 5809 | 7344 | 2482  | 127   |
| H(21A) | 3304 | 4441 | 417   | 89    |
| H(21B) | 4636 | 4622 | 858   | 89    |
| H(21C) | 3939 | 5233 | 452   | 89    |
| H(11A) | 1774 | 5754 | -671  | 90    |
| H(11B) | 2557 | 5831 | -54   | 90    |
| H(11C) | 3331 | 6065 | -567  | 90    |
| H(13A) | 6406 | 7405 | -922  | 86    |
| H(13B) | 4861 | 7084 | -959  | 86    |
| H(13C) | 6002 | 6890 | -444  | 86    |
| H(13D) | 5082 | 8940 | -1065 | 102   |
| H(13E) | 4044 | 9207 | -648  | 102   |
| H(13F) | 3561 | 8592 | -1088 | 102   |
| H(11D) | 846  | 7031 | -1363 | 89    |
| H(11E) | 2389 | 7360 | -1261 | 89    |
| H(11F) | 1086 | 7827 | -1128 | 89    |
| H(11G) | -710 | 6650 | -410  | 83    |
| H(11H) | -482 | 7446 | -171  | 83    |
| H(11I) | -36  | 6772 | 218   | 83    |
| H(21D) | 1784 | 3853 | 1334  | 120   |
| H(21E) | 1630 | 4321 | 1872  | 120   |
| H(21F) | 3129 | 4024 | 1770  | 120   |
| H(21G) | 343  | 5023 | 611   | 99    |
| H(21H) | 917  | 5828 | 648   | 99    |
| H(21I) | 197  | 5499 | 1146  | 99    |
| H(13G) | 7391 | 8605 | -172  | 94    |
| H(13H) | 7143 | 8149 | 361   | 94    |
| H(13I) | 6465 | 8928 | 266   | 94    |
| H(32A) | 4529 | 8780 | 2296  | 129   |
| H(32B) | 3671 | 8045 | 2238  | 129   |
| H(32C) | 3526 | 8603 | 1737  | 129   |
| H(12A) | 37   | 8976 | 939   | 108   |
| H(12B) | 1114 | 8402 | 1237  | 108   |
| H(12C) | -26  | 8161 | 734   | 108   |
| H(33A) | 6604 | 8927 | 1743  | 121   |
| H(33B) | 5529 | 8782 | 1197  | 121   |
| H(33C) | 6899 | 8297 | 1328  | 121   |
| H(12D) | 228  | 9461 | -244  | 107   |

E. Anhang

|        |      |      |      |     |
|--------|------|------|------|-----|
| H(12E) | 184  | 8645 | -445 | 107 |
| H(12F) | 1423 | 9159 | -578 | 107 |
| H(22A) | 311  | 5740 | 2862 | 118 |
| H(22B) | 1588 | 5211 | 2805 | 118 |
| H(22C) | 444  | 5363 | 2282 | 118 |
| H(23A) | 7699 | 5637 | 2939 | 136 |
| H(23B) | 6536 | 6229 | 3007 | 136 |
| H(23C) | 7379 | 6254 | 2485 | 136 |
| H(12G) | 2352 | 9996 | 688  | 126 |
| H(12H) | 3585 | 9729 | 360  | 126 |
| H(12I) | 3545 | 9481 | 986  | 126 |
| H(23D) | 5564 | 4543 | 3112 | 156 |
| H(23E) | 4147 | 4457 | 2697 | 156 |
| H(23F) | 4340 | 5120 | 3116 | 156 |
| H(23G) | 7310 | 4496 | 2143 | 106 |
| H(23H) | 6889 | 4993 | 1613 | 106 |
| H(23I) | 5878 | 4356 | 1747 | 106 |
| H(22D) | 140  | 7199 | 2317 | 120 |
| H(22E) | 246  | 6829 | 1733 | 120 |
| H(22F) | 1300 | 7459 | 1950 | 120 |
| H(22G) | 2313 | 6923 | 3315 | 122 |
| H(22H) | 3560 | 7174 | 2988 | 122 |
| H(22I) | 3610 | 6402 | 3274 | 122 |

E.4.11  $\text{Hyp}_2\text{PbPh}_2$  (**3b**)Tab. E.4.11a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **3b** mit einem Molekül *n*-Pentan

|  |   |
|--|---|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{35}\text{H}_{76}\text{Si}_8\text{Pb}$  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 928,87 g/mol  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | orthorhombisch, Pnn2  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | $a = 13,9094(8)$ Å $\alpha = 90^\circ$<br>$b = 17,4082(9)$ Å $\beta = 90^\circ$<br>$c = 10,3548(6)$ Å $\gamma = 90^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 2507,3(2) Å <sup>3</sup>  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 1,230 Mg/m <sup>3</sup>  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 3,576 mm <sup>-1</sup>  |
| <b>F(000)</b>  | 960   |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,3 x 0,1 x 0,05 mm   |
| <b>Messbereich</b>   | $1,87^\circ \leq \theta \leq 28,21^\circ$   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | $-18 \leq h \leq 18$ ; $-22 \leq k \leq 22$ ; $-13 \leq l \leq 13$  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 14991 / 6052 [R(int) = 0,0347]  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 28,21^\circ</math></b> | 98,9 %  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an $F^2$  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 6052 / 1 / 210  |
| <b>Anpassungsgüte an <math>F^2</math> (GOF)</b>              | 0,929   |
| <b>Gütefaktoren [<math>I &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>         | R1 = 0,0255, wR2 = 0,0581   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0381, wR2 = 0,0613   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,242 e/Å <sup>3</sup> und -1,202 e/Å <sup>3</sup>  |

**Tab. E.4.11b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **3b**.

| Atom   | x/a     | y/b      | z/c       | U(eq)  |
|--------|---------|----------|-----------|--------|
| Pb(1)  | 0       | 0        | -2417(1)  | 25(1)  |
| Si(1)  | 1733(1) | 230(1)   | -1424(1)  | 32(1)  |
| Si(11) | 2529(1) | -968(1)  | -1364(1)  | 47(1)  |
| Si(12) | 2622(1) | 1036(1)  | -2822(1)  | 37(1)  |
| Si(13) | 1715(1) | 772(1)   | 656(1)    | 43(1)  |
| C(121) | 2444(3) | 2088(2)  | -2470(6)  | 45(1)  |
| C(32)  | -12(3)  | 1732(2)  | -3349(4)  | 32(1)  |
| C(35)  | -664(4) | 1520(3)  | -5839(4)  | 40(1)  |
| C(131) | 817(5)  | 1562(3)  | 773(5)    | 61(2)  |
| C(36)  | -566(3) | 901(2)   | -5020(4)  | 34(1)  |
| C(31)  | -227(3) | 990(2)   | -3767(4)  | 29(1)  |
| C(33)  | -119(3) | 2358(2)  | -4162(4)  | 40(1)  |
| C(122) | 3936(3) | 838(3)   | -2554(6)  | 53(1)  |
| C(132) | 1435(5) | 12(3)    | 1894(5)   | 64(2)  |
| C(34)  | -444(4) | 2250(3)  | -5421(5)  | 44(1)  |
| C(123) | 2346(3) | 852(3)   | -4569(4)  | 47(1)  |
| C(111) | 1786(4) | -1734(3) | -590(6)   | 67(2)  |
| C(133) | 2931(4) | 1173(4)  | 1063(5)   | 65(2)  |
| C(112) | 3653(4) | -859(3)  | -347(6)   | 67(2)  |
| C(113) | 2878(4) | -1286(3) | -3031(5)  | 63(2)  |
| C(011) | 0       | 5000     | -1194(13) | 137(7) |
| C(012) | 278(9)  | 4294(7)  | -1561(11) | 151(4) |
| C(013) | 560(11) | 3641(6)  | -1175(10) | 204(7) |

**Tab. E.4.11c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **3b**.

|               |            |                 |           |
|---------------|------------|-----------------|-----------|
| Pb(1)-C(31)   | 2,241(4)   | C(122)-H(12D)   | 0,9800    |
| Pb(1)-C(31)#1 | 2,241(4)   | C(122)-H(12E)   | 0,9800    |
| Pb(1)-Si(1)   | 2,6505(11) | C(122)-H(12F)   | 0,9800    |
| Pb(1)-Si(1)#1 | 2,6505(11) | C(132)-H(13D)   | 0,9800    |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3518(17) | C(132)-H(13E)   | 0,9800    |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3621(17) | C(132)-H(13F)   | 0,9800    |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3664(16) | C(34)-H(34A)    | 0,9500    |
| Si(11)-C(111) | 1,867(5)   | C(123)-H(12G)   | 0,9800    |
| Si(11)-C(113) | 1,876(6)   | C(123)-H(12H)   | 0,9800    |
| Si(11)-C(112) | 1,895(5)   | C(123)-H(12I)   | 0,9800    |
| Si(12)-C(123) | 1,877(4)   | C(111)-H(11A)   | 0,9800    |
| Si(12)-C(122) | 1,880(4)   | C(111)-H(11B)   | 0,9800    |
| Si(12)-C(121) | 1,884(4)   | C(111)-H(11C)   | 0,9800    |
| Si(13)-C(131) | 1,862(6)   | C(133)-H(13G)   | 0,9800    |
| Si(13)-C(133) | 1,877(5)   | C(133)-H(13H)   | 0,9800    |
| Si(13)-C(132) | 1,883(5)   | C(133)-H(13I)   | 0,9800    |
| C(121)-H(12A) | 0,9800     | C(112)-H(11D)   | 0,9800    |
| C(121)-H(12B) | 0,9800     | C(112)-H(11E)   | 0,9800    |
| C(121)-H(12C) | 0,9800     | C(112)-H(11F)   | 0,9800    |
| C(32)-C(33)   | 1,385(6)   | C(113)-H(11G)   | 0,9800    |
| C(32)-C(31)   | 1,395(6)   | C(113)-H(11H)   | 0,9800    |
| C(32)-H(32A)  | 0,9500     | C(113)-H(11I)   | 0,9800    |
| C(35)-C(34)   | 1,378(6)   | C(011)-C(012)#2 | 1,343(12) |
| C(35)-C(36)   | 1,378(6)   | C(011)-C(012)   | 1,343(12) |
| C(35)-H(35A)  | 0,9500     | C(011)-H(01A)   | 0,9900    |
| C(131)-H(13A) | 0,9800     | C(011)-H(01B)   | 0,9900    |



## E. Anhang

|               |          |               |           |
|---------------|----------|---------------|-----------|
| C(131)-H(13B) | 0,9800   | C(012)-C(013) | 1,268(14) |
| C(131)-H(13C) | 0,9800   | C(012)-H(01C) | 0,9900    |
| C(36)-C(31)   | 1,389(5) | C(012)-H(01D) | 0,9900    |
| C(36)-H(36A)  | 0,9500   | C(013)-H(01E) | 0,9800    |
| C(33)-C(34)   | 1,392(6) | C(013)-H(01F) | 0,9800    |
| C(33)-H(33A)  | 0,9500   | C(013)-H(01G) | 0,9800    |

Tab. E.4.11d Bindungswinkel [°] von Verbindung **3b**.

|                       |            |                        |           |
|-----------------------|------------|------------------------|-----------|
| C(31)-Pb(1)-C(31)#1   | 102,8(2)   | C(35)-C(34)-H(34A)     | 120,3     |
| C(31)-Pb(1)-Si(1)     | 104,73(10) | C(33)-C(34)-H(34A)     | 120,3     |
| C(31)#1-Pb(1)-Si(1)   | 103,28(10) | Si(12)-C(123)-H(12G)   | 109,5     |
| C(31)-Pb(1)-Si(1)#1   | 103,28(10) | Si(12)-C(123)-H(12H)   | 109,5     |
| C(31)#1-Pb(1)-Si(1)#1 | 104,73(10) | H(12G)-C(123)-H(12H)   | 109,5     |
| Si(1)-Pb(1)-Si(1)#1   | 134,35(5)  | Si(12)-C(123)-H(12I)   | 109,5     |
| Si(13)-Si(1)-Si(11)   | 109,58(7)  | H(12G)-C(123)-H(12I)   | 109,5     |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)   | 109,13(6)  | H(12H)-C(123)-H(12I)   | 109,5     |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)   | 107,13(6)  | Si(11)-C(111)-H(11A)   | 109,5     |
| Si(13)-Si(1)-Pb(1)    | 113,99(6)  | Si(11)-C(111)-H(11B)   | 109,5     |
| Si(11)-Si(1)-Pb(1)    | 107,67(5)  | H(11A)-C(111)-H(11B)   | 109,5     |
| Si(12)-Si(1)-Pb(1)    | 109,12(5)  | Si(11)-C(111)-H(11C)   | 109,5     |
| C(111)-Si(11)-C(113)  | 109,1(3)   | H(11A)-C(111)-H(11C)   | 109,5     |
| C(111)-Si(11)-C(112)  | 106,8(3)   | H(11B)-C(111)-H(11C)   | 109,5     |
| C(113)-Si(11)-C(112)  | 109,1(3)   | Si(13)-C(133)-H(13G)   | 109,5     |
| C(111)-Si(11)-Si(1)   | 112,43(18) | Si(13)-C(133)-H(13H)   | 109,5     |
| C(113)-Si(11)-Si(1)   | 110,97(18) | H(13G)-C(133)-H(13H)   | 109,5     |
| C(112)-Si(11)-Si(1)   | 108,24(19) | Si(13)-C(133)-H(13I)   | 109,5     |
| C(123)-Si(12)-C(122)  | 108,1(2)   | H(13G)-C(133)-H(13I)   | 109,5     |
| C(123)-Si(12)-C(121)  | 109,0(2)   | H(13H)-C(133)-H(13I)   | 109,5     |
| C(122)-Si(12)-C(121)  | 106,1(2)   | Si(11)-C(112)-H(11D)   | 109,5     |
| C(123)-Si(12)-Si(1)   | 112,39(15) | Si(11)-C(112)-H(11E)   | 109,5     |
| C(122)-Si(12)-Si(1)   | 108,00(17) | H(11D)-C(112)-H(11E)   | 109,5     |
| C(121)-Si(12)-Si(1)   | 112,93(17) | Si(11)-C(112)-H(11F)   | 109,5     |
| C(131)-Si(13)-C(133)  | 108,4(3)   | H(11D)-C(112)-H(11F)   | 109,5     |
| C(131)-Si(13)-C(132)  | 109,6(3)   | H(11E)-C(112)-H(11F)   | 109,5     |
| C(133)-Si(13)-C(132)  | 107,2(3)   | Si(11)-C(113)-H(11G)   | 109,5     |
| C(131)-Si(13)-Si(1)   | 111,25(19) | Si(11)-C(113)-H(11H)   | 109,5     |
| C(133)-Si(13)-Si(1)   | 110,22(19) | H(11G)-C(113)-H(11H)   | 109,5     |
| C(132)-Si(13)-Si(1)   | 110,09(17) | Si(11)-C(113)-H(11I)   | 109,5     |
| Si(12)-C(121)-H(12A)  | 109,5      | H(11G)-C(113)-H(11I)   | 109,5     |
| Si(12)-C(121)-H(12B)  | 109,5      | H(11H)-C(113)-H(11I)   | 109,5     |
| H(12A)-C(121)-H(12B)  | 109,5      | C(012)#2-C(011)-C(012) | 147,2(16) |
| Si(12)-C(121)-H(12C)  | 109,5      | C(012)#2-C(011)-H(01A) | 100,0     |
| H(12A)-C(121)-H(12C)  | 109,5      | C(012)-C(011)-H(01A)   | 100,0     |
| H(12B)-C(121)-H(12C)  | 109,5      | C(012)#2-C(011)-H(01B) | 100,0     |
| C(33)-C(32)-C(31)     | 121,1(4)   | C(012)-C(011)-H(01B)   | 100,0     |
| C(33)-C(32)-H(32A)    | 119,4      | H(01A)-C(011)-H(01B)   | 104,2     |
| C(31)-C(32)-H(32A)    | 119,4      | C(013)-C(012)-C(011)   | 145,2(13) |
| C(34)-C(35)-C(36)     | 120,4(4)   | C(013)-C(012)-H(01C)   | 100,6     |
| C(34)-C(35)-H(35A)    | 119,8      | C(011)-C(012)-H(01C)   | 100,6     |
| C(36)-C(35)-H(35A)    | 119,8      | C(013)-C(012)-H(01D)   | 100,6     |
| Si(13)-C(131)-H(13A)  | 109,5      | C(011)-C(012)-H(01D)   | 100,6     |
| Si(13)-C(131)-H(13B)  | 109,5      | H(01C)-C(012)-H(01D)   | 104,3     |
| H(13A)-C(131)-H(13B)  | 109,5      | C(012)-C(013)-H(01E)   | 109,5     |
| Si(13)-C(131)-H(13C)  | 109,5      | C(012)-C(013)-H(01F)   | 109,5     |
| H(13A)-C(131)-H(13C)  | 109,5      | H(01E)-C(013)-H(01F)   | 109,5     |
| H(13B)-C(131)-H(13C)  | 109,5      | C(012)-C(013)-H(01G)   | 109,5     |
| C(35)-C(36)-C(31)     | 121,4(4)   | H(01E)-C(013)-H(01G)   | 109,5     |

## E. Anhang

|                      |          |                      |          |
|----------------------|----------|----------------------|----------|
| C(35)-C(36)-H(36A)   | 119,3    | H(01F)-C(013)-H(01G) | 109,5    |
| C(31)-C(36)-H(36A)   | 119,3    | Si(12)-C(122)-H(12F) | 109,5    |
| C(36)-C(31)-C(32)    | 117,8(4) | H(12D)-C(122)-H(12F) | 109,5    |
| C(36)-C(31)-Pb(1)    | 123,0(3) | H(12E)-C(122)-H(12F) | 109,5    |
| C(32)-C(31)-Pb(1)    | 119,2(3) | Si(13)-C(132)-H(13D) | 109,5    |
| C(32)-C(33)-C(34)    | 119,9(4) | Si(13)-C(132)-H(13E) | 109,5    |
| C(32)-C(33)-H(33A)   | 120,1    | H(13D)-C(132)-H(13E) | 109,5    |
| C(34)-C(33)-H(33A)   | 120,1    | Si(13)-C(132)-H(13F) | 109,5    |
| Si(12)-C(122)-H(12D) | 109,5    | H(13D)-C(132)-H(13F) | 109,5    |
| Si(12)-C(122)-H(12E) | 109,5    | H(13E)-C(132)-H(13F) | 109,5    |
| H(12D)-C(122)-H(12E) | 109,5    | C(35)-C(34)-C(33)    | 119,4(4) |

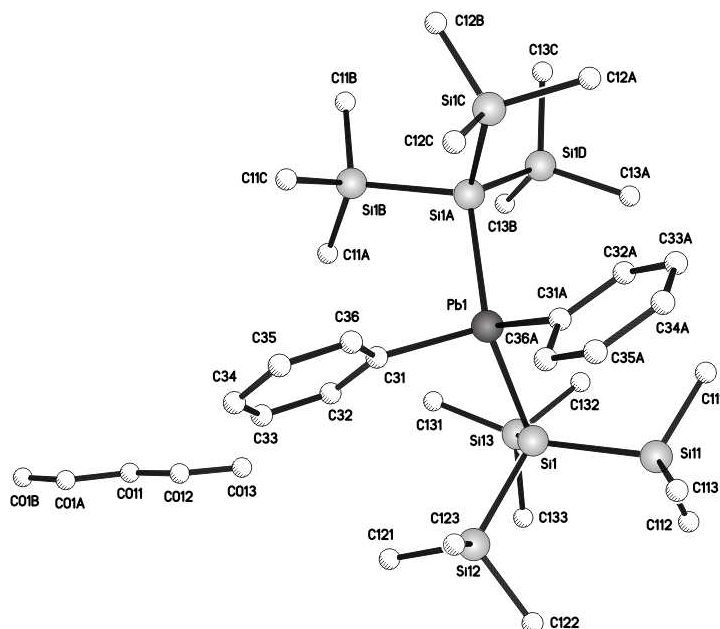
Tab. E.4.11e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **3b**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Pb(1)  | 29(1)    | 24(1)    | 23(1)    | 0        | 0        | -1(1)    |
| Si(1)  | 31(1)    | 36(1)    | 29(1)    | 5(1)     | -3(1)    | -2(1)    |
| Si(11) | 44(1)    | 44(1)    | 54(1)    | 11(1)    | -8(1)    | 11(1)    |
| Si(12) | 33(1)    | 44(1)    | 33(1)    | 4(1)     | 1(1)     | -6(1)    |
| Si(13) | 51(1)    | 52(1)    | 27(1)    | 4(1)     | -4(1)    | -18(1)   |
| C(121) | 46(2)    | 42(2)    | 47(2)    | 13(3)    | -6(3)    | -11(2)   |
| C(32)  | 34(2)    | 32(2)    | 31(2)    | -1(2)    | -5(2)    | -1(2)    |
| C(35)  | 51(3)    | 39(2)    | 31(2)    | 2(2)     | -6(2)    | 6(2)     |
| C(131) | 74(4)    | 61(3)    | 47(3)    | -8(3)    | 8(3)     | -11(3)   |
| C(36)  | 38(2)    | 29(2)    | 34(2)    | -3(2)    | -4(2)    | -1(2)    |
| C(31)  | 30(2)    | 28(2)    | 29(2)    | 2(2)     | 1(1)     | 2(1)     |
| C(33)  | 46(3)    | 27(2)    | 46(2)    | 2(2)     | -5(2)    | 1(2)     |
| C(122) | 31(2)    | 68(3)    | 60(3)    | -1(3)    | -3(3)    | -4(2)    |
| C(132) | 82(4)    | 74(4)    | 34(2)    | 10(2)    | -1(2)    | -27(3)   |
| C(34)  | 52(3)    | 38(2)    | 42(2)    | 12(2)    | -6(2)    | 5(2)     |
| C(123) | 45(3)    | 62(3)    | 34(2)    | 5(2)     | 0(2)     | -5(2)    |
| C(111) | 67(3)    | 50(3)    | 83(4)    | 26(3)    | -10(3)   | 7(3)     |
| C(133) | 63(3)    | 88(4)    | 45(3)    | 0(3)     | -12(2)   | -34(3)   |
| C(112) | 49(3)    | 75(4)    | 76(4)    | 10(3)    | -15(3)   | 17(3)    |
| C(113) | 63(3)    | 53(3)    | 74(4)    | 5(3)     | -2(3)    | 12(3)    |
| C(011) | 260(20)  | 79(8)    | 70(7)    | 0        | 0        | 24(9)    |
| C(012) | 219(12)  | 124(9)   | 109(8)   | -22(8)   | 31(8)    | 28(9)    |
| C(013) | 410(20)  | 97(7)    | 105(8)   | -48(6)   | -99(11)  | 90(11)   |

Tab. E.4.11f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **3b**.

| Atom   | x/a  | y/b  | z/c   | U(eq) |
|--------|------|------|-------|-------|
| H(12A) | 2953 | 2386 | -2891 | 67    |
| H(12B) | 2469 | 2173 | -1536 | 67    |
| H(12C) | 1817 | 2253 | -2802 | 67    |
| H(32A) | 212  | 1809 | -2493 | 39    |
| H(35A) | -884 | 1442 | -6698 | 48    |
| H(13A) | 784  | 1744 | 1667  | 91    |
| H(13B) | 185  | 1371 | 506   | 91    |
| H(13C) | 1011 | 1985 | 207   | 91    |
| H(36A) | -733 | 402  | -5318 | 41    |

|        |      |       |       |     |
|--------|------|-------|-------|-----|
| H(33A) | 29   | 2860  | -3862 | 48  |
| H(12D) | 4320 | 1181  | -3099 | 79  |
| H(12E) | 4077 | 303   | -2779 | 79  |
| H(12F) | 4096 | 927   | -1645 | 79  |
| H(13D) | 1344 | 253   | 2740  | 95  |
| H(13E) | 1969 | -355  | 1940  | 95  |
| H(13F) | 846  | -260  | 1646  | 95  |
| H(34A) | -515 | 2677  | -5986 | 53  |
| H(12G) | 2793 | 1143  | -5112 | 71  |
| H(12H) | 1685 | 1013  | -4757 | 71  |
| H(12I) | 2414 | 302   | -4752 | 71  |
| H(11A) | 2130 | -2224 | -632  | 100 |
| H(11B) | 1172 | -1779 | -1047 | 100 |
| H(11C) | 1667 | -1599 | 315   | 100 |
| H(13G) | 2930 | 1358  | 1957  | 98  |
| H(13H) | 3079 | 1600  | 479   | 98  |
| H(13I) | 3418 | 770   | 966   | 98  |
| H(11D) | 4050 | -1322 | -431  | 100 |
| H(11E) | 3472 | -788  | 560   | 100 |
| H(11F) | 4018 | -411  | -644  | 100 |
| H(11G) | 3274 | -1751 | -2974 | 95  |
| H(11H) | 3244 | -878  | -3457 | 95  |
| H(11I) | 2297 | -1397 | -3533 | 95  |
| H(01A) | -536 | 4865  | -607  | 165 |
| H(01B) | 536  | 5135  | -607  | 165 |
| H(01C) | -271 | 4144  | -2114 | 181 |
| H(01D) | 796  | 4424  | -2179 | 181 |
| H(01E) | 1059 | 3707  | -516  | 305 |
| H(01F) | 822  | 3351  | -1906 | 305 |
| H(01G) | 16   | 3359  | -803  | 305 |



**Abb. E.8:** Molekülstruktur von Verbindung **3b** mit kokristallisiertem *n*-Pentan. Die Atome C31A – C36A, Si1A – Si1D und deren Kohlenstoffatome wurden mit der Symmetrieeoperation  $(-x; -y; z)$ , die Atome C01A und C01B mit  $(-x, -y+1; z)$  erzeugt.

E.4.12  $\text{Ph}_4\text{Pb}_2[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2\text{Si}^i\text{Pr}_3]_2$  (4)Tab. E.4.12a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 4 mit einem Molekül *n*-Pentan

|  |  |   |
|--|--|---|
| <b>Summenformel</b>  | $\text{C}_{59}\text{H}_{110}\text{Si}_8\text{Pb}_2$                |   |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1458,61 g/mol  |   |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K   |   |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å  |   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | triklin, $P\bar{1}$  |   |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | $a = 11,191(11)$ Å<br>$b = 11,284(11)$ Å<br>$c = 16,222(18)$ Å     | $\alpha = 102,56(3)^\circ$<br>$\beta = 92,73(3)^\circ$<br>$\gamma = 98,724(18)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 1969(3) Å <sup>3</sup>   |   |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 2,723 Mg/m <sup>3</sup>   |   |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 12,797 mm <sup>-1</sup>  |   |
| <b>F(000)</b>  | 1464   |   |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,1 x 0,1 x 0,05 mm  |   |
| <b>Messbereich</b>   | $2,34^\circ \leq \theta \leq 25,00^\circ$                          |   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | $-13 \leq h \leq 13$ ; $-13 \leq k \leq 13$ ; $-19 \leq l \leq 19$ |   |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 32302 / 6825 [R(int) = 0,0481]                                     |   |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 25,00^\circ</math></b> | 98,3 %   |   |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an $F^2$                 |   |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 6825 / 0 / 309   |   |
| <b>Anpassungsgüte an <math>F^2</math> (GOF)</b>              | 2,258  |   |
| <b>Gütefaktoren [<math>I &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>         | R1 = 0,0551, wR2 = 0,1249  |   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0647, wR2 = 0,1268  |   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 7,468 e/Å <sup>3</sup> und -1,070 e/Å <sup>3</sup>                 |   |

**Tab. E.4.12b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **4** mit *n*-Pentan.

| Atom   | x/a       | y/b       | z/c      | U(eq)   |
|--------|-----------|-----------|----------|---------|
| Pb(1)  | 1171(1)   | 133(1)    | 515(1)   | 30(1)   |
| Si(1)  | 1493(2)   | 385(2)    | 2222(1)  | 31(1)   |
| Si(11) | 1125(2)   | -1731(2)  | 2332(2)  | 39(1)   |
| Si(12) | 295(2)    | 1666(2)   | 3126(2)  | 36(1)   |
| Si(13) | 3635(2)   | 1058(2)   | 2509(2)  | 45(1)   |
| C(111) | -435(10)  | -2528(8)  | 1816(7)  | 59(3)   |
| C(124) | 1074(11)  | 3956(8)   | 2657(7)  | 63(3)   |
| C(121) | -70(10)   | 2970(9)   | 2613(6)  | 53(3)   |
| C(122) | 1223(8)   | 2316(7)   | 4192(5)  | 41(2)   |
| C(131) | 4112(10)  | 2777(9)   | 2691(8)  | 68(3)   |
| C(128) | -1937(10) | 1033(10)  | 3982(7)  | 64(3)   |
| C(126) | 1400(10)  | 1305(9)   | 4680(6)  | 52(3)   |
| C(132) | 4476(8)   | 354(10)   | 1581(7)  | 61(3)   |
| C(123) | -1145(8)  | 573(8)    | 3235(6)  | 43(2)   |
| C(133) | 4204(10)  | 548(11)   | 3485(7)  | 65(3)   |
| C(129) | -1942(9)  | 167(10)   | 2395(7)  | 61(3)   |
| C(112) | 2342(10)  | -2605(9)  | 1832(6)  | 55(3)   |
| C(127) | 728(11)   | 3376(8)   | 4809(6)  | 59(3)   |
| C(113) | 1152(11)  | -1913(8)  | 3478(6)  | 58(3)   |
| C(125) | -1144(11) | 3585(10)  | 2974(8)  | 73(3)   |
| C(011) | 2446(8)   | 1668(7)   | 145(6)   | 37(2)   |
| C(012) | 3209(8)   | 1440(7)   | -489(5)  | 36(2)   |
| C(013) | 3925(9)   | 2395(9)   | -745(7)  | 52(2)   |
| C(014) | 3884(8)   | 3604(8)   | -365(7)  | 50(2)   |
| C(015) | 3168(10)  | 3882(8)   | 290(7)   | 56(3)   |
| C(016) | 2452(8)   | 2923(8)   | 557(6)   | 46(2)   |
| C(31)  | 1783(9)   | -1666(7)  | -147(5)  | 38(2)   |
| C(32)  | 883(9)    | -2714(8)  | -307(5)  | 43(2)   |
| C(33)  | 1147(9)   | -3820(8)  | -641(6)  | 46(2)   |
| C(34)  | 2364(12)  | -3961(9)  | -879(6)  | 61(3)   |
| C(35)  | 3225(10)  | -2944(10) | -743(6)  | 58(3)   |
| C(36)  | 2959(9)   | -1779(8)  | -350(6)  | 45(2)   |
| C(04A) | -3494(18) | 3838(17)  | 5091(12) | 136(6)  |
| C(04B) | -4100(40) | 3360(30)  | 5860(30) | 276(18) |
| C(04C) | -5100(30) | 3490(30)  | 6040(20) | 210(12) |
| C(04D) | -5570(30) | 3080(30)  | 6800(20) | 205(11) |
| C(04E) | -6510(20) | 3690(20)  | 7086(17) | 187(10) |

**Tab. E.4.12c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **4**.

|               |           |               |           |
|---------------|-----------|---------------|-----------|
| Pb(1)-C(011)  | 2,277(8)  | C(122)-C(127) | 1,573(12) |
| Pb(1)-C(31)   | 2,300(8)  | C(128)-C(123) | 1,579(14) |
| Pb(1)-Si(1)   | 2,723(4)  | C(123)-C(129) | 1,531(14) |
| Pb(1)-Pb(1)#1 | 2,976(3)  | C(011)-C(012) | 1,374(12) |
| Si(1)-Si(13)  | 2,393(4)  | C(011)-C(016) | 1,428(12) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,407(4)  | C(012)-C(013) | 1,394(12) |
| Si(1)-Si(12)  | 2,428(3)  | C(013)-C(014) | 1,378(14) |
| Si(11)-C(111) | 1,900(10) | C(014)-C(015) | 1,371(14) |
| Si(11)-C(113) | 1,914(10) | C(015)-C(016) | 1,406(13) |
| Si(11)-C(112) | 1,911(9)  | C(31)-C(36)   | 1,389(13) |
| Si(12)-C(122) | 1,912(9)  | C(31)-C(32)   | 1,399(12) |
| Si(12)-C(123) | 1,916(9)  | C(32)-C(33)   | 1,331(12) |

## E. Anhang

|               |           |               |           |
|---------------|-----------|---------------|-----------|
| Si(12)-C(121) | 1,925(9)  | C(33)-C(34)   | 1,455(15) |
| Si(13)-C(131) | 1,886(10) | C(34)-C(35)   | 1,352(15) |
| Si(13)-C(132) | 1,905(11) | C(35)-C(36)   | 1,413(13) |
| Si(13)-C(133) | 1,912(11) | C(04A)-C(04B) | 1,61(4)   |
| C(124)-C(121) | 1,551(15) | C(04B)-C(04C) | 1,18(4)   |
| C(121)-C(125) | 1,554(14) | C(04C)-C(04D) | 1,51(3)   |
| C(122)-C(126) | 1,553(13) | C(04D)-C(04E) | 1,39(3)   |

Tab. E.4.12d Bindungswinkel [°] von Verbindung 4.

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(011)-Pb(1)-C(31)   | 105,5(3)   | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 109,9(4)  |
| C(011)-Pb(1)-Si(1)   | 108,8(2)   | C(124)-C(121)-C(125) | 110,5(8)  |
| C(31)-Pb(1)-Si(1)    | 108,7(2)   | C(124)-C(121)-Si(12) | 111,0(7)  |
| C(011)-Pb(1)-Pb(1)#1 | 106,1(2)   | C(125)-C(121)-Si(12) | 114,4(7)  |
| C(31)-Pb(1)-Pb(1)#1  | 98,9(2)    | C(126)-C(122)-C(127) | 108,2(7)  |
| Si(1)-Pb(1)-Pb(1)#1  | 126,84(6)  | C(126)-C(122)-Si(12) | 112,6(6)  |
| Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 106,16(13) | C(127)-C(122)-Si(12) | 115,5(7)  |
| Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 113,68(13) | C(129)-C(123)-C(128) | 109,9(8)  |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 113,05(13) | C(129)-C(123)-Si(12) | 110,7(6)  |
| Si(13)-Si(1)-Pb(1)   | 102,48(10) | C(128)-C(123)-Si(12) | 117,0(7)  |
| Si(11)-Si(1)-Pb(1)   | 101,38(10) | C(012)-C(011)-C(016) | 117,4(7)  |
| Si(12)-Si(1)-Pb(1)   | 118,54(11) | C(012)-C(011)-Pb(1)  | 122,2(6)  |
| C(111)-Si(11)-C(113) | 105,8(5)   | C(016)-C(011)-Pb(1)  | 120,3(6)  |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 109,9(5)   | C(013)-C(012)-C(011) | 121,5(8)  |
| C(113)-Si(11)-C(112) | 105,5(4)   | C(014)-C(013)-C(012) | 120,4(9)  |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 110,9(3)   | C(013)-C(014)-C(015) | 120,4(8)  |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 113,2(3)   | C(014)-C(015)-C(016) | 119,4(9)  |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 111,3(3)   | C(015)-C(016)-C(011) | 120,7(9)  |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 111,4(4)   | C(36)-C(31)-C(32)    | 119,7(8)  |
| C(122)-Si(12)-C(121) | 111,0(4)   | C(36)-C(31)-Pb(1)    | 125,1(6)  |
| C(123)-Si(12)-C(121) | 111,7(5)   | C(32)-C(31)-Pb(1)    | 115,1(6)  |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 107,4(3)   | C(33)-C(32)-C(31)    | 120,6(9)  |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 105,0(3)   | C(32)-C(33)-C(34)    | 120,9(9)  |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 110,2(3)   | C(35)-C(34)-C(33)    | 118,5(9)  |
| C(131)-Si(13)-C(132) | 105,9(5)   | C(34)-C(35)-C(36)    | 120,6(10) |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 108,3(5)   | C(31)-C(36)-C(35)    | 119,7(9)  |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 107,7(5)   | C(04C)-C(04B)-C(04A) | 123(4)    |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 114,0(4)   | C(04B)-C(04C)-C(04D) | 119(4)    |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,8(3)   | C(04E)-C(04D)-C(04C) | 110(3)    |

Tab. E.4.12e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 4.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $\bullet U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|------------------|
| Pb(1)  | 36(1)    | 24(1)    | 32(1)    | 6(1)     | 8(1)     | 6(1)             |
| Si(1)  | 34(1)    | 30(1)    | 25(1)    | 4(1)     | 5(1)     | 1(1)             |
| Si(11) | 52(2)    | 31(1)    | 35(1)    | 9(1)     | 10(1)    | 9(1)             |
| Si(12) | 41(1)    | 33(1)    | 34(1)    | 6(1)     | 5(1)     | 11(1)            |
| Si(13) | 33(1)    | 51(2)    | 47(2)    | 5(1)     | 5(1)     | 3(1)             |
| C(111) | 71(7)    | 34(5)    | 61(7)    | 4(4)     | 5(6)     | -12(5)           |
| C(124) | 105(9)   | 37(5)    | 52(7)    | 17(5)    | 10(6)    | 13(5)            |
| C(121) | 77(8)    | 50(6)    | 44(6)    | 18(4)    | 9(5)     | 34(5)            |
| C(122) | 49(6)    | 34(5)    | 36(5)    | 4(4)     | 7(4)     | 5(4)             |
| C(131) | 49(6)    | 59(7)    | 81(9)    | 3(6)     | -3(6)    | -18(5)           |

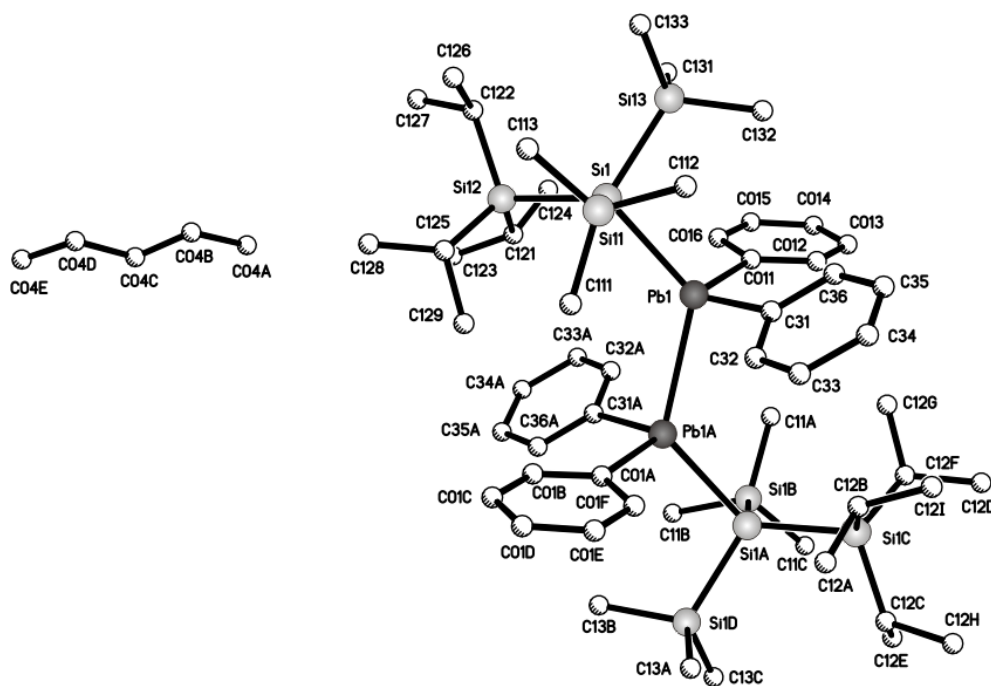
## E. Anhang

|        |         |       |       |       |       |       |
|--------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|
| C(128) | 48(7)   | 80(8) | 67(8) | 20(6) | 15(6) | 20(5) |
| C(126) | 61(7)   | 56(6) | 39(6) | 2(4)  | 0(5)  | 18(5) |
| C(132) | 20(5)   | 75(7) | 84(9) | 11(6) | 5(5)  | 1(4)  |
| C(123) | 51(6)   | 45(5) | 38(6) | 13(4) | 13(5) | 13(4) |
| C(133) | 46(6)   | 91(8) | 56(7) | 20(6) | -7(5) | 6(6)  |
| C(129) | 41(6)   | 73(7) | 62(8) | 4(5)  | -4(5) | 8(5)  |
| C(112) | 82(8)   | 49(6) | 44(6) | 13(4) | 23(6) | 34(5) |
| C(127) | 88(8)   | 45(6) | 45(6) | 3(4)  | 5(6)  | 22(5) |
| C(113) | 96(8)   | 37(5) | 51(6) | 19(4) | 21(6) | 23(5) |
| C(125) | 92(9)   | 71(7) | 72(8) | 24(6) | 21(7) | 49(7) |
| C(011) | 39(5)   | 25(4) | 46(6) | 12(4) | 1(4)  | 0(3)  |
| C(012) | 45(5)   | 31(4) | 33(5) | 8(3)  | 9(4)  | 5(4)  |
| C(013) | 44(6)   | 58(6) | 54(7) | 20(5) | 6(5)  | 3(5)  |
| C(014) | 43(6)   | 42(5) | 68(7) | 26(5) | 11(5) | 2(4)  |
| C(015) | 65(7)   | 29(5) | 74(8) | 20(5) | -1(6) | -1(4) |
| C(016) | 45(6)   | 50(5) | 43(6) | 11(4) | 8(5)  | 6(4)  |
| C(31)  | 58(6)   | 23(4) | 34(5) | 1(3)  | 7(4)  | 17(4) |
| C(32)  | 49(6)   | 44(5) | 33(5) | 6(4)  | -3(4) | 5(4)  |
| C(33)  | 49(6)   | 46(5) | 40(6) | 10(4) | -7(5) | 1(4)  |
| C(34)  | 106(10) | 33(5) | 47(6) | 5(4)  | 4(6)  | 25(6) |
| C(35)  | 60(7)   | 72(7) | 44(6) | 2(5)  | 13(5) | 32(6) |
| C(36)  | 54(6)   | 47(5) | 42(6) | 14(4) | 13(5) | 22(4) |

**Tab. E.4.12f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 4

| Atom   | x/a   | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|-------|------|-------|
| H(11A) | -562  | -3370 | 1866 | 88    |
| H(11B) | -487  | -2503 | 1228 | 88    |
| H(11C) | -1045 | -2115 | 2094 | 88    |
| H(12A) | 884   | 4569  | 2367 | 95    |
| H(12B) | 1710  | 3571  | 2392 | 95    |
| H(12C) | 1338  | 4338  | 3239 | 95    |
| H(12S) | -306  | 2602  | 2011 | 64    |
| H(12T) | 2032  | 2667  | 4069 | 49    |
| H(13A) | 4977  | 2982  | 2810 | 103   |
| H(13B) | 3725  | 3181  | 3163 | 103   |
| H(13C) | 3877  | 3043  | 2193 | 103   |
| H(12D) | -2586 | 383   | 4007 | 95    |
| H(12E) | -2268 | 1731  | 3884 | 95    |
| H(12F) | -1438 | 1263  | 4508 | 95    |
| H(12G) | 1846  | 1678  | 5217 | 79    |
| H(12H) | 1842  | 727   | 4354 | 79    |
| H(12I) | 622   | 883   | 4768 | 79    |
| H(13D) | 5333  | 631   | 1710 | 92    |
| H(13E) | 4214  | 604   | 1082 | 92    |
| H(13F) | 4306  | -527  | 1483 | 92    |
| H(12U) | -878  | -170  | 3343 | 52    |
| H(13G) | 5063  | 826   | 3598 | 97    |
| H(13H) | 4038  | -334  | 3382 | 97    |
| H(13I) | 3798  | 896   | 3965 | 97    |
| H(12J) | -2670 | -358  | 2467 | 91    |
| H(12K) | -1507 | -273  | 1968 | 91    |
| H(12L) | -2149 | 879   | 2225 | 91    |
| H(11D) | 2175  | -3443 | 1888 | 82    |
| H(11E) | 3123  | -2222 | 2114 | 82    |
| H(11F) | 2338  | -2591 | 1242 | 82    |

|        |       |       |       |     |
|--------|-------|-------|-------|-----|
| H(12M) | 1250  | 3642  | 5325  | 89  |
| H(12N) | -76   | 3076  | 4935  | 89  |
| H(12O) | 709   | 4056  | 4545  | 89  |
| H(11G) | 1013  | -2772 | 3482  | 87  |
| H(11H) | 529   | -1524 | 3758  | 87  |
| H(11I) | 1929  | -1534 | 3770  | 87  |
| H(12P) | -1302 | 4188  | 2664  | 109 |
| H(12Q) | -940  | 3979  | 3561  | 109 |
| H(12R) | -1855 | 2969  | 2919  | 109 |
| H(01C) | 3248  | 629   | -753  | 44  |
| H(01A) | 4434  | 2216  | -1175 | 62  |
| H(01E) | 4345  | 4235  | -553  | 59  |
| H(01B) | 3156  | 4699  | 554   | 67  |
| H(01D) | 1977  | 3109  | 1007  | 55  |
| H(32)  | 94    | -2636 | -179  | 51  |
| H(33)  | 547   | -4511 | -724  | 55  |
| H(34)  | 2545  | -4733 | -1119 | 74  |
| H(35)  | 4000  | -3012 | -908  | 70  |
| H(36)  | 3567  | -1091 | -229  | 54  |
| H(04A) | -2697 | 3625  | 5049  | 203 |
| H(04B) | -3437 | 4716  | 5193  | 203 |
| H(04C) | -3984 | 3459  | 4571  | 203 |
| H(04D) | -4084 | 2481  | 5754  | 331 |
| H(04E) | -3567 | 3738  | 6367  | 331 |
| H(04F) | -5651 | 3051  | 5549  | 253 |
| H(04G) | -5143 | 4355  | 6111  | 253 |
| H(04D) | -5847 | 2198  | 6660  | 246 |
| H(04E) | -4914 | 3258  | 7252  | 246 |
| H(04F) | -6899 | 3316  | 7506  | 281 |
| H(04G) | -7095 | 3625  | 6617  | 281 |
| H(04H) | -6202 | 4538  | 7331  | 281 |



**Abb. E.9:** Molekülstruktur von Verbindung **4** mit kokristallisiertem *n*-Pentan. Die Atome mit Buchstaben als Endziffer wurden mit der Symmetrieoperation (-x; -y; -z) erzeugt.



E.4.13  $(C_5Me_5)_2CoBr$  (**5a**)Tab. E.4.13a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5a** mit zwei Moleküle Acetonitril.

|  |   |                             |
|--|---|-----------------------------|
| <b>Summenformel</b>  | $C_{24}H_{36}CoBrN_2$                                       |                             |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 491,40 g/mol  |                             |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2)  |                             |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |                             |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | monoklin, $P2_1/n$  |                             |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | $a = 7,2786(3)$ Å   | $\alpha = 90^\circ$         |
|  | $b = 21,5616(10)$ Å   | $\beta = 99,2310(10)^\circ$ |
|  | $c = 15,6753(6)$ Å  | $\gamma = 90^\circ$         |
| <b>Volumen</b>   | 2428,20(18) Å <sup>3</sup>                                  |                             |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 4; 1,185 Mg/m <sup>3</sup>                                  |                             |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 2,353 mm <sup>-1</sup>                                      |                             |
| <b>F(000)</b>  | 916   |                             |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,15 x 0,15 x 0,15 mm                                       |                             |
| <b>Messbereich</b>   | $2,30^\circ \leq \theta \leq 30,05^\circ$                   |                             |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | $-10 \leq h \leq 8; -30 \leq k \leq 30; -15 \leq l \leq 22$ |                             |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 17932 / 7052 [R(int) = 0,0324]                              |                             |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 30,05^\circ</math></b> | 99,2 %  |                             |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an $F^2$          |                             |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 7052 / 0 / 278  |                             |
| <b>Anpassungsgüte an <math>F^2</math> (GOF)</b>              | 0,744   |                             |
| <b>Gütefaktoren [<math> I  &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>       | R1 = 0,0274, wR2 = 0,0538                                   |                             |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0494, wR2 = 0,0575                                   |                             |
| <b>Extinktionskoeffizient</b>                                | 0,00032(15)   |                             |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 0,339 e/Å <sup>3</sup> und -0,349 e/Å <sup>3</sup>          |                             |

**Tab. E.4.13b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **5a** mit zwei Moleküle Acetonitril.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Co(1)  | 1895(1)  | 1695(1)  | 1510(1) | 15(1) |
| Br(1)  | 1981(1)  | -929(1)  | 1746(1) | 34(1) |
| C(3)   | 3959(3)  | -859(1)  | 4917(1) | 38(1) |
| C(4)   | 7499(3)  | -602(1)  | 3162(2) | 46(1) |
| N(4)   | 7687(3)  | -463(1)  | 3870(2) | 74(1) |
| N(3)   | 4762(3)  | -1188(1) | 5403(1) | 54(1) |
| C(11)  | 3604(2)  | 1213(1)  | 826(1)  | 19(1) |
| C(15)  | 4444(2)  | 1268(1)  | 1716(1) | 19(1) |
| C(14)  | 4635(2)  | 1914(1)  | 1918(1) | 19(1) |
| C(12)  | 3279(2)  | 1825(1)  | 485(1)  | 20(1) |
| C(13)  | 3921(2)  | 2258(1)  | 1159(1) | 19(1) |
| C(23)  | -581(2)  | 1221(1)  | 1374(1) | 18(1) |
| C(24)  | 264(2)   | 1247(1)  | 2268(1) | 19(1) |
| C(22)  | -882(2)  | 1844(1)  | 1072(1) | 18(1) |
| C(25)  | 479(2)   | 1887(1)  | 2509(1) | 19(1) |
| C(21)  | -220(2)  | 2255(1)  | 1771(1) | 20(1) |
| C(151) | 5082(2)  | 745(1)   | 2321(1) | 27(1) |
| C(121) | 2490(2)  | 1978(1)  | -432(1) | 28(1) |
| C(141) | 5512(2)  | 2187(1)  | 2768(1) | 27(1) |
| C(111) | 3220(2)  | 625(1)   | 316(1)  | 29(1) |
| C(131) | 3942(2)  | 2949(1)  | 1073(1) | 31(1) |
| C(241) | 736(2)   | 706(1)   | 2863(1) | 28(1) |
| C(251) | 1224(2)  | 2125(1)  | 3396(1) | 29(1) |
| C(221) | -1807(2) | 2039(1)  | 191(1)  | 26(1) |
| C(231) | -1131(2) | 646(1)   | 859(1)  | 25(1) |
| C(211) | -360(2)  | 2945(1)  | 1743(1) | 29(1) |
| C(41)  | 7263(3)  | -770(1)  | 2265(1) | 44(1) |
| C(31)  | 2930(3)  | -441(1)  | 4280(1) | 52(1) |

**Tab. E.4.13c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **5a**.

|              |            |              |          |
|--------------|------------|--------------|----------|
| Co(1)-C(12)  | 2,0485(15) | C(15)-C(14)  | 1,431(2) |
| Co(1)-C(21)  | 2,0487(15) | C(15)-C(151) | 1,499(2) |
| Co(1)-C(14)  | 2,0494(14) | C(14)-C(13)  | 1,428(2) |
| Co(1)-C(25)  | 2,0500(15) | C(14)-C(141) | 1,502(2) |
| Co(1)-C(15)  | 2,0501(15) | C(12)-C(13)  | 1,431(2) |
| Co(1)-C(11)  | 2,0507(15) | C(12)-C(121) | 1,496(2) |
| Co(1)-C(24)  | 2,0511(15) | C(13)-C(131) | 1,496(2) |
| Co(1)-C(13)  | 2,0527(15) | C(23)-C(22)  | 1,429(2) |
| Co(1)-C(23)  | 2,0530(15) | C(23)-C(24)  | 1,439(2) |
| Co(1)-C(22)  | 2,0533(14) | C(23)-C(231) | 1,499(2) |
| C(3)-N(3)    | 1,133(2)   | C(24)-C(25)  | 1,434(2) |
| C(3)-C(31)   | 1,459(3)   | C(24)-C(241) | 1,499(2) |
| C(4)-N(4)    | 1,137(3)   | C(22)-C(21)  | 1,432(2) |
| C(4)-C(41)   | 1,435(3)   | C(22)-C(221) | 1,496(2) |
| C(11)-C(12)  | 1,429(2)   | C(25)-C(21)  | 1,428(2) |
| C(11)-C(15)  | 1,435(2)   | C(25)-C(251) | 1,499(2) |
| C(11)-C(111) | 1,501(2)   | C(21)-C(211) | 1,491(2) |

Tab. E.4.13d Bindungswinkel [°] von Verbindung 5a.

|                    |            |                    |            |
|--------------------|------------|--------------------|------------|
| C(12)-Co(1)-C(21)  | 123,72(6)  | C(13)-C(14)-C(15)  | 108,19(13) |
| C(12)-Co(1)-C(14)  | 68,70(6)   | C(13)-C(14)-C(141) | 125,50(14) |
| C(21)-Co(1)-C(14)  | 121,80(6)  | C(15)-C(14)-C(141) | 126,25(14) |
| C(12)-Co(1)-C(25)  | 160,42(6)  | C(13)-C(14)-Co(1)  | 69,75(8)   |
| C(21)-Co(1)-C(25)  | 40,78(6)   | C(15)-C(14)-Co(1)  | 69,60(8)   |
| C(14)-Co(1)-C(25)  | 107,38(6)  | C(141)-C(14)-Co(1) | 128,36(11) |
| C(12)-Co(1)-C(15)  | 68,79(6)   | C(11)-C(12)-C(13)  | 108,15(12) |
| C(21)-Co(1)-C(15)  | 157,48(6)  | C(11)-C(12)-C(121) | 125,25(14) |
| C(14)-Co(1)-C(15)  | 40,85(6)   | C(13)-C(12)-C(121) | 126,53(14) |
| C(25)-Co(1)-C(15)  | 121,61(6)  | C(11)-C(12)-Co(1)  | 69,68(8)   |
| C(12)-Co(1)-C(11)  | 40,81(6)   | C(13)-C(12)-Co(1)  | 69,73(8)   |
| C(21)-Co(1)-C(11)  | 160,23(6)  | C(121)-C(12)-Co(1) | 128,51(11) |
| C(14)-Co(1)-C(11)  | 68,79(6)   | C(14)-C(13)-C(12)  | 107,93(13) |
| C(25)-Co(1)-C(11)  | 157,43(6)  | C(14)-C(13)-C(131) | 125,85(14) |
| C(15)-Co(1)-C(11)  | 40,97(6)   | C(12)-C(13)-C(131) | 126,14(14) |
| C(12)-Co(1)-C(24)  | 157,24(6)  | C(14)-C(13)-Co(1)  | 69,50(8)   |
| C(21)-Co(1)-C(24)  | 68,86(6)   | C(12)-C(13)-Co(1)  | 69,42(8)   |
| C(14)-Co(1)-C(24)  | 123,55(6)  | C(131)-C(13)-Co(1) | 129,18(11) |
| C(25)-Co(1)-C(24)  | 40,93(6)   | C(22)-C(23)-C(24)  | 107,81(13) |
| C(15)-Co(1)-C(24)  | 106,90(6)  | C(22)-C(23)-C(231) | 125,88(13) |
| C(11)-Co(1)-C(24)  | 121,35(6)  | C(24)-C(23)-C(231) | 126,26(14) |
| C(12)-Co(1)-C(13)  | 40,85(6)   | C(14)-C(15)-C(151) | 125,63(14) |
| C(21)-Co(1)-C(13)  | 107,43(6)  | C(11)-C(15)-C(151) | 126,48(14) |
| C(14)-Co(1)-C(13)  | 40,75(6)   | C(14)-C(15)-Co(1)  | 69,55(8)   |
| C(25)-Co(1)-C(13)  | 123,78(6)  | C(11)-C(15)-Co(1)  | 69,54(8)   |
| C(15)-Co(1)-C(13)  | 68,72(6)   | C(151)-C(15)-Co(1) | 128,16(11) |
| C(11)-Co(1)-C(13)  | 68,73(6)   | C(22)-C(23)-Co(1)  | 69,65(8)   |
| C(24)-Co(1)-C(13)  | 160,34(6)  | C(24)-C(23)-Co(1)  | 69,41(8)   |
| C(12)-Co(1)-C(23)  | 121,36(6)  | C(231)-C(23)-Co(1) | 128,46(11) |
| C(21)-Co(1)-C(23)  | 68,84(6)   | C(25)-C(24)-C(23)  | 107,77(13) |
| C(14)-Co(1)-C(23)  | 160,28(6)  | C(25)-C(24)-C(241) | 125,54(14) |
| C(25)-Co(1)-C(23)  | 68,88(6)   | C(23)-C(24)-C(241) | 126,60(14) |
| C(15)-Co(1)-C(23)  | 123,37(6)  | C(25)-C(24)-Co(1)  | 69,50(8)   |
| C(11)-Co(1)-C(23)  | 106,82(6)  | C(23)-C(24)-Co(1)  | 69,55(8)   |
| C(24)-Co(1)-C(23)  | 41,04(6)   | C(241)-C(24)-Co(1) | 129,11(11) |
| C(13)-Co(1)-C(23)  | 157,36(6)  | C(23)-C(22)-C(21)  | 108,29(13) |
| C(12)-Co(1)-C(22)  | 107,30(6)  | C(23)-C(22)-C(221) | 126,35(14) |
| C(21)-Co(1)-C(22)  | 40,87(6)   | C(21)-C(22)-C(221) | 125,31(14) |
| C(14)-Co(1)-C(22)  | 157,68(6)  | C(23)-C(22)-Co(1)  | 69,63(8)   |
| C(25)-Co(1)-C(22)  | 68,63(6)   | C(21)-C(22)-Co(1)  | 69,39(8)   |
| C(15)-Co(1)-C(22)  | 160,10(6)  | C(221)-C(22)-Co(1) | 128,77(11) |
| C(11)-Co(1)-C(22)  | 123,44(6)  | C(21)-C(25)-C(24)  | 108,19(13) |
| C(24)-Co(1)-C(22)  | 68,73(6)   | C(21)-C(25)-C(251) | 126,17(14) |
| C(13)-Co(1)-C(22)  | 121,92(6)  | C(24)-C(25)-C(251) | 125,58(14) |
| C(23)-Co(1)-C(22)  | 40,72(6)   | C(21)-C(25)-Co(1)  | 69,56(8)   |
| N(3)-C(3)-C(31)    | 179,1(2)   | C(24)-C(25)-Co(1)  | 69,58(8)   |
| N(4)-C(4)-C(41)    | 179,4(2)   | C(251)-C(25)-Co(1) | 128,75(11) |
| C(12)-C(11)-C(15)  | 107,88(13) | C(25)-C(21)-C(22)  | 107,95(13) |
| C(12)-C(11)-C(111) | 125,15(14) | C(25)-C(21)-C(211) | 126,32(14) |
| C(15)-C(11)-C(111) | 126,90(14) | C(22)-C(21)-C(211) | 125,61(14) |
| C(12)-C(11)-Co(1)  | 69,51(8)   | C(25)-C(21)-Co(1)  | 69,66(8)   |
| C(15)-C(11)-Co(1)  | 69,49(8)   | C(22)-C(21)-Co(1)  | 69,74(8)   |
| C(111)-C(11)-Co(1) | 129,02(11) | C(211)-C(21)-Co(1) | 129,22(12) |
| C(14)-C(15)-C(11)  | 107,85(13) |                    |            |

Tab. E.4.13e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5a**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Co(1)  | 15(1)    | 14(1)    | 14(1)    | -1(1)    | 0(1)     | 0(1)     |
| Br(1)  | 38(1)    | 33(1)    | 29(1)    | -4(1)    | 0(1)     | 4(1)     |
| C(3)   | 54(1)    | 29(1)    | 29(1)    | -4(1)    | -3(1)    | -10(1)   |
| C(4)   | 44(1)    | 33(1)    | 63(2)    | 6(1)     | 17(1)    | -6(1)    |
| N(4)   | 85(2)    | 73(2)    | 66(2)    | -10(1)   | 20(1)    | -21(1)   |
| N(3)   | 77(1)    | 44(1)    | 37(1)    | 5(1)     | -4(1)    | -2(1)    |
| C(11)  | 19(1)    | 19(1)    | 20(1)    | -4(1)    | 5(1)     | 0(1)     |
| C(15)  | 18(1)    | 20(1)    | 20(1)    | 1(1)     | 2(1)     | 3(1)     |
| C(14)  | 15(1)    | 23(1)    | 19(1)    | -1(1)    | 2(1)     | -1(1)    |
| C(12)  | 17(1)    | 26(1)    | 16(1)    | 2(1)     | 4(1)     | -1(1)    |
| C(13)  | 17(1)    | 19(1)    | 22(1)    | 1(1)     | 3(1)     | -1(1)    |
| C(23)  | 17(1)    | 19(1)    | 19(1)    | -3(1)    | 3(1)     | -2(1)    |
| C(24)  | 18(1)    | 22(1)    | 17(1)    | 2(1)     | 3(1)     | 0(1)     |
| C(22)  | 15(1)    | 21(1)    | 17(1)    | 0(1)     | 1(1)     | 2(1)     |
| C(25)  | 17(1)    | 23(1)    | 17(1)    | -4(1)    | 2(1)     | 1(1)     |
| C(21)  | 18(1)    | 19(1)    | 21(1)    | -3(1)    | 3(1)     | 2(1)     |
| C(151) | 24(1)    | 28(1)    | 29(1)    | 5(1)     | 2(1)     | 8(1)     |
| C(121) | 28(1)    | 38(1)    | 20(1)    | 4(1)     | 3(1)     | -4(1)    |
| C(141) | 22(1)    | 36(1)    | 23(1)    | -5(1)    | -2(1)    | -6(1)    |
| C(111) | 32(1)    | 26(1)    | 30(1)    | -11(1)   | 7(1)     | 1(1)     |
| C(131) | 33(1)    | 21(1)    | 37(1)    | 4(1)     | 4(1)     | -5(1)    |
| C(241) | 30(1)    | 28(1)    | 26(1)    | 8(1)     | 5(1)     | 1(1)     |
| C(251) | 29(1)    | 37(1)    | 20(1)    | -9(1)    | 3(1)     | 1(1)     |
| C(221) | 22(1)    | 31(1)    | 23(1)    | 2(1)     | -2(1)    | 5(1)     |
| C(231) | 27(1)    | 22(1)    | 26(1)    | -5(1)    | 2(1)     | -5(1)    |
| C(211) | 30(1)    | 19(1)    | 36(1)    | -4(1)    | 3(1)     | 5(1)     |
| C(41)  | 44(1)    | 32(1)    | 59(2)    | 9(1)     | 19(1)    | 0(1)     |
| C(31)  | 67(2)    | 36(1)    | 47(1)    | 6(1)     | -12(1)   | 0(1)     |

Tab. E.4.13f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5a**

| Atom   | x/a      | y/b     | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|---------|---------|-------|
| H(15A) | 6365(13) | 660(4)  | 2307(5) | 41    |
| H(15B) | 4358(12) | 383(4)  | 2148(4) | 41    |
| H(15C) | 4928(14) | 858(2)  | 2895(6) | 41    |
| H(12A) | 3451(10) | 1948(5) | -783(4) | 43    |
| H(12B) | 2004(14) | 2392(4) | -461(2) | 43    |
| H(12C) | 1511(14) | 1692(4) | -638(3) | 43    |
| H(14A) | 5331(13) | 1907(3) | 3234(5) | 41    |
| H(14B) | 4934(12) | 2585(4) | 2851(3) | 41    |
| H(14C) | 6839(13) | 2246(5) | 2769(3) | 41    |
| H(11A) | 2059(13) | 669(2)  | -93(6)  | 44    |
| H(11B) | 3102(15) | 280(3)  | 710(4)  | 44    |
| H(11C) | 4246(12) | 542(3)  | -2(6)   | 44    |
| H(13A) | 3792(16) | 3130(2) | 1597(6) | 46    |
| H(13B) | 2974(13) | 3073(2) | 644(7)  | 46    |
| H(13C) | 5074(13) | 3075(2) | 924(7)  | 46    |
| H(24A) | 1824(14) | 808(2)  | 3295(6) | 42    |
| H(24B) | 1020(15) | 344(4)  | 2528(3) | 42    |
| H(24C) | -325(11) | 611(3)  | 3155(6) | 42    |
| H(25A) | 255(10)  | 2116(5) | 3746(4) | 43    |

|        |           |          |         |    |
|--------|-----------|----------|---------|----|
| H(25B) | 1653(15)  | 2544(4)  | 3356(1) | 43 |
| H(25C) | 2240(14)  | 1868(4)  | 3654(4) | 43 |
| H(22A) | -3068(12) | 2099(5)  | 194(2)  | 39 |
| H(22B) | -1648(13) | 1733(4)  | -207(4) | 39 |
| H(22C) | -1279(11) | 2407(4)  | 39(3)   | 39 |
| H(23A) | -2393(13) | 535(3)   | 912(5)  | 37 |
| H(23B) | -304(12)  | 311(3)   | 1074(5) | 37 |
| H(23C) | -1050(14) | 721(2)   | 259(6)  | 37 |
| H(21A) | -1496(13) | 3067(1)  | 1888(7) | 43 |
| H(21B) | -275(15)  | 3084(2)  | 1188(6) | 43 |
| H(21C) | 604(13)   | 3115(2)  | 2134(6) | 43 |
| H(41A) | 6023(15)  | -874(6)  | 2074(4) | 66 |
| H(41B) | 8021(16)  | -1108(6) | 2195(2) | 66 |
| H(41C) | 7592(18)  | -436(4)  | 1943(4) | 66 |
| H(31A) | 2777(18)  | -627(4)  | 3733(7) | 78 |
| H(31B) | 3593(13)  | -70(5)   | 4266(7) | 78 |
| H(31C) | 1762(17)  | -357(5)  | 4430(5) | 78 |

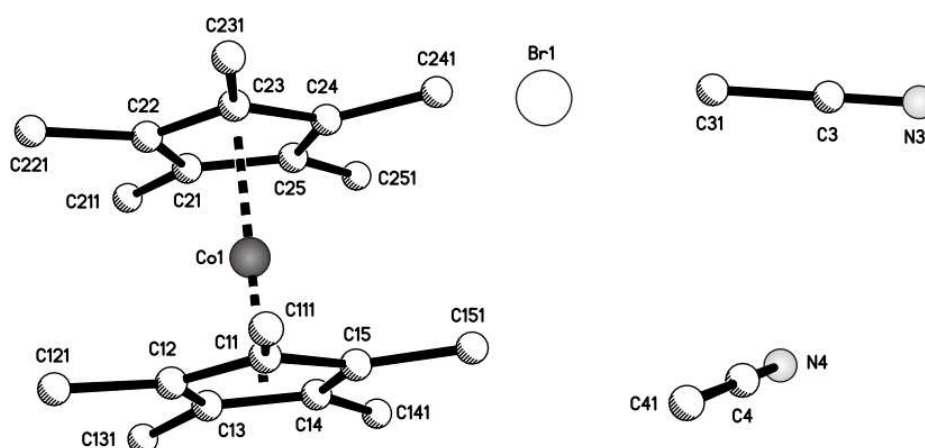


Abb. E.10: vollständige Molekülstruktur von **5a** mit zwei Molekülen Acetonitril.

E.4.14 (C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>)<sub>2</sub>CoI (**5b**)Tab. E.4.14a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5b** mit zwei Molekülen Acetonitril.

|  |   |  |
|--|---|--|
| Summenformel                           | C <sub>24</sub> H <sub>36</sub> CoIN <sub>2</sub>           |  |
| Molekulargewicht                       | 538,40 g/mol  |  |
| Temperatur                             | 173(2)  |  |
| Wellenlänge                            | 0,71073 Å   |  |
| Kristallsystem, Raumgruppe             | monoklin, P2 <sub>1</sub> /n                                |  |
| Dimension der Elementarzelle           | a = 7,3646(3) Å<br>b = 22,1352(9) Å<br>c = 15,6017(6) Å     | α = 90°<br>β = 97,2260(10)°<br>γ = 90° |
| Volumen                                | 2523,14(17) Å <sup>3</sup>                                  |  |
| Z; Röntgenographische Dichte           | 6; 1,912 Mg/m <sup>3</sup>                                  |  |
| Absorptionskoeffizient                 | 2,860 mm <sup>-1</sup>                                      |  |
| F(000)                                 | 1464  |  |
| Kristallgröße                          | 0,10 x 0,10 x 0,15 mm                                       |  |
| Messbereich                            | 2,63° ≤ θ ≤ 27,93°  |  |
| Messbereich d. reziproken Raumes       | -9 ≤ h ≤ 9; -29 ≤ k ≤ 29; -19 ≤ l ≤ 20                      |  |
| Beobachtete Reflexe / unabhängig       | 32179 / 6034 [R(int) = 0,0610]                              |  |
| Vollständigkeit bis θ = 30,05°         | 99,7 %  |  |
| Strukturverfeinerung                   | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |  |
| Daten / Restraints / Parameter         | 6034 / 0 / 254  |  |
| Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF) | 1,011   |  |
| Gütefaktoren [I > 2σ(I)]               | R1 = 0,0376, wR2 = 0,0935                                   |  |
| Gütefaktoren (alle Daten)              | R1 = 0,0438, wR2 = 0,0972                                   |  |
| Extinktionskoeffizient                 | 0,0009(2)   |  |
| Max. / min. Restelektronendichte       | 2,177 e/Å <sup>3</sup> und -1,566 e/Å <sup>3</sup>          |  |

**Tab. 24.14b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **5b** mit zwei Moleküle Acetonitril.

| Atom   | x/a       | y/b     | z/c     | U(eq)  |
|--------|-----------|---------|---------|--------|
| I(1)   | 8004(1)   | 924(1)  | 3224(1) | 45(1)  |
| Co(1)  | 11797(1)  | 1696(1) | 6524(1) | 17(1)  |
| C(025) | 9356(3)   | 1233(1) | 6414(2) | 21(1)  |
| C(022) | 10379(4)  | 1879(1) | 7550(2) | 22(1)  |
| C(015) | 13525(4)  | 1228(1) | 5820(2) | 23(1)  |
| C(02D) | 8167(4)   | 2035(1) | 5243(2) | 30(1)  |
| C(02C) | 9549(4)   | 2914(1) | 6791(2) | 33(1)  |
| C(024) | 9062(3)   | 1842(1) | 6115(2) | 21(1)  |
| C(012) | 13796(4)  | 2250(1) | 6147(2) | 23(1)  |
| C(023) | 9700(4)   | 2242(1) | 6814(2) | 23(1)  |
| C(0A1) | 12458(4)  | 1966(2) | 4560(2) | 33(1)  |
| C(021) | 10165(3)  | 1256(1) | 7302(2) | 21(1)  |
| C(013) | 14489(3)  | 1917(1) | 6904(2) | 22(1)  |
| C(011) | 13186(4)  | 1824(1) | 5475(2) | 22(1)  |
| C(014) | 14322(3)  | 1283(1) | 6706(2) | 22(1)  |
| C(01C) | 15325(4)  | 2185(2) | 7747(2) | 31(1)  |
| C(01E) | 13189(4)  | 653(1)  | 5315(2) | 32(1)  |
| C(02B) | 11081(4)  | 2106(2) | 8433(2) | 32(1)  |
| C(01D) | 14947(4)  | 780(1)  | 7312(2) | 31(1)  |
| C(01B) | 13805(4)  | 2924(1) | 6054(2) | 34(1)  |
| C(02E) | 8840(4)   | 672(1)  | 5898(2) | 28(1)  |
| C(02A) | 10613(4)  | 727(1)  | 7896(2) | 32(1)  |
| C(3)   | 7546(8)   | 4397(2) | 6819(5) | 75(2)  |
| C(31)  | 7773(9)   | 4262(3) | 7682(6) | 96(2)  |
| N(3)   | 7166(12)  | 4401(5) | 6039(7) | 172(4) |
| C(4)   | 11146(11) | 4151(2) | 5047(3) | 85(2)  |
| C(41)  | 12106(9)  | 4572(2) | 5670(3) | 79(2)  |
| N(4)   | 10357(11) | 3813(3) | 4583(3) | 118(2) |

**Tab. E.4.14d** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **5b**.

|               |          |               |           |
|---------------|----------|---------------|-----------|
| Co(1)-C(023)  | 2,056(3) | C(015)-C(011) | 1,434(4)  |
| Co(1)-C(013)  | 2,056(3) | C(015)-C(014) | 1,438(4)  |
| Co(1)-C(011)  | 2,056(3) | C(015)-C(01E) | 1,502(4)  |
| Co(1)-C(021)  | 2,058(3) | C(02D)-C(024) | 1,497(4)  |
| Co(1)-C(012)  | 2,058(3) | C(024)-C(023) | 1,439(4)  |
| Co(1)-C(025)  | 2,058(3) | C(012)-C(013) | 1,431(4)  |
| Co(1)-C(022)  | 2,059(3) | C(012)-C(011) | 1,439(4)  |
| Co(1)-C(024)  | 2,060(3) | C(012)-C(01B) | 1,499(4)  |
| Co(1)-C(014)  | 2,060(3) | C(0A1)-C(011) | 1,494(4)  |
| Co(1)-C(015)  | 2,062(3) | C(021)-C(02A) | 1,504(4)  |
| C(025)-C(024) | 1,433(4) | C(013)-C(014) | 1,439(4)  |
| C(025)-C(021) | 1,439(4) | C(013)-C(01C) | 1,503(4)  |
| C(025)-C(02E) | 1,502(4) | C(014)-C(01D) | 1,495(4)  |
| C(022)-C(021) | 1,435(4) | C(3)-N(3)     | 1,214(11) |
| C(022)-C(023) | 1,439(4) | C(3)-C(31)    | 1,370(10) |
| C(022)-C(02B) | 1,496(4) | C(4)-N(4)     | 1,146(8)  |
| C(02C)-C(023) | 1,493(4) | C(4)-C(41)    | 1,464(7)  |

Tab. E.4.14d Bindungswinkel [°] von Verbindung 5b.

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(023)-Co(1)-C(013)  | 121,36(11) | C(021)-C(022)-Co(1)  | 69,55(14) |
| C(023)-Co(1)-C(011)  | 123,88(11) | C(023)-C(022)-Co(1)  | 69,41(15) |
| C(013)-Co(1)-C(011)  | 68,81(10)  | C(02B)-C(022)-Co(1)  | 129,2(2)  |
| C(023)-Co(1)-C(021)  | 68,77(11)  | C(011)-C(015)-C(014) | 108,3(2)  |
| C(013)-Co(1)-C(021)  | 123,78(11) | C(011)-C(015)-C(01E) | 125,0(3)  |
| C(011)-Co(1)-C(021)  | 157,04(11) | C(014)-C(015)-C(01E) | 126,6(3)  |
| C(023)-Co(1)-C(012)  | 107,28(11) | C(011)-C(015)-Co(1)  | 69,41(15) |
| C(013)-Co(1)-C(012)  | 40,72(10)  | C(014)-C(015)-Co(1)  | 69,51(14) |
| C(011)-Co(1)-C(012)  | 40,96(10)  | C(01E)-C(015)-Co(1)  | 129,3(2)  |
| C(021)-Co(1)-C(012)  | 160,51(11) | C(025)-C(024)-C(023) | 108,1(2)  |
| C(023)-Co(1)-C(025)  | 68,83(10)  | C(025)-C(024)-C(02D) | 126,5(2)  |
| C(013)-Co(1)-C(025)  | 160,61(11) | C(023)-C(024)-C(02D) | 125,3(2)  |
| C(011)-Co(1)-C(025)  | 121,27(11) | C(025)-C(024)-Co(1)  | 69,55(14) |
| C(021)-Co(1)-C(025)  | 40,93(10)  | C(023)-C(024)-Co(1)  | 69,37(14) |
| C(012)-Co(1)-C(025)  | 157,20(11) | C(02D)-C(024)-Co(1)  | 128,9(2)  |
| C(023)-Co(1)-C(022)  | 40,95(11)  | C(013)-C(012)-C(011) | 108,1(2)  |
| C(013)-Co(1)-C(022)  | 107,11(10) | C(013)-C(012)-C(01B) | 125,9(3)  |
| C(011)-Co(1)-C(022)  | 160,76(11) | C(011)-C(012)-C(01B) | 125,9(3)  |
| C(021)-Co(1)-C(022)  | 40,80(10)  | C(013)-C(012)-Co(1)  | 69,55(15) |
| C(012)-Co(1)-C(022)  | 123,83(11) | C(011)-C(012)-Co(1)  | 69,44(15) |
| C(025)-Co(1)-C(022)  | 68,86(10)  | C(01B)-C(012)-Co(1)  | 129,2(2)  |
| C(023)-Co(1)-C(024)  | 40,92(10)  | C(022)-C(023)-C(024) | 108,0(2)  |
| C(013)-Co(1)-C(024)  | 157,23(11) | C(022)-C(023)-C(02C) | 126,4(3)  |
| C(011)-Co(1)-C(024)  | 107,26(11) | C(024)-C(023)-C(02C) | 125,4(3)  |
| C(021)-Co(1)-C(024)  | 68,67(11)  | C(022)-C(023)-Co(1)  | 69,65(14) |
| C(012)-Co(1)-C(024)  | 121,67(11) | C(024)-C(023)-Co(1)  | 69,70(14) |
| C(025)-Co(1)-C(024)  | 40,74(10)  | C(02C)-C(023)-Co(1)  | 129,6(2)  |
| C(022)-Co(1)-C(024)  | 68,82(10)  | C(022)-C(021)-C(025) | 108,2(2)  |
| C(023)-Co(1)-C(014)  | 157,04(11) | C(022)-C(021)-C(02A) | 125,0(3)  |
| C(013)-Co(1)-C(014)  | 40,95(10)  | C(025)-C(021)-C(02A) | 126,7(2)  |
| C(011)-Co(1)-C(014)  | 68,90(11)  | C(022)-C(021)-Co(1)  | 69,64(15) |
| C(021)-Co(1)-C(014)  | 106,99(11) | C(025)-C(021)-Co(1)  | 69,55(14) |
| C(012)-Co(1)-C(014)  | 68,79(11)  | C(02A)-C(021)-Co(1)  | 129,3(2)  |
| C(025)-Co(1)-C(014)  | 123,65(11) | C(012)-C(013)-C(014) | 108,3(2)  |
| C(022)-Co(1)-C(014)  | 121,15(11) | C(012)-C(013)-C(01C) | 125,7(3)  |
| C(024)-Co(1)-C(014)  | 160,49(11) | C(014)-C(013)-C(01C) | 126,0(3)  |
| C(023)-Co(1)-C(015)  | 160,69(11) | C(012)-C(013)-Co(1)  | 69,73(15) |
| C(013)-Co(1)-C(015)  | 68,64(11)  | C(014)-C(013)-Co(1)  | 69,69(15) |
| C(011)-Co(1)-C(015)  | 40,75(10)  | C(01C)-C(013)-Co(1)  | 128,4(2)  |
| C(021)-Co(1)-C(015)  | 121,47(11) | C(015)-C(011)-C(012) | 107,8(2)  |
| C(012)-Co(1)-C(015)  | 68,59(11)  | C(015)-C(011)-C(0A1) | 125,2(3)  |
| C(025)-Co(1)-C(015)  | 107,25(10) | C(012)-C(011)-C(0A1) | 126,8(3)  |
| C(022)-Co(1)-C(015)  | 157,01(11) | C(015)-C(011)-Co(1)  | 69,85(15) |
| C(024)-Co(1)-C(015)  | 123,92(11) | C(012)-C(011)-Co(1)  | 69,59(15) |
| C(014)-Co(1)-C(015)  | 40,84(10)  | C(0A1)-C(011)-Co(1)  | 129,4(2)  |
| C(024)-C(025)-C(021) | 107,9(2)   | C(013)-C(014)-C(015) | 107,5(2)  |
| C(024)-C(025)-C(02E) | 125,8(2)   | C(013)-C(014)-C(01D) | 125,4(3)  |
| C(021)-C(025)-C(02E) | 126,3(2)   | C(015)-C(014)-C(01D) | 127,0(3)  |
| C(024)-C(025)-Co(1)  | 69,71(14)  | C(013)-C(014)-Co(1)  | 69,36(15) |
| C(021)-C(025)-Co(1)  | 69,53(14)  | C(015)-C(014)-Co(1)  | 69,65(15) |
| C(02E)-C(025)-Co(1)  | 128,01(19) | C(01D)-C(014)-Co(1)  | 128,3(2)  |
| C(021)-C(022)-C(023) | 107,8(2)   | N(3)-C(3)-C(31)      | 166,4(8)  |
| C(021)-C(022)-C(02B) | 125,8(3)   | N(4)-C(4)-C(41)      | 177,3(8)  |
| C(023)-C(022)-C(02B) | 126,2(3)   |                      |           |



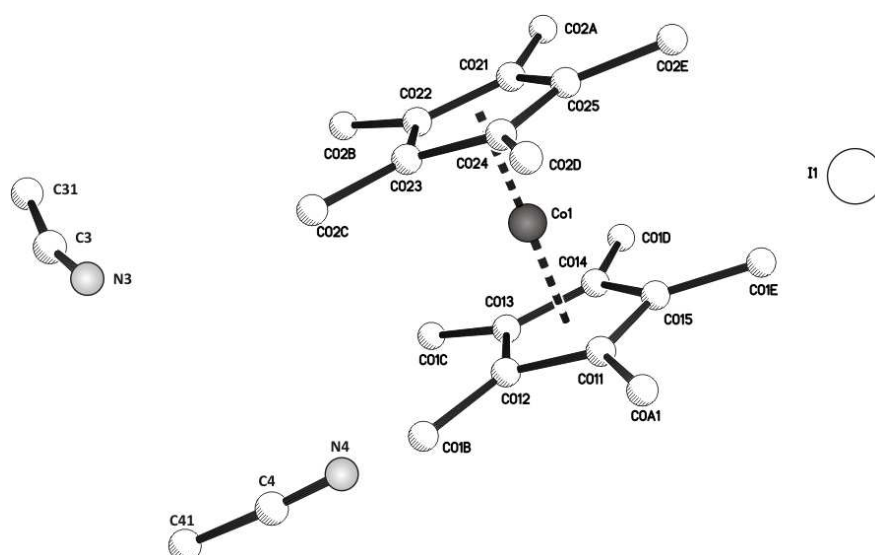
Tab. E.4.14e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5b**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| I(1)   | 69(1)    | 29(1)    | 31(1)    | -2(1)    | -14(1)   | 6(1)     |
| Co(1)  | 15(1)    | 17(1)    | 18(1)    | -1(1)    | 0(1)     | 0(1)     |
| C(025) | 17(1)    | 23(1)    | 24(1)    | -2(1)    | 3(1)     | -2(1)    |
| C(022) | 18(1)    | 27(1)    | 22(1)    | -5(1)    | 4(1)     | 1(1)     |
| C(015) | 20(1)    | 24(1)    | 25(1)    | -3(1)    | 4(1)     | 1(1)     |
| C(02D) | 25(1)    | 36(2)    | 27(1)    | 3(1)     | -4(1)    | 5(1)     |
| C(02C) | 29(2)    | 22(1)    | 48(2)    | -5(1)    | 2(1)     | 5(1)     |
| C(024) | 16(1)    | 23(1)    | 25(1)    | -1(1)    | 0(1)     | 2(1)     |
| C(012) | 19(1)    | 24(1)    | 26(1)    | 0(1)     | 2(1)     | -3(1)    |
| C(023) | 18(1)    | 23(1)    | 27(1)    | -4(1)    | 1(1)     | 2(1)     |
| C(0A1) | 31(2)    | 45(2)    | 22(1)    | 4(1)     | 1(1)     | -7(1)    |
| C(021) | 18(1)    | 24(1)    | 23(1)    | -1(1)    | 4(1)     | -2(1)    |
| C(013) | 16(1)    | 26(1)    | 23(1)    | -2(1)    | 0(1)     | -3(1)    |
| C(011) | 20(1)    | 27(1)    | 20(1)    | 0(1)     | 2(1)     | -2(1)    |
| C(014) | 16(1)    | 26(1)    | 25(1)    | -1(1)    | 2(1)     | 3(1)     |
| C(01C) | 25(1)    | 40(2)    | 27(1)    | -4(1)    | -4(1)    | -6(1)    |
| C(01E) | 34(2)    | 30(2)    | 34(2)    | -11(1)   | 8(1)     | 1(1)     |
| C(02B) | 32(2)    | 39(2)    | 25(1)    | -11(1)   | 2(1)     | 3(1)     |
| C(01D) | 26(1)    | 33(2)    | 34(2)    | 5(1)     | 0(1)     | 8(1)     |
| C(01B) | 34(2)    | 25(1)    | 41(2)    | 4(1)     | 3(1)     | -7(1)    |
| C(02E) | 27(1)    | 26(1)    | 30(1)    | -6(1)    | 0(1)     | -6(1)    |
| C(02A) | 35(2)    | 30(1)    | 30(2)    | 7(1)     | 4(1)     | -1(1)    |
| C(3)   | 81(4)    | 52(3)    | 97(4)    | 12(3)    | 37(3)    | 21(2)    |
| C(31)  | 83(4)    | 62(3)    | 150(7)   | -20(4)   | 43(4)    | -1(3)    |
| N(3)   | 133(6)   | 221(9)   | 177(8)   | 113(8)   | 73(6)    | 60(6)    |
| C(4)   | 156(6)   | 57(3)    | 33(2)    | 0(2)     | -19(3)   | 34(3)    |
| C(41)  | 129(5)   | 55(3)    | 46(2)    | 3(2)     | -14(3)   | 6(3)     |
| N(4)   | 200(7)   | 81(3)    | 60(3)    | -18(3)   | -33(4)   | 36(4)    |

Tab. E.4.14f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5b**.

| Atom   | x/a   | y/b  | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|------|------|-------|
| H(02A) | 6840  | 2060 | 5249 | 44    |
| H(02B) | 8435  | 1739 | 4809 | 44    |
| H(02C) | 8639  | 2431 | 5101 | 44    |
| H(02D) | 8375  | 3036 | 6972 | 49    |
| H(02E) | 9620  | 3058 | 6202 | 49    |
| H(02F) | 10552 | 3091 | 7185 | 49    |
| H(0AA) | 13477 | 2001 | 4215 | 49    |
| H(0AB) | 11783 | 2348 | 4538 | 49    |
| H(0AC) | 11635 | 1641 | 4325 | 49    |
| H(01A) | 16645 | 2236 | 7740 | 47    |
| H(01B) | 15110 | 1915 | 8222 | 47    |
| H(01C) | 14765 | 2579 | 7829 | 47    |
| H(01D) | 14285 | 546  | 5051 | 49    |
| H(01E) | 12155 | 709  | 4861 | 49    |
| H(01F) | 12906 | 327  | 5703 | 49    |
| H(02G) | 10060 | 2147 | 8775 | 49    |
| H(02H) | 11664 | 2500 | 8384 | 49    |
| H(02I) | 11979 | 1820 | 8716 | 49    |
| H(01G) | 16224 | 680  | 7255 | 47    |

|        |       |      |      |     |
|--------|-------|------|------|-----|
| H(01H) | 14177 | 423  | 7170 | 47  |
| H(01I) | 14852 | 906  | 7906 | 47  |
| H(01J) | 14960 | 3052 | 5860 | 50  |
| H(01K) | 13681 | 3111 | 6613 | 50  |
| H(01L) | 12780 | 3049 | 5629 | 50  |
| H(02J) | 7585  | 556  | 5971 | 42  |
| H(02K) | 9679  | 344  | 6100 | 42  |
| H(02L) | 8920  | 751  | 5285 | 42  |
| H(02M) | 9542  | 625  | 8182 | 47  |
| H(02N) | 11640 | 832  | 8332 | 47  |
| H(02O) | 10948 | 379  | 7560 | 47  |
| H(31A) | 7088  | 3894 | 7780 | 144 |
| H(31B) | 7317  | 4597 | 8005 | 144 |
| H(31C) | 9075  | 4198 | 7879 | 144 |
| H(41A) | 12193 | 4397 | 6251 | 118 |
| H(41B) | 11428 | 4954 | 5658 | 118 |
| H(41C) | 13338 | 4648 | 5520 | 118 |



**Abb. E.11:** Vollständige Molekülstruktur von **5b** mit zwei Moleküle Acetonitril.

E.4.15  $(C_5Me_5)_2Co[PbI_3]$  (**5e**)Tab. E.4.15a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5e** mit zwei Molekülen Acetonitril.

|  |  |                                       |
|--|--|---------------------------------------|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>24</sub> H <sub>36</sub> CoI <sub>3</sub> N <sub>2</sub> Pb |                                       |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 538,40 g/mol   |                                       |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2)   |                                       |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å  |                                       |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | monoklin, P2 <sub>1</sub> /n                                       |                                       |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 7,777(2) Å<br>b = 24,813(6) Å<br>c = 15,664(4) Å               | α = 90°<br>β = 92,780(11)°<br>γ = 90° |
| <b>Volumen</b>                               | 3019,3(13) Å <sup>3</sup>  |                                       |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 4; 2,199 Mg/m <sup>3</sup>   |                                       |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 9,199 mm <sup>-1</sup>   |                                       |
| <b>F(000)</b>                                | 1848   |                                       |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,05 x 0,05 x 0,05 mm  |                                       |
| <b>Messbereich</b>                           | 2,60° ≤ θ ≤ 28,87°   |                                       |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -10 ≤ h ≤ 10; -31 ≤ k ≤ 32; -20 ≤ l ≤ 20                           |                                       |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 26096 / 7242 [R(int) = 0,4243]                                     |                                       |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 28,87°</b>        | 91,2 %   |                                       |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>        |                                       |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 7242 / 150 / 278   |                                       |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 1,011  |                                       |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0568, wR2 = 0,0734  |                                       |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,3069, wR2 = 0,1236  |                                       |
| <b>Extinktionskoeffizient</b>                | 0,0009(2)  |                                       |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 1,509 e/Å <sup>3</sup> und -2,050 e/Å <sup>3</sup>                 |                                       |

**Tab. 34.15b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **5e** mit zwei Moleküle Acetonitril.

| Atom   | x/a       | y/b      | z/c      | U(eq) |
|--------|-----------|----------|----------|-------|
| Pb(1)  | 0         | 0        | 5000     | 21(1) |
| Pb(2)  | -5000     | 0        | 5000     | 21(1) |
| I(3)   | -2632(2)  | 613(1)   | 3671(1)  | 25(1) |
| I(2)   | -2375(2)  | 428(1)   | 6489(1)  | 24(1) |
| I(1)   | -2527(2)  | -1032(1) | 4804(1)  | 22(1) |
| Co(1)  | -2525(4)  | 2924(1)  | 6406(2)  | 16(1) |
| C(05)  | -3820(30) | 2921(9)  | 7506(15) | 18(6) |
| C(061) | 190(30)   | 3842(7)  | 5958(14) | 16(6) |
| C(021) | -4710(30) | 3929(8)  | 5704(14) | 24(6) |
| C(081) | -380(30)  | 1872(8)  | 6991(15) | 23(6) |
| C(011) | -3050(30) | 3966(9)  | 7571(15) | 31(7) |
| C(051) | -3280(30) | 2794(8)  | 8399(14) | 22(6) |
| C(03)  | -5100(20) | 2899(8)  | 6159(14) | 8(5)  |
| C(02)  | -4500(30) | 3453(9)  | 6295(15) | 23(6) |
| C(08)  | -510(30)  | 2384(9)  | 6450(16) | 29(7) |
| C(031) | -6100(30) | 2710(9)  | 5359(15) | 30(7) |
| C(06)  | -390(30)  | 3252(9)  | 5968(16) | 26(6) |
| C(01)  | -3730(30) | 3473(8)  | 7148(14) | 15(5) |
| C(11)  | -7530(30) | 4667(9)  | 3875(17) | 46(8) |
| C(091) | -2010(30) | 1944(7)  | 5081(16) | 27(7) |
| C(0A1) | -1750(30) | 3188(8)  | 4440(14) | 24(6) |
| C(071) | 930(30)   | 3050(9)  | 7506(15) | 25(6) |
| C(1)   | -7620(30) | 4090(10) | 3795(18) | 40(7) |
| N(1)   | -7750(30) | 3663(8)  | 3767(14) | 40(6) |
| C(09)  | -1340(30) | 2413(8)  | 5602(15) | 18(6) |
| C(041) | -5040(30) | 2003(8)  | 7019(16) | 30(7) |
| C(07)  | 50(30)    | 2900(9)  | 6722(15) | 21(6) |
| C(04)  | -4620(30) | 2632(9)  | 6889(16) | 28(6) |
| C(0A)  | -1190(30) | 2957(9)  | 5329(17) | 31(7) |
| C(21)  | -7790(30) | 5700(8)  | 7365(15) | 27(6) |
| N(2)   | -7670(30) | 5221(9)  | 5933(17) | 60(8) |
| C(2)   | -7660(40) | 5439(11) | 6560(20) | 54(9) |

**Tab. E.4.15c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **5e**.

|              |            |              |         |
|--------------|------------|--------------|---------|
| Pb(1)-I(2)   | 3,224(2)   | C(05)-C(051) | 1,47(3) |
| Pb(1)-I(2)#1 | 3,224(2)   | C(05)-C(01)  | 1,48(3) |
| Pb(1)-I(3)#1 | 3,2295(18) | C(061)-C(06) | 1,53(3) |
| Pb(1)-I(3)   | 3,2295(18) | C(021)-C(02) | 1,50(3) |
| Pb(1)-I(1)   | 3,2323(17) | C(081)-C(08) | 1,53(3) |
| Pb(1)-I(1)#1 | 3,2323(17) | C(011)-C(01) | 1,48(3) |
| Pb(2)-I(2)   | 3,2051(18) | C(03)-C(04)  | 1,36(3) |
| Pb(2)-I(2)#2 | 3,2051(18) | C(03)-C(02)  | 1,46(3) |
| Pb(2)-I(1)   | 3,2254(17) | C(03)-C(031) | 1,51(3) |
| Pb(2)-I(1)#2 | 3,2254(17) | C(02)-C(01)  | 1,44(3) |
| Pb(2)-I(3)   | 3,228(2)   | C(08)-C(07)  | 1,41(3) |
| Pb(2)-I(3)#2 | 3,228(2)   | C(08)-C(09)  | 1,45(3) |
| Co(1)-C(04)  | 1,97(2)    | C(06)-C(0A)  | 1,36(3) |
| Co(1)-C(06)  | 2,00(2)    | C(06)-C(07)  | 1,49(3) |
| Co(1)-C(02)  | 2,02(2)    | C(11)-C(1)   | 1,44(3) |
| Co(1)-C(03)  | 2,023(18)  | C(091)-C(09) | 1,50(3) |
| Co(1)-C(0A)  | 2,03(3)    | C(0A1)-C(0A) | 1,55(3) |

## E. Anhang

|             |         |              |         |
|-------------|---------|--------------|---------|
| Co(1)-C(05) | 2,04(2) | C(071)-C(07) | 1,43(3) |
| Co(1)-C(09) | 2,04(2) | C(1)-N(1)    | 1,07(3) |
| Co(1)-C(07) | 2,04(2) | C(09)-C(0A)  | 1,42(3) |
| Co(1)-C(01) | 2,05(2) | C(041)-C(04) | 1,61(3) |
| Co(1)-C(08) | 2,06(2) | C(21)-C(2)   | 1,42(3) |
| C(05)-C(04) | 1,33(3) | N(2)-C(2)    | 1,13(3) |

Die Atome mit der Endung #1 wurden mit der Symmetrieoperation (-x; -y, -z+1) erzeugt, die Atome mit der Endung #2 mit (-x-1; -y, -z+1).

Tab. E.4.15d Bindungswinkel [°] von Verbindung 5e.

|                     |           |                    |           |
|---------------------|-----------|--------------------|-----------|
| I(2)-Pb(1)-I(2)#1   | 180,0     | C(06)-Co(1)-C(08)  | 68,5(9)   |
| I(2)-Pb(1)-I(3)#1   | 93,24(5)  | C(02)-Co(1)-C(08)  | 177,0(10) |
| I(2)#1-Pb(1)-I(3)#1 | 86,76(5)  | C(03)-Co(1)-C(08)  | 136,9(9)  |
| I(2)-Pb(1)-I(3)     | 86,76(5)  | C(0A)-Co(1)-C(08)  | 68,5(10)  |
| I(2)#1-Pb(1)-I(3)   | 93,24(5)  | C(05)-Co(1)-C(08)  | 112,0(9)  |
| I(3)#1-Pb(1)-I(3)   | 180,00(5) | C(09)-Co(1)-C(08)  | 41,4(8)   |
| I(2)-Pb(1)-I(1)     | 87,88(5)  | C(07)-Co(1)-C(08)  | 40,3(8)   |
| I(2)#1-Pb(1)-I(1)   | 92,13(5)  | C(01)-Co(1)-C(08)  | 141,4(9)  |
| I(3)#1-Pb(1)-I(1)   | 92,96(4)  | C(04)-C(05)-C(051) | 132(2)    |
| I(3)-Pb(1)-I(1)     | 87,04(5)  | C(04)-C(05)-C(01)  | 105(2)    |
| I(2)-Pb(1)-I(1)#1   | 92,12(5)  | C(051)-C(05)-C(01) | 122,6(19) |
| I(2)#1-Pb(1)-I(1)#1 | 87,87(5)  | C(04)-C(05)-Co(1)  | 67,6(16)  |
| I(3)#1-Pb(1)-I(1)#1 | 87,04(5)  | C(051)-C(05)-Co(1) | 132,4(16) |
| I(3)-Pb(1)-I(1)#1   | 92,95(4)  | C(01)-C(05)-Co(1)  | 69,0(13)  |
| I(1)-Pb(1)-I(1)#1   | 180,0     | C(04)-C(03)-C(02)  | 105,2(19) |
| I(2)-Pb(2)-I(2)#2   | 180,0     | C(04)-C(03)-C(031) | 131(2)    |
| I(2)-Pb(2)-I(1)     | 88,32(5)  | C(02)-C(03)-C(031) | 123,8(19) |
| I(2)#2-Pb(2)-I(1)   | 91,68(5)  | C(04)-C(03)-Co(1)  | 67,8(13)  |
| I(2)-Pb(2)-I(1)#2   | 91,68(5)  | C(02)-C(03)-Co(1)  | 68,8(11)  |
| I(2)#2-Pb(2)-I(1)#2 | 88,32(5)  | C(031)-C(03)-Co(1) | 129,0(16) |
| I(1)-Pb(2)-I(1)#2   | 180,0     | C(01)-C(02)-C(03)  | 106,5(19) |
| I(2)-Pb(2)-I(3)     | 87,11(5)  | C(01)-C(02)-C(021) | 125(2)    |
| I(2)#2-Pb(2)-I(3)   | 92,88(5)  | C(03)-C(02)-C(021) | 129(2)    |
| I(1)-Pb(2)-I(3)     | 87,19(5)  | C(01)-C(02)-Co(1)  | 70,2(12)  |
| I(1)#2-Pb(2)-I(3)   | 92,81(5)  | C(03)-C(02)-Co(1)  | 68,8(11)  |
| I(2)-Pb(2)-I(3)#2   | 92,89(5)  | C(021)-C(02)-Co(1) | 128,3(17) |
| I(2)#2-Pb(2)-I(3)#2 | 87,12(5)  | C(07)-C(08)-C(09)  | 110(2)    |
| I(1)-Pb(2)-I(3)#2   | 92,81(5)  | C(07)-C(08)-C(081) | 125(2)    |
| I(1)#2-Pb(2)-I(3)#2 | 87,19(5)  | C(09)-C(08)-C(081) | 124(2)    |
| I(3)-Pb(2)-I(3)#2   | 180,0     | C(07)-C(08)-Co(1)  | 69,1(13)  |
| Pb(2)-I(3)-Pb(1)    | 74,06(4)  | C(09)-C(08)-Co(1)  | 68,6(13)  |
| Pb(2)-I(2)-Pb(1)    | 74,43(4)  | C(081)-C(08)-Co(1) | 126,2(18) |
| Pb(2)-I(1)-Pb(1)    | 74,05(3)  | C(0A)-C(06)-C(07)  | 110(2)    |
| C(04)-Co(1)-C(06)   | 176,7(10) | C(0A)-C(06)-C(061) | 129(2)    |
| C(04)-Co(1)-C(02)   | 68,4(9)   | C(07)-C(06)-C(061) | 120,7(19) |
| C(06)-Co(1)-C(02)   | 110,4(9)  | C(0A)-C(06)-Co(1)  | 71,1(15)  |
| C(04)-Co(1)-C(03)   | 39,8(8)   | C(07)-C(06)-Co(1)  | 69,6(13)  |
| C(06)-Co(1)-C(03)   | 141,1(9)  | C(061)-C(06)-Co(1) | 129,7(16) |
| C(02)-Co(1)-C(03)   | 42,4(8)   | C(02)-C(01)-C(011) | 125(2)    |
| C(04)-Co(1)-C(0A)   | 143,5(10) | C(02)-C(01)-C(05)  | 107,0(18) |
| C(06)-Co(1)-C(0A)   | 39,6(8)   | C(011)-C(01)-C(05) | 128(2)    |
| C(02)-Co(1)-C(0A)   | 108,8(9)  | C(02)-C(01)-Co(1)  | 68,4(13)  |
| C(03)-Co(1)-C(0A)   | 112,7(9)  | C(011)-C(01)-Co(1) | 130,1(16) |
| C(04)-Co(1)-C(05)   | 38,8(8)   | C(05)-C(01)-Co(1)  | 68,4(12)  |

## E. Anhang

|                   |           |                    |           |
|-------------------|-----------|--------------------|-----------|
| C(06)-Co(1)-C(05) | 138,1(9)  | N(1)-C(1)-C(11)    | 176(4)    |
| C(02)-Co(1)-C(05) | 70,8(9)   | C(0A)-C(09)-C(08)  | 106(2)    |
| C(03)-Co(1)-C(05) | 68,7(8)   | C(0A)-C(09)-C(091) | 127(2)    |
| C(0A)-Co(1)-C(05) | 177,5(9)  | C(08)-C(09)-C(091) | 126(2)    |
| C(04)-Co(1)-C(09) | 114,6(9)  | C(0A)-C(09)-Co(1)  | 69,1(14)  |
| C(06)-Co(1)-C(09) | 68,5(9)   | C(08)-C(09)-Co(1)  | 70,0(14)  |
| C(02)-Co(1)-C(09) | 135,7(9)  | C(091)-C(09)-Co(1) | 131,5(16) |
| C(03)-Co(1)-C(09) | 109,7(8)  | C(08)-C(07)-C(071) | 129(2)    |
| C(0A)-Co(1)-C(09) | 41,0(9)   | C(08)-C(07)-C(06)  | 104(2)    |
| C(05)-Co(1)-C(09) | 140,9(9)  | C(071)-C(07)-C(06) | 128(2)    |
| C(04)-Co(1)-C(07) | 135,7(10) | C(08)-C(07)-Co(1)  | 70,6(13)  |
| C(06)-Co(1)-C(07) | 43,4(9)   | C(071)-C(07)-Co(1) | 128,9(18) |
| C(02)-Co(1)-C(07) | 140,6(9)  | C(06)-C(07)-Co(1)  | 67,0(11)  |
| C(03)-Co(1)-C(07) | 175,4(9)  | C(05)-C(04)-C(03)  | 117(2)    |
| C(0A)-Co(1)-C(07) | 70,5(9)   | C(05)-C(04)-C(041) | 121(2)    |
| C(05)-Co(1)-C(07) | 108,3(9)  | C(03)-C(04)-C(041) | 122(2)    |
| C(09)-Co(1)-C(07) | 70,4(8)   | C(05)-C(04)-Co(1)  | 73,5(15)  |
| C(04)-Co(1)-C(01) | 67,5(9)   | C(03)-C(04)-Co(1)  | 72,4(14)  |
| C(06)-Co(1)-C(01) | 109,5(9)  | C(041)-C(04)-Co(1) | 125,8(17) |
| C(02)-Co(1)-C(01) | 41,5(8)   | C(06)-C(0A)-C(09)  | 109(2)    |
| C(03)-Co(1)-C(01) | 69,8(8)   | C(06)-C(0A)-C(0A1) | 124(2)    |
| C(0A)-Co(1)-C(01) | 135,5(9)  | C(09)-C(0A)-C(0A1) | 127(2)    |
| C(05)-Co(1)-C(01) | 42,6(8)   | C(06)-C(0A)-Co(1)  | 69,3(16)  |
| C(09)-Co(1)-C(01) | 176,2(9)  | C(09)-C(0A)-Co(1)  | 70,0(15)  |
| C(07)-Co(1)-C(01) | 110,5(9)  | C(0A1)-C(0A)-Co(1) | 129,0(17) |
| C(04)-Co(1)-C(08) | 112,9(10) | N(2)-C(2)-C(21)    | 175(3)    |

Tab. E.4.15e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 5e

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Pb(1)  | 21(1)    | 17(1)    | 25(1)    | 0(1)     | -2(1)    | 0(1)     |
| Pb(2)  | 21(1)    | 17(1)    | 25(1)    | 0(1)     | -1(1)    | 0(1)     |
| I(3)   | 30(1)    | 18(1)    | 28(1)    | 6(1)     | -1(1)    | 0(1)     |
| I(2)   | 31(1)    | 19(1)    | 22(1)    | -2(1)    | -1(1)    | -2(1)    |
| I(1)   | 27(1)    | 14(1)    | 26(1)    | -1(1)    | -2(1)    | 1(1)     |
| Co(1)  | 16(2)    | 9(2)     | 24(2)    | -1(2)    | 0(2)     | -1(1)    |
| C(05)  | 19(7)    | 16(7)    | 20(7)    | -2(5)    | 1(5)     | 0(5)     |
| C(061) | 16(7)    | 14(7)    | 17(7)    | -3(5)    | 3(5)     | -9(4)    |
| C(021) | 24(7)    | 24(7)    | 23(7)    | 2(5)     | -3(5)    | -1(5)    |
| C(081) | 23(7)    | 20(7)    | 26(8)    | -2(5)    | 1(5)     | -1(5)    |
| C(011) | 30(8)    | 33(8)    | 31(8)    | 0(5)     | 3(5)     | -3(5)    |
| C(051) | 21(7)    | 22(7)    | 23(7)    | 0(5)     | 4(5)     | -6(5)    |
| C(02)  | 24(7)    | 22(7)    | 23(7)    | -1(5)    | 4(5)     | 3(5)     |
| C(08)  | 30(8)    | 29(8)    | 28(8)    | 0(5)     | 2(5)     | -1(5)    |
| C(031) | 30(8)    | 30(8)    | 31(8)    | 1(5)     | 3(5)     | -1(5)    |
| C(06)  | 26(7)    | 24(7)    | 27(8)    | -2(5)    | 5(5)     | -1(5)    |
| C(01)  | 15(7)    | 14(7)    | 15(7)    | -1(5)    | 0(5)     | 2(4)     |
| C(11)  | 49(9)    | 44(9)    | 45(9)    | -1(5)    | 3(5)     | 0(5)     |
| C(091) | 29(8)    | 25(8)    | 26(8)    | 2(5)     | -1(5)    | 2(5)     |
| C(0A1) | 25(7)    | 22(7)    | 25(7)    | 1(5)     | 5(5)     | 1(5)     |
| C(071) | 25(8)    | 24(7)    | 26(8)    | -3(5)    | 4(5)     | 1(5)     |
| C(1)   | 42(8)    | 39(8)    | 40(9)    | 3(5)     | 0(5)     | 1(5)     |
| N(1)   | 44(7)    | 37(7)    | 39(7)    | 1(5)     | 0(5)     | -2(5)    |
| C(09)  | 18(7)    | 17(7)    | 18(7)    | 2(5)     | -3(5)    | 3(4)     |
| C(041) | 30(8)    | 27(8)    | 32(8)    | -5(5)    | -1(5)    | -4(5)    |
| C(07)  | 22(7)    | 19(7)    | 23(7)    | -1(5)    | -1(5)    | 1(5)     |
| C(04)  | 26(7)    | 28(7)    | 30(8)    | 1(5)     | 2(5)     | 1(5)     |

|       |        |        |        |       |      |      |
|-------|--------|--------|--------|-------|------|------|
| C(0A) | 31(8)  | 31(8)  | 31(8)  | 1(5)  | 0(5) | 0(5) |
| C(21) | 29(7)  | 24(7)  | 28(8)  | 0(5)  | 3(5) | 1(5) |
| N(2)  | 63(9)  | 60(9)  | 59(9)  | 0(5)  | 3(5) | 0(5) |
| C(2)  | 56(10) | 54(10) | 54(10) | -1(5) | 2(5) | 0(5) |

**Tab. E.4.15f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5e**.

| Atom   | x/a   | y/b  | z/c  | U(eq) |
|--------|-------|------|------|-------|
| H(06A) | 1304  | 3869 | 5698 | 23    |
| H(06B) | 291   | 3979 | 6545 | 23    |
| H(06C) | -666  | 4056 | 5626 | 23    |
| H(02A) | -5800 | 4111 | 5802 | 36    |
| H(02B) | -4710 | 3805 | 5109 | 36    |
| H(02C) | -3753 | 4180 | 5815 | 36    |
| H(08A) | 675   | 1678 | 6867 | 35    |
| H(08B) | -1380 | 1642 | 6855 | 35    |
| H(08C) | -353  | 1968 | 7598 | 35    |
| H(01A) | -3985 | 4153 | 7845 | 47    |
| H(01B) | -2563 | 4203 | 7145 | 47    |
| H(01C) | -2151 | 3869 | 8004 | 47    |
| H(05A) | -4266 | 2838 | 8762 | 33    |
| H(05B) | -2356 | 3039 | 8594 | 33    |
| H(05C) | -2870 | 2422 | 8436 | 33    |
| H(03A) | -7331 | 2761 | 5428 | 46    |
| H(03B) | -5861 | 2328 | 5264 | 46    |
| H(03C) | -5740 | 2920 | 4868 | 46    |
| H(11A) | -6420 | 4794 | 3682 | 69    |
| H(11B) | -7642 | 4769 | 4474 | 69    |
| H(11C) | -8465 | 4830 | 3523 | 69    |
| H(09A) | -1113 | 1816 | 4712 | 40    |
| H(09B) | -3020 | 2057 | 4727 | 40    |
| H(09C) | -2335 | 1653 | 5463 | 40    |
| H(0AA) | -832  | 3127 | 4042 | 36    |
| H(0AB) | -1958 | 3576 | 4491 | 36    |
| H(0AC) | -2803 | 3009 | 4226 | 36    |
| H(07A) | 2170  | 2995 | 7459 | 37    |
| H(07B) | 522   | 2826 | 7971 | 37    |
| H(07C) | 704   | 3430 | 7627 | 37    |
| H(04A) | -6125 | 1967 | 7307 | 44    |
| H(04B) | -4109 | 1835 | 7369 | 44    |
| H(04C) | -5144 | 1825 | 6461 | 44    |
| H(21A) | -6749 | 5912 | 7496 | 41    |
| H(21B) | -7924 | 5428 | 7812 | 41    |
| H(21C) | -8796 | 5939 | 7340 | 41    |

E.4.16  $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3]_2\text{I}$  (**5f**)Tab. E.4.16a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **5f**.

|  |  |   |
|--|--|---|
| Summenformel                               | $\text{C}_{38}\text{H}_{82}\text{CoI}\text{Si}_8$                  |   |
| Molekulargewicht                           | 949,59 g/mol   |   |
| Temperatur                                 | 173(2) K   |   |
| Wellenlänge                                | 0,71073 Å  |   |
| Kristallsystem, Raumgruppe                 | triklin, $P\bar{1}$  |   |
| Dimension der Elementarzelle               | $a = 9,4124(14)$ Å<br>$b = 17,039(3)$ Å<br>$c = 17,415(3)$ Å       | $\alpha = 73,066(5)^\circ$<br>$\beta = 90^\circ$<br>$\gamma = 90^\circ$ |
| Volumen                                    | 2671,9(7) Å <sup>3</sup>   |   |
| Z; Röntgenographische Dichte               | 2; 1,180 Mg/m <sup>3</sup>   |   |
| Absorptionskoeffizient                     | 1,101 mm <sup>-1</sup>   |   |
| F(000)                                     | 1004   |   |
| Kristallgröße                              | 0,60 x 0,30 x 0,30 mm  |   |
| Messbereich                                | $1,22^\circ \leq \theta \leq 27,88^\circ$                          |   |
| Messbereich d. reziproken Raumes           | $-12 \leq h \leq 12$ ; $-22 \leq k \leq 22$ ; $-22 \leq l \leq 22$ |   |
| Beobachtete Reflexe / unabhängig           | 61898 / 12605 [R(int) = 0,0733]                                    |   |
| Vollständigkeit bis $\theta = 27,88^\circ$ | 98,7 %   |   |
| Strukturverfeinerung                       | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an $F^2$                 |   |
| Daten / Restraints / Parameter             | 12605 / 0 / 463  |   |
| Anpassungsgüte an $F^2$ (GOF)              | 1,031  |   |
| Gütefaktoren [ $I > 2\sigma(I)$ ]          | R1 = 0,0454, wR2 = 0,1196  |   |
| Gütefaktoren (alle Daten)                  | R1 = 0,0679, wR2 = 0,1326  |   |
| Max. / min. Restelektronendichte           | 1,296 e/Å <sup>3</sup> und -1,022 e/Å <sup>3</sup>                 |   |



**Tab. E.4.16b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **5f** mit zwei Moleküle Acetonitril.

| Atom   | x/a      | y/b     | z/c      | U(eq) |
|--------|----------|---------|----------|-------|
| I(1)   | 9424(1)  | 4827(1) | 2577(1)  | 54(1) |
| Co(2A) | 5000     | 5000    | 0        | 19(1) |
| Co(4A) | 15000    | 5000    | -5000    | 20(1) |
| Si(5)  | 2919(1)  | 7771(1) | -365(1)  | 22(1) |
| Si(6)  | 17176(1) | 7754(1) | -5426(1) | 23(1) |
| Si(11) | 18578(1) | 8138(1) | -6600(1) | 31(1) |
| Si(61) | 18461(1) | 8059(1) | -4372(1) | 35(1) |
| Si(51) | 5044(1)  | 8515(1) | -765(1)  | 32(1) |
| Si(52) | 1224(1)  | 8154(1) | -1437(1) | 30(1) |
| Si(53) | 1935(1)  | 8043(1) | 777(1)   | 34(1) |
| Si(62) | 15033(1) | 8528(1) | -5677(1) | 33(1) |
| C(8)   | 4495(4)  | 6229(2) | -194(2)  | 22(1) |
| C(9)   | 13220(4) | 5747(2) | -5163(2) | 28(1) |
| C(17A) | 14327(4) | 6042(2) | -4733(2) | 26(1) |
| C(021) | 16951(4) | 6561(2) | -5045(2) | 25(1) |
| C(19A) | 15567(4) | 6226(2) | -5243(2) | 23(1) |
| C(20A) | 5711(4)  | 5994(2) | 342(2)   | 24(1) |
| C(041) | 3113(4)  | 6574(2) | -5(2)    | 26(1) |
| C(25A) | 13778(4) | 5738(2) | -5922(2) | 29(1) |
| C(26A) | 5838(5)  | 6061(2) | 1182(2)  | 33(1) |
| C(27A) | 6265(4)  | 5748(2) | -870(2)  | 27(1) |
| C(28A) | 6807(4)  | 5706(2) | -82(2)   | 26(1) |
| C(5AA) | 15220(4) | 6026(2) | -5972(2) | 25(1) |
| C(6AA) | 4832(4)  | 6070(2) | -940(2)  | 24(1) |
| C(10B) | 3887(5)  | 6241(2) | -1674(2) | 37(1) |
| C(12B) | 14185(5) | 6168(3) | -3915(3) | 41(1) |
| C(13B) | 16174(5) | 6136(3) | -6681(2) | 36(1) |
| C(15B) | 7085(5)  | 5537(3) | -1517(3) | 41(1) |
| C(19B) | 15504(6) | 9606(3) | -6307(3) | 51(1) |
| C(20B) | 19946(5) | 7315(3) | -6563(3) | 41(1) |
| C(1B)  | 2016(6)  | 8421(3) | -2463(3) | 50(1) |
| C(2B)  | 12958(5) | 5500(3) | -6574(3) | 43(1) |
| C(3B)  | 202(5)   | 9092(3) | -1370(3) | 47(1) |
| C(4B)  | 11739(4) | 5502(3) | -4871(3) | 41(1) |
| C(5B)  | 17519(6) | 8348(3) | -7577(3) | 48(1) |
| C(6B)  | -91(5)   | 7295(3) | -1330(3) | 51(1) |
| C(7B)  | 19568(6) | 9116(3) | -6625(3) | 52(1) |
| C(8B)  | 4505(6)  | 9634(3) | -1143(3) | 50(1) |
| C(9B)  | 18470(6) | 9192(3) | -4473(3) | 57(1) |
| C(10C) | 3189(6)  | 7647(4) | 1658(3)  | 56(1) |
| C(11B) | 14190(6) | 8628(3) | -4736(3) | 57(1) |
| C(12C) | 6383(5)  | 8405(3) | 73(3)    | 61(2) |
| C(13C) | 216(6)   | 7467(4) | 1009(3)  | 61(1) |
| C(15C) | 17578(7) | 7516(4) | -3400(3) | 65(2) |
| C(17B) | 5944(6)  | 8224(3) | -1598(4) | 59(1) |
| C(18B) | 20346(6) | 7665(4) | -4323(4) | 62(2) |
| C(19C) | 13714(5) | 8106(3) | -6266(4) | 60(2) |
| C(20C) | 1634(8)  | 9166(3) | 665(4)   | 70(2) |
| C(1)   | 8278(4)  | 5424(3) | 235(3)   | 39(1) |

Tab. E.4.16c Bindungslängen [Å] von Verbindung 5f.

|                 |            |               |          |
|-----------------|------------|---------------|----------|
| Co(2A)-C(27A)#1 | 2,053(4)   | Si(61)-C(18B) | 1,889(5) |
| Co(2A)-C(27A)   | 2,053(4)   | Si(51)-C(17B) | 1,867(5) |
| Co(2A)-C(20A)#1 | 2,064(3)   | Si(51)-C(12C) | 1,895(5) |
| Co(2A)-C(20A)   | 2,064(3)   | Si(51)-C(8B)  | 1,896(4) |
| Co(2A)-C(28A)   | 2,065(4)   | Si(52)-C(1B)  | 1,866(5) |
| Co(2A)-C(28A)#1 | 2,065(4)   | Si(52)-C(6B)  | 1,884(5) |
| Co(2A)-C(6AA)#1 | 2,072(3)   | Si(52)-C(3B)  | 1,898(4) |
| Co(2A)-C(6AA)   | 2,072(3)   | Si(53)-C(13C) | 1,875(6) |
| Co(2A)-C(8)     | 2,077(3)   | Si(53)-C(20C) | 1,886(5) |
| Co(2A)-C(8)#1   | 2,077(3)   | Si(53)-C(10C) | 1,898(5) |
| Co(4A)-C(5AA)   | 2,059(3)   | Si(62)-C(11B) | 1,873(5) |
| Co(4A)-C(5AA)#2 | 2,059(3)   | Si(62)-C(19C) | 1,881(5) |
| Co(4A)-C(17A)#2 | 2,062(3)   | Si(62)-C(19B) | 1,897(5) |
| Co(4A)-C(17A)   | 2,062(3)   | C(8)-C(6AA)   | 1,438(5) |
| Co(4A)-C(9)     | 2,073(4)   | C(8)-C(20A)   | 1,458(5) |
| Co(4A)-C(9)#2   | 2,073(4)   | C(8)-C(041)   | 1,503(5) |
| Co(4A)-C(25A)#2 | 2,075(4)   | C(9)-C(25A)   | 1,427(6) |
| Co(4A)-C(25A)   | 2,075(4)   | C(9)-C(17A)   | 1,456(5) |
| Co(4A)-C(19A)   | 2,076(3)   | C(9)-C(4B)    | 1,501(5) |
| Co(4A)-C(19A)#2 | 2,077(3)   | C(17A)-C(19A) | 1,446(5) |
| Si(5)-C(041)    | 1,960(4)   | C(17A)-C(12B) | 1,507(5) |
| Si(5)-Si(53)    | 2,3581(15) | C(021)-C(19A) | 1,503(5) |
| Si(5)-Si(51)    | 2,3618(15) | C(19A)-C(5AA) | 1,444(5) |
| Si(5)-Si(52)    | 2,3971(15) | C(20A)-C(28A) | 1,436(5) |
| Si(6)-C(021)    | 1,957(4)   | C(20A)-C(26A) | 1,504(5) |
| Si(6)-Si(11)    | 2,3611(15) | C(25A)-C(5AA) | 1,437(5) |
| Si(6)-Si(61)    | 2,3791(14) | C(25A)-C(2B)  | 1,522(5) |
| Si(6)-Si(62)    | 2,3794(15) | C(27A)-C(28A) | 1,447(5) |
| Si(11)-C(20B)   | 1,892(4)   | C(27A)-C(6AA) | 1,448(5) |
| Si(11)-C(7B)    | 1,898(4)   | C(27A)-C(15B) | 1,494(5) |
| Si(11)-C(5B)    | 1,913(5)   | C(28A)-C(1)   | 1,516(5) |
| Si(61)-C(15C)   | 1,870(5)   | C(5AA)-C(13B) | 1,494(5) |
| Si(61)-C(9B)    | 1,888(5)   | C(6AA)-C(10B) | 1,513(5) |

Die Atome mit der Endung #1 wurden mit der Symmetrieoperation (-x+1; -y+1, -z) erzeugt, die Atome mit der Endung #2 mit (-x+3; -y+1, -z-1).

Tab. E.4.16d Bindungswinkel [Å] von Verbindung 5f.

|                          |            |                      |            |
|--------------------------|------------|----------------------|------------|
| C(27A)#1-Co(2A)-C(27A)   | 180,0      | Si(11)-Si(6)-Si(62)  | 108,39(6)  |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(20A)#1 | 68,85(14)  | Si(61)-Si(6)-Si(62)  | 109,85(5)  |
| C(27A)-Co(2A)-C(20A)#1   | 111,14(14) | C(20B)-Si(11)-C(7B)  | 107,7(2)   |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(20A)   | 111,14(14) | C(20B)-Si(11)-C(5B)  | 109,2(2)   |
| C(27A)-Co(2A)-C(20A)     | 68,86(14)  | C(7B)-Si(11)-C(5B)   | 107,5(2)   |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(20A)   | 180,00(19) | C(20B)-Si(11)-Si(6)  | 109,59(15) |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(28A)   | 138,87(15) | C(7B)-Si(11)-Si(6)   | 108,29(16) |
| C(27A)-Co(2A)-C(28A)     | 41,13(15)  | C(5B)-Si(11)-Si(6)   | 114,36(16) |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(28A)   | 139,31(14) | C(15C)-Si(61)-C(9B)  | 108,0(3)   |
| C(20A)-Co(2A)-C(28A)     | 40,69(14)  | C(15C)-Si(61)-C(18B) | 107,5(3)   |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(28A)#1 | 41,13(15)  | C(9B)-Si(61)-C(18B)  | 109,9(3)   |
| C(27A)-Co(2A)-C(28A)#1   | 138,87(15) | C(15C)-Si(61)-Si(6)  | 108,09(18) |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(28A)#1 | 40,69(14)  | C(9B)-Si(61)-Si(6)   | 112,13(18) |
| C(20A)-Co(2A)-C(28A)#1   | 139,31(14) | C(18B)-Si(61)-Si(6)  | 110,98(17) |
| C(28A)-Co(2A)-C(28A)#1   | 180,0      | C(17B)-Si(51)-C(12C) | 107,9(3)   |

E. Anhang

|                          |            |                      |            |
|--------------------------|------------|----------------------|------------|
| C(27A)#1-Co(2A)-C(6AA)#1 | 41,09(14)  | C(17B)-Si(51)-C(8B)  | 108,6(2)   |
| C(27A)-Co(2A)-C(6AA)#1   | 138,91(14) | C(12C)-Si(51)-C(8B)  | 108,0(2)   |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(6AA)#1 | 69,23(14)  | C(17B)-Si(51)-Si(5)  | 111,86(16) |
| C(20A)-Co(2A)-C(6AA)#1   | 110,77(14) | C(12C)-Si(51)-Si(5)  | 114,32(17) |
| C(28A)-Co(2A)-C(6AA)#1   | 110,67(15) | C(8B)-Si(51)-Si(5)   | 105,92(17) |
| C(28A)#1-Co(2A)-C(6AA)#1 | 69,33(15)  | C(1B)-Si(52)-C(6B)   | 108,8(2)   |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(6AA)   | 138,91(14) | C(1B)-Si(52)-C(3B)   | 106,6(2)   |
| C(27A)-Co(2A)-C(6AA)     | 41,09(14)  | C(6B)-Si(52)-C(3B)   | 107,8(2)   |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(6AA)   | 110,77(14) | C(1B)-Si(52)-Si(5)   | 114,51(17) |
| C(20A)-Co(2A)-C(6AA)     | 69,23(14)  | C(6B)-Si(52)-Si(5)   | 109,48(16) |
| C(28A)-Co(2A)-C(6AA)     | 69,33(15)  | C(3B)-Si(52)-Si(5)   | 109,42(16) |
| C(28A)#1-Co(2A)-C(6AA)   | 110,67(15) | C(13C)-Si(53)-C(20C) | 110,1(3)   |
| C(6AA)#1-Co(2A)-C(6AA)   | 180,0      | C(13C)-Si(53)-C(10C) | 108,8(3)   |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(8)     | 111,56(14) | C(20C)-Si(53)-C(10C) | 106,7(3)   |
| C(27A)-Co(2A)-C(8)       | 68,44(14)  | C(13C)-Si(53)-Si(5)  | 107,55(17) |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(8)     | 138,78(14) | C(20C)-Si(53)-Si(5)  | 114,5(2)   |
| C(20A)-Co(2A)-C(8)       | 41,22(14)  | C(10C)-Si(53)-Si(5)  | 109,07(16) |
| C(28A)-Co(2A)-C(8)       | 68,75(14)  | C(11B)-Si(62)-C(19C) | 110,1(3)   |
| C(28A)#1-Co(2A)-C(8)     | 111,25(14) | C(11B)-Si(62)-C(19B) | 106,6(2)   |
| C(6AA)#1-Co(2A)-C(8)     | 139,44(13) | C(19C)-Si(62)-C(19B) | 107,4(3)   |
| C(6AA)-Co(2A)-C(8)       | 40,56(13)  | C(11B)-Si(62)-Si(6)  | 112,64(19) |
| C(27A)#1-Co(2A)-C(8)#1   | 68,44(14)  | C(19C)-Si(62)-Si(6)  | 112,36(16) |
| C(27A)-Co(2A)-C(8)#1     | 111,56(14) | C(19B)-Si(62)-Si(6)  | 107,42(17) |
| C(20A)#1-Co(2A)-C(8)#1   | 41,22(14)  | C(6AA)-C(8)-C(20A)   | 108,5(3)   |
| C(20A)-Co(2A)-C(8)#1     | 138,78(14) | C(6AA)-C(8)-C(041)   | 125,3(3)   |
| C(28A)-Co(2A)-C(8)#1     | 111,25(14) | C(20A)-C(8)-C(041)   | 126,2(3)   |
| C(28A)#1-Co(2A)-C(8)#1   | 68,75(14)  | C(6AA)-C(8)-Co(2A)   | 69,53(18)  |
| C(6AA)#1-Co(2A)-C(8)#1   | 40,56(13)  | C(20A)-C(8)-Co(2A)   | 68,92(18)  |
| C(6AA)-Co(2A)-C(8)#1     | 139,44(13) | C(041)-C(8)-Co(2A)   | 127,1(2)   |
| C(8)-Co(2A)-C(8)#1       | 180,0      | C(25A)-C(9)-C(17A)   | 108,2(3)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(5AA)#2   | 179,998(1) | C(25A)-C(9)-C(4B)    | 125,4(4)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(17A)#2   | 111,37(14) | C(17A)-C(9)-C(4B)    | 126,5(4)   |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(17A)#2 | 68,63(14)  | C(25A)-C(9)-Co(4A)   | 70,0(2)    |
| C(5AA)-Co(4A)-C(17A)     | 68,64(14)  | C(17A)-C(9)-Co(4A)   | 69,0(2)    |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(17A)   | 111,37(14) | C(4B)-C(9)-Co(4A)    | 127,2(3)   |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(17A)   | 180,0      | C(19A)-C(17A)-C(9)   | 107,9(3)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(9)       | 68,19(15)  | C(19A)-C(17A)-C(12B) | 126,0(3)   |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(9)     | 111,81(15) | C(9)-C(17A)-C(12B)   | 126,1(4)   |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(9)     | 138,79(15) | C(19A)-C(17A)-Co(4A) | 70,09(19)  |
| C(17A)-Co(4A)-C(9)       | 41,22(15)  | C(9)-C(17A)-Co(4A)   | 69,80(19)  |
| C(5AA)-Co(4A)-C(9)#2     | 111,81(15) | C(12B)-C(17A)-Co(4A) | 127,6(3)   |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(9)#2   | 68,19(15)  | C(19A)-C(021)-Si(6)  | 116,2(3)   |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(9)#2   | 41,21(15)  | C(5AA)-C(19A)-C(17A) | 107,0(3)   |
| C(17A)-Co(4A)-C(9)#2     | 138,78(15) | C(5AA)-C(19A)-C(021) | 127,0(3)   |
| C(9)-Co(4A)-C(9)#2       | 179,999(1) | C(17A)-C(19A)-C(021) | 126,0(3)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(25A)#2   | 139,31(14) | C(5AA)-C(19A)-Co(4A) | 68,91(18)  |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(25A)#2 | 40,69(14)  | C(17A)-C(19A)-Co(4A) | 69,02(18)  |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(25A)#2 | 68,69(15)  | C(021)-C(19A)-Co(4A) | 127,1(3)   |
| C(17A)-Co(4A)-C(25A)#2   | 111,31(15) | C(28A)-C(20A)-C(8)   | 107,8(3)   |
| C(9)-Co(4A)-C(25A)#2     | 139,77(16) | C(28A)-C(20A)-C(26A) | 125,2(3)   |
| C(9)#2-Co(4A)-C(25A)#2   | 40,23(16)  | C(8)-C(20A)-C(26A)   | 126,9(3)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(25A)     | 40,69(14)  | C(28A)-C(20A)-Co(2A) | 69,66(19)  |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(25A)   | 139,31(14) | C(8)-C(20A)-Co(2A)   | 69,85(18)  |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(25A)   | 111,31(15) | C(26A)-C(20A)-Co(2A) | 127,3(3)   |
| C(17A)-Co(4A)-C(25A)     | 68,69(15)  | C(8)-C(041)-Si(5)    | 116,6(2)   |
| C(9)-Co(4A)-C(25A)       | 40,23(16)  | C(9)-C(25A)-C(5AA)   | 107,9(3)   |
| C(9)#2-Co(4A)-C(25A)     | 139,77(16) | C(9)-C(25A)-C(2B)    | 125,6(4)   |
| C(25A)#2-Co(4A)-C(25A)   | 180,0      | C(5AA)-C(25A)-C(2B)  | 126,4(4)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(19A)     | 40,87(13)  | C(9)-C(25A)-Co(4A)   | 69,8(2)    |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(19A)   | 139,14(13) | C(5AA)-C(25A)-Co(4A) | 69,0(2)    |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(19A)   | 139,11(14) | C(2B)-C(25A)-Co(4A)  | 128,7(3)   |

## E. Anhang

|                          |            |                      |           |
|--------------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(17A)-Co(4A)-C(19A)     | 40,89(14)  | C(28A)-C(27A)-C(6AA) | 108,8(3)  |
| C(9)-Co(4A)-C(19A)       | 68,84(14)  | C(28A)-C(27A)-C(15B) | 125,3(4)  |
| C(9)#2-Co(4A)-C(19A)     | 111,16(14) | C(6AA)-C(27A)-C(15B) | 125,9(4)  |
| C(25A)#2-Co(4A)-C(19A)   | 111,22(14) | C(28A)-C(27A)-Co(2A) | 69,9(2)   |
| C(25A)-Co(4A)-C(19A)     | 68,78(14)  | C(6AA)-C(27A)-Co(2A) | 70,1(2)   |
| C(5AA)-Co(4A)-C(19A)#2   | 139,13(13) | C(15B)-C(27A)-Co(2A) | 128,5(3)  |
| C(5AA)#2-Co(4A)-C(19A)#2 | 40,86(13)  | C(20A)-C(28A)-C(27A) | 107,7(3)  |
| C(17A)#2-Co(4A)-C(19A)#2 | 40,89(14)  | C(20A)-C(28A)-C(1)   | 126,0(4)  |
| C(17A)-Co(4A)-C(19A)#2   | 139,11(14) | C(27A)-C(28A)-C(1)   | 126,2(3)  |
| C(9)-Co(4A)-C(19A)#2     | 111,16(14) | C(20A)-C(28A)-Co(2A) | 69,6(2)   |
| C(9)#2-Co(4A)-C(19A)#2   | 68,84(14)  | C(27A)-C(28A)-Co(2A) | 69,0(2)   |
| C(25A)#2-Co(4A)-C(19A)#2 | 68,77(14)  | C(1)-C(28A)-Co(2A)   | 127,6(3)  |
| C(25A)-Co(4A)-C(19A)#2   | 111,22(14) | C(25A)-C(5AA)-C(19A) | 108,9(3)  |
| C(19A)-Co(4A)-C(19A)#2   | 179,999(1) | C(25A)-C(5AA)-C(13B) | 125,2(3)  |
| C(041)-Si(5)-Si(53)      | 102,06(12) | C(19A)-C(5AA)-C(13B) | 125,8(3)  |
| C(041)-Si(5)-Si(51)      | 115,73(12) | C(25A)-C(5AA)-Co(4A) | 70,3(2)   |
| Si(53)-Si(5)-Si(51)      | 111,17(6)  | C(19A)-C(5AA)-Co(4A) | 70,23(19) |
| C(041)-Si(5)-Si(52)      | 109,41(12) | C(13B)-C(5AA)-Co(4A) | 127,8(3)  |
| Si(53)-Si(5)-Si(52)      | 108,63(5)  | C(8)-C(6AA)-C(27A)   | 107,2(3)  |
| Si(51)-Si(5)-Si(52)      | 109,47(6)  | C(8)-C(6AA)-C(10B)   | 126,3(3)  |
| C(021)-Si(6)-Si(11)      | 110,63(12) | C(27A)-C(6AA)-C(10B) | 126,4(3)  |
| C(021)-Si(6)-Si(61)      | 103,38(12) | C(8)-C(6AA)-Co(2A)   | 69,91(19) |
| Si(11)-Si(6)-Si(61)      | 108,46(6)  | C(27A)-C(6AA)-Co(2A) | 68,77(19) |
| C(021)-Si(6)-Si(62)      | 115,87(12) | C(10B)-C(6AA)-Co(2A) | 128,4(3)  |

Tab. E.4.16e Anisotrope Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 5f.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| I(1)   | 28(1)    | 90(1)    | 48(1)    | -25(1)   | 2(1)     | -1(1)    |
| Co(2A) | 22(1)    | 15(1)    | 22(1)    | -6(1)    | 4(1)     | 4(1)     |
| Co(4A) | 21(1)    | 17(1)    | 25(1)    | -8(1)    | -1(1)    | -4(1)    |
| Si(5)  | 22(1)    | 18(1)    | 28(1)    | -9(1)    | -1(1)    | 5(1)     |
| Si(6)  | 24(1)    | 20(1)    | 26(1)    | -9(1)    | 0(1)     | -5(1)    |
| Si(11) | 31(1)    | 26(1)    | 32(1)    | -2(1)    | 6(1)     | -1(1)    |
| Si(61) | 40(1)    | 32(1)    | 36(1)    | -17(1)   | -6(1)    | -8(1)    |
| Si(51) | 27(1)    | 26(1)    | 43(1)    | -9(1)    | 1(1)     | -2(1)    |
| Si(52) | 29(1)    | 25(1)    | 34(1)    | -5(1)    | -7(1)    | 4(1)     |
| Si(53) | 36(1)    | 34(1)    | 37(1)    | -19(1)   | 3(1)     | 12(1)    |
| Si(62) | 29(1)    | 28(1)    | 45(1)    | -16(1)   | 0(1)     | 2(1)     |
| C(8)   | 27(2)    | 13(1)    | 25(2)    | -6(1)    | 0(2)     | 5(1)     |
| C(9)   | 22(2)    | 18(2)    | 40(2)    | -4(2)    | -1(2)    | -2(1)    |
| C(17A) | 28(2)    | 19(2)    | 33(2)    | -10(2)   | 5(2)     | -2(1)    |
| C(021) | 27(2)    | 20(2)    | 30(2)    | -9(1)    | -1(2)    | -5(1)    |
| C(19A) | 27(2)    | 16(2)    | 26(2)    | -7(1)    | 2(2)     | -6(1)    |
| C(20A) | 26(2)    | 18(2)    | 28(2)    | -6(1)    | 2(2)     | 1(1)     |
| C(041) | 25(2)    | 22(2)    | 32(2)    | -10(2)   | 2(2)     | 6(1)     |
| C(25A) | 30(2)    | 20(2)    | 36(2)    | -7(2)    | -9(2)    | -3(1)    |
| C(26A) | 43(2)    | 29(2)    | 31(2)    | -15(2)   | -5(2)    | 1(2)     |
| C(27A) | 31(2)    | 17(2)    | 30(2)    | -4(1)    | 12(2)    | 1(1)     |
| C(28A) | 24(2)    | 20(2)    | 33(2)    | -6(2)    | 6(2)     | 1(1)     |
| C(5AA) | 31(2)    | 18(2)    | 25(2)    | -5(1)    | -1(2)    | -2(1)    |
| C(6AA) | 32(2)    | 16(2)    | 23(2)    | -4(1)    | 5(2)     | 1(1)     |
| C(10B) | 51(3)    | 30(2)    | 28(2)    | -6(2)    | -4(2)    | 4(2)     |
| C(12B) | 50(3)    | 34(2)    | 43(2)    | -19(2)   | 15(2)    | -6(2)    |
| C(13B) | 49(2)    | 36(2)    | 25(2)    | -11(2)   | 4(2)     | -8(2)    |
| C(15B) | 49(3)    | 35(2)    | 40(2)    | -12(2)   | 25(2)    | 1(2)     |
| C(19B) | 62(3)    | 28(2)    | 61(3)    | -11(2)   | 6(3)     | 10(2)    |

## E. Anhang

|        |        |       |       |        |        |        |
|--------|--------|-------|-------|--------|--------|--------|
| C(20B) | 32(2)  | 42(2) | 47(3) | -9(2)  | 8(2)   | 4(2)   |
| C(1B)  | 66(3)  | 49(3) | 33(2) | -8(2)  | -8(2)  | 13(2)  |
| C(2B)  | 47(3)  | 41(2) | 39(2) | -7(2)  | -19(2) | -9(2)  |
| C(3B)  | 46(3)  | 36(2) | 53(3) | -5(2)  | -4(2)  | 19(2)  |
| C(4B)  | 24(2)  | 35(2) | 60(3) | -9(2)  | 5(2)   | -2(2)  |
| C(5B)  | 57(3)  | 49(3) | 31(2) | -4(2)  | 4(2)   | 10(2)  |
| C(6B)  | 44(3)  | 39(2) | 66(3) | -7(2)  | -20(2) | -7(2)  |
| C(7B)  | 53(3)  | 33(2) | 62(3) | -4(2)  | 18(3)  | -16(2) |
| C(8B)  | 51(3)  | 30(2) | 66(3) | -12(2) | 1(3)   | -3(2)  |
| C(9B)  | 71(4)  | 40(3) | 71(4) | -31(3) | -5(3)  | -16(2) |
| C(10C) | 57(3)  | 78(4) | 40(3) | -29(3) | -4(2)  | 19(3)  |
| C(11B) | 57(3)  | 49(3) | 68(3) | -21(3) | 24(3)  | 8(2)   |
| C(12C) | 40(3)  | 60(3) | 72(4) | -3(3)  | -19(3) | -15(2) |
| C(13C) | 50(3)  | 84(4) | 55(3) | -30(3) | 18(3)  | -2(3)  |
| C(15C) | 96(5)  | 70(4) | 31(3) | -21(2) | 3(3)   | -19(3) |
| C(17B) | 43(3)  | 51(3) | 84(4) | -23(3) | 28(3)  | -10(2) |
| C(18B) | 49(3)  | 77(4) | 70(4) | -36(3) | -23(3) | 4(3)   |
| C(19C) | 40(3)  | 52(3) | 97(4) | -36(3) | -27(3) | 12(2)  |
| C(20C) | 100(5) | 49(3) | 74(4) | -40(3) | 0(3)   | 25(3)  |
| C(1)   | 24(2)  | 31(2) | 57(3) | -7(2)  | 2(2)   | -2(2)  |

**Tab. E.4.16f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **5f**.

| Atom   | x/a   | y/b  | z/c   | U(eq) |
|--------|-------|------|-------|-------|
| H(02A) | 17716 | 6314 | -5268 | 30    |
| H(02B) | 17064 | 6388 | -4466 | 30    |
| H(04A) | 2978  | 6390 | 572   | 31    |
| H(04B) | 2351  | 6341 | -244  | 31    |
| H(26A) | 6043  | 6618 | 1161  | 50    |
| H(26B) | 6591  | 5711 | 1457  | 50    |
| H(26C) | 4960  | 5895 | 1463  | 50    |
| H(10A) | 4053  | 6790 | -2010 | 55    |
| H(10B) | 2910  | 6185 | -1509 | 55    |
| H(10C) | 4099  | 5858 | -1967 | 55    |
| H(12A) | 13932 | 6728 | -3973 | 61    |
| H(12B) | 15074 | 6045 | -3635 | 61    |
| H(12C) | 13460 | 5812 | -3616 | 61    |
| H(13A) | 15890 | 6616 | -7098 | 54    |
| H(13B) | 16110 | 5664 | -6873 | 54    |
| H(13C) | 17137 | 6201 | -6527 | 54    |
| H(15A) | 7583  | 6014 | -1833 | 62    |
| H(15B) | 6443  | 5350 | -1855 | 62    |
| H(15C) | 7756  | 5111 | -1280 | 62    |
| H(19A) | 14681 | 9951 | -6368 | 77    |
| H(19B) | 15826 | 9592 | -6826 | 77    |
| H(19C) | 16245 | 9820 | -6046 | 77    |
| H(20A) | 20616 | 7511 | -6992 | 62    |
| H(20B) | 19481 | 6834 | -6621 | 62    |
| H(20C) | 20435 | 7181 | -6058 | 62    |
| H(1BA) | 1316  | 8691 | -2851 | 75    |
| H(1BB) | 2329  | 7930 | -2575 | 75    |
| H(1BC) | 2811  | 8781 | -2490 | 75    |
| H(2BA) | 12424 | 5963 | -6885 | 65    |
| H(2BB) | 12320 | 5057 | -6331 | 65    |
| H(2BC) | 13612 | 5329 | -6916 | 65    |
| H(3BA) | -469  | 9250 | -1803 | 70    |

E. Anhang

|        |       |      |       |     |
|--------|-------|------|-------|-----|
| H(3BB) | 853   | 9536 | -1407 | 70  |
| H(3BC) | -294  | 8967 | -867  | 70  |
| H(4BA) | 11131 | 5975 | -5018 | 61  |
| H(4BB) | 11746 | 5276 | -4297 | 61  |
| H(4BC) | 11392 | 5097 | -5110 | 61  |
| H(5BA) | 18090 | 8663 | -8016 | 71  |
| H(5BB) | 16674 | 8649 | -7538 | 71  |
| H(5BC) | 17264 | 7837 | -7668 | 71  |
| H(6BA) | -858  | 7481 | -1702 | 77  |
| H(6BB) | -458  | 7128 | -793  | 77  |
| H(6BC) | 374   | 6838 | -1442 | 77  |
| H(7BA) | 20168 | 9272 | -7091 | 77  |
| H(7BB) | 20140 | 9023 | -6150 | 77  |
| H(7BC) | 18898 | 9546 | -6646 | 77  |
| H(8BA) | 5305  | 9957 | -1396 | 74  |
| H(8BB) | 4189  | 9817 | -700  | 74  |
| H(8BC) | 3748  | 9694 | -1526 | 74  |
| H(9BA) | 19037 | 9291 | -4053 | 86  |
| H(9BB) | 17515 | 9375 | -4434 | 86  |
| H(9BC) | 18861 | 9487 | -4985 | 86  |
| H(10D) | 2825  | 7788 | 2116  | 84  |
| H(10E) | 4109  | 7892 | 1521  | 84  |
| H(10F) | 3268  | 7062 | 1784  | 84  |
| H(11A) | 13391 | 8993 | -4872 | 85  |
| H(11B) | 14871 | 8844 | -4440 | 85  |
| H(11C) | 13875 | 8099 | -4414 | 85  |
| H(12D) | 7111  | 8813 | -100  | 91  |
| H(12E) | 6803  | 7869 | 206   | 91  |
| H(12F) | 5914  | 8477 | 537   | 91  |
| H(13D) | -178  | 7534 | 1494  | 91  |
| H(13E) | 384   | 6895 | 1076  | 91  |
| H(13F) | -439  | 7676 | 575   | 91  |
| H(15D) | 18103 | 7612 | -2964 | 97  |
| H(15E) | 17551 | 6937 | -3339 | 97  |
| H(15F) | 16627 | 7719 | -3399 | 97  |
| H(17A) | 6744  | 8578 | -1783 | 88  |
| H(17B) | 5287  | 8278 | -2032 | 88  |
| H(17C) | 6263  | 7665 | -1407 | 88  |
| H(18A) | 20865 | 7835 | -3924 | 93  |
| H(18B) | 20793 | 7884 | -4836 | 93  |
| H(18C) | 20336 | 7077 | -4183 | 93  |
| H(19D) | 12932 | 8480 | -6422 | 90  |
| H(19E) | 13372 | 7585 | -5940 | 90  |
| H(19F) | 14166 | 8039 | -6737 | 90  |
| H(20D) | 1216  | 9225 | 1148  | 105 |
| H(20E) | 1006  | 9392 | 221   | 105 |
| H(20F) | 2525  | 9451 | 568   | 105 |
| H(1A)  | 8921  | 5881 | 92    | 58  |
| H(1B)  | 8603  | 5007 | 6     | 58  |
| H(1C)  | 8242  | 5205 | 809   | 58  |

E.4.17 (C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>)(C<sub>14</sub>H<sub>24</sub>)Co (6)

Fig. E.4.17a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 6.

|  |   |                                      |
|--|---|--------------------------------------|
| <b>Summenformel</b>                          | C <sub>24</sub> H <sub>39</sub> Co                          |                                      |
| <b>Molekulargewicht</b>                      | 386,48 g/mol  |                                      |
| <b>Temperatur</b>                            | 173(2) K  |                                      |
| <b>Wellenlänge</b>                           | 0,71073 Å   |                                      |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>            | monoklin, P2 <sub>1</sub> /c                                |                                      |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>          | a = 15,320(3) Å<br>b = 9,5755(19) Å<br>c = 15,113(3) Å      | α = 90°<br>β = 101,93(3)°<br>γ = 90° |
| <b>Volumen</b>                               | 2169,2(8) Å <sup>3</sup>                                    |                                      |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>          | 4; 1,183 Mg/m <sup>3</sup>                                  |                                      |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                | 0,795 mm <sup>-1</sup>                                      |                                      |
| <b>F(000)</b>                                | 840   |                                      |
| <b>Kristallgröße</b>                         | 0,30 x 0,30 x 0,30 mm                                       |                                      |
| <b>Messbereich</b>                           | 3,31° ≤ θ ≤ 28,79°  |                                      |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>      | -20 ≤ h ≤ 20; -12 ≤ k ≤ 12; -18 ≤ l ≤ 20                    |                                      |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>      | 14544 / 5529 [R(int) = 0,0415]                              |                                      |
| <b>Vollständigkeit bis θ = 28,79°</b>        | 97,9 %  |                                      |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |                                      |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>        | 5529 / 0 / 239  |                                      |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b> | 0,986   |                                      |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2σ(I)]</b>           | R1 = 0,0363, wR2 = 0,0858                                   |                                      |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>             | R1 = 0,0668, wR2 = 0,0987                                   |                                      |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>      | 0,332 e/Å <sup>3</sup> und -0,298 e/Å <sup>3</sup>          |                                      |

**Tab. E.4.17b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung 6.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Co(1)  | 7036(1)  | 17(1)    | 3269(1) | 26(1) |
| C(151) | 7965(2)  | 182(3)   | 5289(1) | 51(1) |
| C(12)  | 7415(1)  | 2029(2)  | 3056(1) | 30(1) |
| C(13)  | 8382(1)  | 1609(2)  | 3051(1) | 31(1) |
| C(21)  | 6709(1)  | -2068(2) | 3368(1) | 33(1) |
| C(132) | 9111(1)  | 2776(2)  | 3427(2) | 40(1) |
| C(11)  | 7239(1)  | 1791(2)  | 3939(1) | 34(1) |
| C(15)  | 7854(1)  | 729(2)   | 4347(1) | 34(1) |
| C(131) | 8475(2)  | 1121(2)  | 2108(2) | 42(1) |
| C(14)  | 8373(1)  | 371(2)   | 3694(1) | 31(1) |
| C(22)  | 6811(1)  | -1767(2) | 2465(1) | 34(1) |
| C(121) | 6865(1)  | 2981(2)  | 2371(2) | 44(1) |
| C(25)  | 6007(1)  | -1230(2) | 3557(2) | 38(1) |
| C(221) | 7417(2)  | -2526(3) | 1972(2) | 53(1) |
| C(141) | 9068(2)  | -768(2)  | 3844(2) | 46(1) |
| C(23)  | 6174(1)  | -726(2)  | 2108(2) | 40(1) |
| C(24)  | 5686(1)  | -378(2)  | 2791(2) | 42(1) |
| C(241) | 4927(2)  | 639(3)   | 2690(3) | 69(1) |
| C(134) | 9097(2)  | 3195(4)  | 4394(2) | 77(1) |
| C(133) | 8959(2)  | 4097(3)  | 2859(2) | 65(1) |
| C(135) | 10057(2) | 2260(3)  | 3422(3) | 72(1) |
| C(251) | 5649(2)  | -1284(3) | 4406(2) | 61(1) |
| C(231) | 5991(2)  | -169(3)  | 1158(2) | 65(1) |
| C(211) | 7206(2)  | -3181(2) | 3972(2) | 47(1) |
| C(111) | 6581(2)  | 2547(3)  | 4374(2) | 54(1) |

**Tab. E.4.17c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung 6

|              |            |               |          |
|--------------|------------|---------------|----------|
| Co(1)-C(15)  | 1,962(2)   | C(21)-C(22)   | 1,435(3) |
| Co(1)-C(11)  | 1,9691(19) | C(21)-C(211)  | 1,504(3) |
| Co(1)-C(14)  | 2,0455(19) | C(132)-C(133) | 1,519(3) |
| Co(1)-C(12)  | 2,0569(19) | C(132)-C(134) | 1,520(4) |
| Co(1)-C(21)  | 2,0713(19) | C(132)-C(135) | 1,533(3) |
| Co(1)-C(24)  | 2,079(2)   | C(11)-C(15)   | 1,436(3) |
| Co(1)-C(22)  | 2,0833(19) | C(11)-C(111)  | 1,499(3) |
| Co(1)-C(23)  | 2,090(2)   | C(15)-C(14)   | 1,431(3) |
| Co(1)-C(25)  | 2,094(2)   | C(14)-C(141)  | 1,508(3) |
| C(151)-C(15) | 1,493(3)   | C(22)-C(23)   | 1,421(3) |
| C(12)-C(11)  | 1,433(3)   | C(22)-C(221)  | 1,494(3) |
| C(12)-C(121) | 1,500(3)   | C(25)-C(24)   | 1,419(3) |
| C(12)-C(13)  | 1,536(3)   | C(25)-C(251)  | 1,496(3) |
| C(13)-C(131) | 1,535(3)   | C(23)-C(24)   | 1,433(4) |
| C(13)-C(14)  | 1,534(3)   | C(23)-C(231)  | 1,503(3) |
| C(13)-C(132) | 1,598(3)   | C(24)-C(241)  | 1,500(3) |
| C(21)-C(25)  | 1,417(3)   |               |          |



Tab. E.4.17d Bindungswinkel [°] von Verbindung 6.

|                     |            |                      |            |
|---------------------|------------|----------------------|------------|
| C(15)-Co(1)-C(11)   | 42,86(8)   | C(25)-C(21)-Co(1)    | 70,96(11)  |
| C(15)-Co(1)-C(14)   | 41,78(9)   | C(22)-C(21)-Co(1)    | 70,25(11)  |
| C(11)-Co(1)-C(14)   | 69,72(8)   | C(211)-C(21)-Co(1)   | 128,85(15) |
| C(15)-Co(1)-C(12)   | 69,62(8)   | C(133)-C(132)-C(134) | 107,0(2)   |
| C(11)-Co(1)-C(12)   | 41,63(8)   | C(133)-C(132)-C(135) | 107,4(2)   |
| C(14)-Co(1)-C(12)   | 66,21(7)   | C(134)-C(132)-C(135) | 106,9(2)   |
| C(15)-Co(1)-C(21)   | 113,40(8)  | C(133)-C(132)-C(13)  | 111,55(18) |
| C(11)-Co(1)-C(21)   | 144,02(9)  | C(134)-C(132)-C(13)  | 112,26(19) |
| C(14)-Co(1)-C(21)   | 112,25(8)  | C(135)-C(132)-C(13)  | 111,43(19) |
| C(12)-Co(1)-C(21)   | 174,02(8)  | C(12)-C(11)-C(15)    | 106,25(17) |
| C(15)-Co(1)-C(24)   | 140,43(10) | C(12)-C(11)-C(111)   | 127,2(2)   |
| C(11)-Co(1)-C(24)   | 112,08(9)  | C(15)-C(11)-C(111)   | 126,5(2)   |
| C(14)-Co(1)-C(24)   | 177,78(10) | C(12)-C(11)-Co(1)    | 72,47(11)  |
| C(12)-Co(1)-C(24)   | 114,13(8)  | C(15)-C(11)-Co(1)    | 68,29(11)  |
| C(21)-Co(1)-C(24)   | 67,17(8)   | C(111)-C(11)-Co(1)   | 126,38(16) |
| C(15)-Co(1)-C(22)   | 140,32(8)  | C(14)-C(15)-C(11)    | 106,37(17) |
| C(11)-Co(1)-C(22)   | 175,40(9)  | C(14)-C(15)-C(151)   | 127,1(2)   |
| C(14)-Co(1)-C(22)   | 110,70(8)  | C(11)-C(15)-C(151)   | 126,4(2)   |
| C(12)-Co(1)-C(22)   | 134,01(8)  | C(14)-C(15)-Co(1)    | 72,25(11)  |
| C(21)-Co(1)-C(22)   | 40,41(8)   | C(11)-C(15)-Co(1)    | 68,85(11)  |
| C(24)-Co(1)-C(22)   | 67,40(9)   | C(151)-C(15)-Co(1)   | 126,69(15) |
| C(15)-Co(1)-C(23)   | 179,17(9)  | C(15)-C(14)-C(141)   | 123,00(19) |
| C(11)-Co(1)-C(23)   | 136,93(9)  | C(15)-C(14)-C(13)    | 109,30(16) |
| C(14)-Co(1)-C(23)   | 137,58(9)  | C(141)-C(14)-C(13)   | 123,79(19) |
| C(12)-Co(1)-C(23)   | 109,71(8)  | C(15)-C(14)-Co(1)    | 65,97(11)  |
| C(21)-Co(1)-C(23)   | 67,21(8)   | C(141)-C(14)-Co(1)   | 123,86(14) |
| C(24)-Co(1)-C(23)   | 40,21(10)  | C(13)-C(14)-Co(1)    | 93,91(11)  |
| C(22)-Co(1)-C(23)   | 39,82(8)   | C(23)-C(22)-C(21)    | 107,50(19) |
| C(15)-Co(1)-C(25)   | 113,86(9)  | C(23)-C(22)-C(221)   | 126,9(2)   |
| C(11)-Co(1)-C(25)   | 115,53(9)  | C(21)-C(22)-C(221)   | 125,3(2)   |
| C(14)-Co(1)-C(25)   | 141,03(8)  | C(23)-C(22)-Co(1)    | 70,34(11)  |
| C(12)-Co(1)-C(25)   | 144,69(8)  | C(21)-C(22)-Co(1)    | 69,34(11)  |
| C(21)-Co(1)-C(25)   | 39,79(8)   | C(221)-C(22)-Co(1)   | 130,16(16) |
| C(24)-Co(1)-C(25)   | 39,77(9)   | C(21)-C(25)-C(24)    | 108,1(2)   |
| C(22)-Co(1)-C(25)   | 67,23(9)   | C(21)-C(25)-C(251)   | 125,6(2)   |
| C(23)-Co(1)-C(25)   | 66,97(9)   | C(24)-C(25)-C(251)   | 126,3(2)   |
| C(11)-C(12)-C(121)  | 123,52(18) | C(21)-C(25)-Co(1)    | 69,26(11)  |
| C(11)-C(12)-C(13)   | 109,24(16) | C(24)-C(25)-Co(1)    | 69,56(12)  |
| C(121)-C(12)-C(13)  | 124,07(18) | C(251)-C(25)-Co(1)   | 128,54(17) |
| C(11)-C(12)-Co(1)   | 65,90(10)  | C(22)-C(23)-C(24)    | 108,03(19) |
| C(121)-C(12)-Co(1)  | 122,71(14) | C(22)-C(23)-C(231)   | 126,1(2)   |
| C(13)-C(12)-Co(1)   | 93,42(11)  | C(24)-C(23)-C(231)   | 125,7(2)   |
| C(131)-C(13)-C(14)  | 111,54(17) | C(22)-C(23)-Co(1)    | 69,84(11)  |
| C(131)-C(13)-C(12)  | 111,00(16) | C(24)-C(23)-Co(1)    | 69,49(12)  |
| C(14)-C(13)-C(12)   | 93,72(15)  | C(231)-C(23)-Co(1)   | 129,93(16) |
| C(131)-C(13)-C(132) | 110,55(17) | C(25)-C(24)-C(23)    | 108,03(18) |
| C(14)-C(13)-C(132)  | 114,31(16) | C(25)-C(24)-C(241)   | 125,9(3)   |
| C(12)-C(13)-C(132)  | 114,78(16) | C(23)-C(24)-C(241)   | 125,9(2)   |
| C(25)-C(21)-C(22)   | 108,34(18) | C(25)-C(24)-Co(1)    | 70,66(12)  |
| C(25)-C(21)-C(211)  | 126,1(2)   | C(23)-C(24)-Co(1)    | 70,30(12)  |
| C(22)-C(21)-C(211)  | 125,4(2)   | C(241)-C(24)-Co(1)   | 127,69(17) |

Tab. E.4.17e Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 6.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Co(1)  | 29(1)    | 24(1)    | 26(1)    | 0(1)     | 7(1)     | 1(1)     |
| C(151) | 72(2)    | 55(2)    | 26(1)    | 1(1)     | 5(1)     | -10(1)   |
| C(12)  | 32(1)    | 25(1)    | 35(1)    | 1(1)     | 8(1)     | 0(1)     |
| C(13)  | 30(1)    | 33(1)    | 31(1)    | 2(1)     | 7(1)     | 2(1)     |
| C(21)  | 39(1)    | 25(1)    | 35(1)    | -1(1)    | 8(1)     | -3(1)    |
| C(132) | 34(1)    | 40(1)    | 45(1)    | 7(1)     | 7(1)     | -4(1)    |
| C(11)  | 39(1)    | 29(1)    | 37(1)    | -7(1)    | 15(1)    | -3(1)    |
| C(15)  | 44(1)    | 33(1)    | 26(1)    | -1(1)    | 6(1)     | -5(1)    |
| C(131) | 47(1)    | 47(1)    | 36(1)    | 2(1)     | 17(1)    | 1(1)     |
| C(14)  | 30(1)    | 32(1)    | 31(1)    | 1(1)     | 3(1)     | 1(1)     |
| C(22)  | 42(1)    | 29(1)    | 31(1)    | -7(1)    | 8(1)     | -5(1)    |
| C(121) | 38(1)    | 34(1)    | 58(1)    | 13(1)    | 5(1)     | 3(1)     |
| C(25)  | 39(1)    | 31(1)    | 48(1)    | -3(1)    | 17(1)    | -7(1)    |
| C(221) | 71(2)    | 44(1)    | 48(1)    | -15(1)   | 24(1)    | -4(1)    |
| C(141) | 38(1)    | 41(1)    | 55(1)    | 9(1)     | 3(1)     | 7(1)     |
| C(23)  | 44(1)    | 34(1)    | 37(1)    | 2(1)     | -6(1)    | -7(1)    |
| C(24)  | 29(1)    | 33(1)    | 62(1)    | 2(1)     | 3(1)     | -1(1)    |
| C(241) | 35(1)    | 44(1)    | 125(3)   | 8(2)     | 9(1)     | 5(1)     |
| C(134) | 86(2)    | 86(2)    | 60(2)    | -24(2)   | 17(2)    | -53(2)   |
| C(133) | 55(1)    | 46(1)    | 84(2)    | 21(1)    | -5(1)    | -14(1)   |
| C(135) | 33(1)    | 58(2)    | 121(3)   | 3(2)     | 6(1)     | -7(1)    |
| C(251) | 72(2)    | 54(2)    | 72(2)    | -11(1)   | 46(2)    | -13(1)   |
| C(231) | 81(2)    | 58(2)    | 41(1)    | 12(1)    | -18(1)   | -16(1)   |
| C(211) | 60(1)    | 33(1)    | 44(1)    | 7(1)     | 3(1)     | 1(1)     |
| C(111) | 62(2)    | 40(1)    | 69(2)    | -15(1)   | 37(1)    | 1(1)     |

Tab. E.4.17f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 6.

| Atom   | x/a  | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|------|-------|------|-------|
| H(1A)  | 8411 | 719   | 5685 | 77    |
| H(1B)  | 8147 | -779  | 5303 | 77    |
| H(1C)  | 7409 | 253   | 5483 | 77    |
| H(3AA) | 8007 | 469   | 1875 | 63    |
| H(3AB) | 9043 | 677   | 2148 | 63    |
| H(3AC) | 8431 | 1911  | 1710 | 63    |
| H(6AA) | 7032 | 3932  | 2516 | 66    |
| H(6AB) | 6245 | 2856  | 2378 | 66    |
| H(6AC) | 6966 | 2762  | 1780 | 66    |
| H(8AA) | 7145 | -3390 | 1740 | 79    |
| H(8AB) | 7974 | -2715 | 2379 | 79    |
| H(8AC) | 7522 | -1961 | 1480 | 79    |
| H(9AA) | 9623 | -398  | 4173 | 69    |
| H(9AB) | 9146 | -1118 | 3271 | 69    |
| H(9AC) | 8876 | -1512 | 4185 | 69    |
| H(19A) | 4377 | 165   | 2450 | 103   |
| H(19B) | 5015 | 1374  | 2286 | 103   |
| H(19C) | 4904 | 1028  | 3270 | 103   |
| H(2CA) | 9555 | 3876  | 4598 | 116   |
| H(2CB) | 9203 | 2387  | 4778 | 116   |
| H(2CC) | 8526 | 3587  | 4419 | 116   |
| H(3CA) | 9398 | 4782  | 3110 | 97    |

E. Anhang

|        |       |       |      |     |
|--------|-------|-------|------|-----|
| H(3CB) | 8374  | 4457  | 2858 | 97  |
| H(3CC) | 9010  | 3887  | 2250 | 97  |
| H(4CA) | 10480 | 2965  | 3678 | 108 |
| H(4CB) | 10110 | 2073  | 2812 | 108 |
| H(4CC) | 10172 | 1421  | 3774 | 108 |
| H(16A) | 5178  | -1962 | 4339 | 92  |
| H(16B) | 5421  | -382  | 4519 | 92  |
| H(16C) | 6118  | -1542 | 4904 | 92  |
| H(19D) | 5549  | -740  | 782  | 97  |
| H(19E) | 6531  | -183  | 930  | 97  |
| H(19F) | 5776  | 773   | 1156 | 97  |
| H(1DA) | 6864  | -4028 | 3900 | 70  |
| H(1DB) | 7299  | -2880 | 4591 | 70  |
| H(1DC) | 7772  | -3344 | 3813 | 70  |
| H(2DA) | 6863  | 3348  | 4694 | 81  |
| H(2DB) | 6376  | 1934  | 4790 | 81  |
| H(2DC) | 6084  | 2844  | 3917 | 81  |

E.4.18 *cis*-(Cp<sub>2</sub>Mo)<sub>2</sub>(HSnSit)<sub>2</sub> (*cis*-7)Fig. E.4.18a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung *cis*-7 mit einem Molekül Benzol

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>50</sub> H <sub>94</sub> Mo <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> Sn <sub>2</sub> |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1349,24 g/mol   |  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | trikin, P $\bar{1}$   |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 10,0072(3) Å<br>b = 15,7010(5) Å<br>c = 20,5783(3) Å                        | $\alpha = 96,1308(11)^\circ$<br>$\beta = 96,5770(11)^\circ$<br>$\gamma = 103,6780(11)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 3090,78(16) Å <sup>3</sup>  |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 4; 1,450 Mg/m <sup>3</sup>  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,380 mm <sup>-1</sup>  |  |
| <b>F(000)</b>  | 1380  |  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,40 x 0,50 x 0,40 mm   |  |
| <b>Messbereich</b>   | 2,57° ≤ $\theta$ ≤ 28,48°   |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -12 ≤ h ≤ 13; -20 ≤ k ≤ 20; -27 ≤ l ≤ 27  |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 74059 / 15397 [R(int) = 0,0798]   |  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 29,00^\circ</math></b> | 98,5 %  |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                     |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 15397 / 0 / 589   |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,836   |  |
| <b>Gütefaktoren [I &gt; 2<math>\sigma</math>(I)]</b>         | R1 = 0,0358, wR2 = 0,0536   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0811, wR2 = 0,0594   |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,597 e/Å <sup>3</sup> und -0,690 e/Å <sup>3</sup>                              |  |

**Tab. E.4.18b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung cis-7 mit einem Molekül Benzol.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c     | U(eq) |
|--------|----------|----------|---------|-------|
| Mo(1)  | 2850(1)  | 9001(1)  | 3074(1) | 23(1) |
| Mo(2)  | -482(1)  | 9957(1)  | 1796(1) | 23(1) |
| Sn(1)  | 703(1)   | 8483(1)  | 1960(1) | 21(1) |
| Sn(2)  | 1964(1)  | 10541(1) | 2760(1) | 23(1) |
| C(101) | 4076(4)  | 9347(3)  | 2224(2) | 32(1) |
| C(102) | 4008(4)  | 8448(3)  | 2293(2) | 35(1) |
| C(103) | 4740(4)  | 8435(3)  | 2910(2) | 42(1) |
| C(104) | 5254(4)  | 9309(3)  | 3228(2) | 39(1) |
| C(105) | 4872(4)  | 9878(3)  | 2808(2) | 34(1) |
| C(301) | -1432(4) | 9624(3)  | 2734(2) | 47(1) |
| C(302) | -1644(4) | 10432(3) | 2602(2) | 46(1) |
| C(303) | -2497(4) | 10281(3) | 2003(2) | 49(1) |
| C(304) | -2815(4) | 9377(4)  | 1770(2) | 55(1) |
| C(305) | -2176(5) | 8968(3)  | 2230(3) | 51(1) |
| C(201) | 2718(4)  | 9235(3)  | 4175(2) | 39(1) |
| C(202) | 1417(4)  | 9267(3)  | 3861(2) | 34(1) |
| C(203) | 802(4)   | 8429(3)  | 3491(2) | 38(1) |
| C(204) | 1711(5)  | 7885(3)  | 3573(2) | 44(1) |
| C(205) | 2876(5)  | 8376(3)  | 3998(2) | 50(1) |
| C(401) | 862(4)   | 11077(3) | 1339(2) | 41(1) |
| C(402) | 1263(4)  | 10277(3) | 1167(2) | 33(1) |
| C(403) | 116(4)   | 9673(3)  | 754(2)  | 36(1) |
| C(404) | -958(4)  | 10093(3) | 692(2)  | 37(1) |
| C(405) | -504(4)  | 10955(3) | 1047(2) | 41(1) |
| Si(1)  | -823(1)  | 6773(1)  | 1790(1) | 24(1) |
| Si(11) | 804(1)   | 5906(1)  | 1650(1) | 30(1) |
| C(111) | -6(4)    | 4684(2)  | 1550(2) | 48(1) |
| C(112) | 2228(4)  | 6119(2)  | 2374(2) | 42(1) |
| C(113) | 1679(4)  | 6113(3)  | 904(2)  | 49(1) |
| Si(12) | -2618(1) | 6346(1)  | 853(1)  | 29(1) |
| C(121) | -2924(4) | 5129(2)  | 561(2)  | 41(1) |
| C(122) | -4288(4) | 6544(3)  | 1098(2) | 42(1) |
| C(123) | -2292(4) | 6935(2)  | 97(2)   | 30(1) |
| C(124) | -805(4)  | 7014(3)  | -54(2)  | 44(1) |
| C(125) | -3305(4) | 6432(3)  | -518(2) | 53(1) |
| C(126) | -2533(4) | 7867(2)  | 230(2)  | 46(1) |
| Si(13) | -2039(1) | 6125(1)  | 2625(1) | 31(1) |
| C(131) | -3344(4) | 5045(3)  | 2286(2) | 48(1) |
| C(132) | -3047(4) | 6849(3)  | 3022(2) | 44(1) |
| C(133) | -906(4)  | 5803(3)  | 3306(2) | 47(1) |
| Si(2)  | 2437(1)  | 11999(1) | 3672(1) | 25(1) |
| Si(21) | 4907(1)  | 12366(1) | 3961(1) | 31(1) |
| C(211) | 5768(4)  | 12459(3) | 3187(2) | 43(1) |
| C(212) | 5318(4)  | 11397(2) | 4337(2) | 38(1) |
| C(213) | 5819(4)  | 13414(2) | 4563(2) | 36(1) |
| C(214) | 5213(4)  | 13428(3) | 5216(2) | 55(1) |
| C(215) | 7376(4)  | 13440(3) | 4720(2) | 61(1) |
| C(216) | 5698(5)  | 14253(3) | 4267(2) | 67(2) |
| Si(22) | 1771(1)  | 13114(1) | 3118(1) | 36(1) |
| C(221) | 2941(4)  | 13417(3) | 2485(2) | 58(1) |
| C(222) | 1842(5)  | 14168(3) | 3667(2) | 65(1) |
| C(223) | -57(4)   | 12740(3) | 2689(2) | 58(1) |
| Si(23) | 1263(1)  | 11859(1) | 4609(1) | 34(1) |
| C(231) | 1114(4)  | 12943(3) | 5034(2) | 54(1) |
| C(232) | -595(4)  | 11208(3) | 4376(2) | 48(1) |
| C(233) | 2109(4)  | 11306(3) | 5246(2) | 44(1) |

## E. Anhang

|       |          |         |         |       |
|-------|----------|---------|---------|-------|
| C(01) | -3231(5) | 1903(4) | 120(3)  | 65(2) |
| C(02) | -2829(6) | 2538(4) | 640(4)  | 90(2) |
| C(03) | -3471(7) | 2491(4) | 1191(3) | 81(2) |
| C(04) | -4579(6) | 1792(4) | 1200(2) | 72(2) |
| C(05) | -4990(5) | 1153(4) | 667(3)  | 70(2) |
| C(06) | -4310(5) | 1216(3) | 129(2)  | 64(1) |

Tab. E.4.18c Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung *cis-7*.

|               |            |               |            |
|---------------|------------|---------------|------------|
| Mo(1)-C(205)  | 2,231(4)   | C(121)-H(12C) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(204)  | 2,266(4)   | C(122)-H(12D) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(201)  | 2,280(3)   | C(122)-H(12E) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(101)  | 2,289(3)   | C(122)-H(12F) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(102)  | 2,299(3)   | C(123)-C(124) | 1,534(5)   |
| Mo(1)-C(103)  | 2,315(4)   | C(123)-C(125) | 1,539(5)   |
| Mo(1)-C(104)  | 2,316(4)   | C(123)-C(126) | 1,539(5)   |
| Mo(1)-C(105)  | 2,320(3)   | C(124)-H(12G) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(203)  | 2,333(4)   | C(124)-H(12H) | 0,9600     |
| Mo(1)-C(202)  | 2,351(3)   | C(124)-H(12I) | 0,9600     |
| Mo(1)-Sn(1)   | 2,8603(4)  | C(125)-H(12J) | 0,9600     |
| Mo(1)-Sn(2)   | 2,8747(4)  | C(125)-H(12K) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(303)  | 2,268(4)   | C(125)-H(12L) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(402)  | 2,286(3)   | C(126)-H(12M) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(304)  | 2,288(4)   | C(126)-H(12N) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(302)  | 2,290(4)   | C(126)-H(12O) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(301)  | 2,302(3)   | Si(13)-C(132) | 1,874(4)   |
| Mo(2)-C(401)  | 2,305(3)   | Si(13)-C(131) | 1,886(4)   |
| Mo(2)-C(404)  | 2,312(3)   | Si(13)-C(133) | 1,888(4)   |
| Mo(2)-C(405)  | 2,315(3)   | C(131)-H(13A) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(403)  | 2,318(3)   | C(131)-H(13B) | 0,9600     |
| Mo(2)-C(305)  | 2,341(4)   | C(131)-H(13C) | 0,9600     |
| Mo(2)-Sn(2)   | 2,8642(4)  | C(132)-H(13D) | 0,9600     |
| Mo(2)-Sn(1)   | 2,8718(4)  | C(132)-H(13E) | 0,9600     |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,7209(10) | C(132)-H(13F) | 0,9600     |
| Sn(1)-H(1)    | 1,67(3)    | C(133)-H(13G) | 0,9600     |
| Sn(2)-Si(2)   | 2,7123(10) | C(133)-H(13H) | 0,9600     |
| Sn(2)-H(2)    | 1,69(3)    | C(133)-H(13I) | 0,9600     |
| C(101)-C(102) | 1,420(5)   | Si(2)-Si(22)  | 2,3695(14) |
| C(101)-C(105) | 1,424(5)   | Si(2)-Si(23)  | 2,3720(13) |
| C(101)-H(10B) | 0,9300     | Si(2)-Si(21)  | 2,3897(15) |
| C(102)-C(103) | 1,398(5)   | Si(21)-C(212) | 1,885(4)   |
| C(102)-H(10C) | 0,9300     | Si(21)-C(211) | 1,899(3)   |
| C(103)-C(104) | 1,404(5)   | Si(21)-C(213) | 1,915(4)   |
| C(103)-H(10D) | 0,9300     | C(211)-H(21A) | 0,9600     |
| C(104)-C(105) | 1,392(5)   | C(211)-H(21B) | 0,9600     |
| C(104)-H(10A) | 0,9300     | C(211)-H(21C) | 0,9600     |
| C(105)-H(10E) | 0,9300     | C(212)-H(21J) | 0,9600     |
| C(301)-C(302) | 1,384(5)   | C(212)-H(21K) | 0,9600     |
| C(301)-C(305) | 1,386(6)   | C(212)-H(21L) | 0,9600     |
| C(301)-H(30A) | 0,9300     | C(213)-C(216) | 1,533(5)   |
| C(302)-C(303) | 1,381(5)   | C(213)-C(214) | 1,537(5)   |
| C(302)-H(30B) | 0,9300     | C(213)-C(215) | 1,545(5)   |
| C(303)-C(304) | 1,398(6)   | C(214)-H(21D) | 0,9600     |
| C(303)-H(30C) | 0,9300     | C(214)-H(21E) | 0,9600     |
| C(304)-C(305) | 1,380(6)   | C(214)-H(21F) | 0,9600     |
| C(304)-H(30E) | 0,9300     | C(215)-H(21G) | 0,9600     |
| C(305)-H(30D) | 0,9300     | C(215)-H(21H) | 0,9600     |
| C(201)-C(202) | 1,400(5)   | C(215)-H(21I) | 0,9600     |

## E. Anhang

|               |            |               |          |
|---------------|------------|---------------|----------|
| C(201)-C(205) | 1,408(5)   | C(216)-H(21M) | 0,9600   |
| C(201)-H(20A) | 0,9300     | C(216)-H(21N) | 0,9600   |
| C(202)-C(203) | 1,409(5)   | C(216)-H(21O) | 0,9600   |
| C(202)-H(20B) | 0,9300     | Si(22)-C(223) | 1,866(4) |
| C(203)-C(204) | 1,396(5)   | Si(22)-C(221) | 1,874(4) |
| C(203)-H(20C) | 0,9300     | Si(22)-C(222) | 1,883(4) |
| C(204)-C(205) | 1,385(6)   | C(221)-H(22A) | 0,9600   |
| C(204)-H(20D) | 0,9300     | C(221)-H(22B) | 0,9600   |
| C(205)-H(20E) | 0,9300     | C(221)-H(22C) | 0,9600   |
| C(401)-C(405) | 1,389(5)   | C(222)-H(22D) | 0,9600   |
| C(401)-C(402) | 1,428(5)   | C(222)-H(22E) | 0,9600   |
| C(401)-H(40A) | 0,9300     | C(222)-H(22F) | 0,9600   |
| C(402)-C(403) | 1,424(5)   | C(223)-H(22G) | 0,9600   |
| C(402)-H(40B) | 0,9300     | C(223)-H(22H) | 0,9600   |
| C(403)-C(404) | 1,389(5)   | C(223)-H(22I) | 0,9600   |
| C(403)-H(40D) | 0,9300     | Si(23)-C(231) | 1,876(4) |
| C(404)-C(405) | 1,412(5)   | Si(23)-C(232) | 1,877(4) |
| C(404)-H(40C) | 0,9300     | Si(23)-C(233) | 1,879(4) |
| C(405)-H(40E) | 0,9300     | C(231)-H(23A) | 0,9600   |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3778(14) | C(231)-H(23B) | 0,9600   |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3942(13) | C(231)-H(23C) | 0,9600   |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3996(14) | C(232)-H(23D) | 0,9600   |
| Si(11)-C(113) | 1,872(3)   | C(232)-H(23E) | 0,9600   |
| Si(11)-C(111) | 1,878(4)   | C(232)-H(23F) | 0,9600   |
| Si(11)-C(112) | 1,883(4)   | C(233)-H(23G) | 0,9600   |
| C(111)-H(11A) | 0,9600     | C(233)-H(23H) | 0,9600   |
| C(111)-H(11B) | 0,9600     | C(233)-H(23I) | 0,9600   |
| C(111)-H(11C) | 0,9600     | C(01)-C(02)   | 1,335(7) |
| C(112)-H(11D) | 0,9600     | C(01)-C(06)   | 1,338(6) |
| C(112)-H(11E) | 0,9600     | C(01)-H(01A)  | 0,9300   |
| C(112)-H(11F) | 0,9600     | C(02)-C(03)   | 1,367(7) |
| C(113)-H(11G) | 0,9600     | C(02)-H(02A)  | 0,9300   |
| C(113)-H(11H) | 0,9600     | C(03)-C(04)   | 1,366(7) |
| C(113)-H(11I) | 0,9600     | C(03)-H(03A)  | 0,9300   |
| Si(12)-C(121) | 1,883(4)   | C(04)-C(05)   | 1,359(6) |
| Si(12)-C(122) | 1,884(4)   | C(04)-H(04A)  | 0,9300   |
| Si(12)-C(123) | 1,913(3)   | C(05)-C(06)   | 1,364(6) |
| C(121)-H(12A) | 0,9600     | C(05)-H(05A)  | 0,9300   |
| C(121)-H(12B) | 0,9600     | C(06)-H(06A)  | 0,9300   |

Tab. E.4.18d Bindungswinkel [°] von Verbindung *cis-7*.

|                     |            |                      |            |
|---------------------|------------|----------------------|------------|
| C(205)-Mo(1)-C(204) | 35,86(14)  | C(121)-Si(12)-Si(1)  | 109,40(12) |
| C(205)-Mo(1)-C(201) | 36,35(14)  | C(122)-Si(12)-Si(1)  | 109,67(12) |
| C(204)-Mo(1)-C(201) | 60,13(14)  | C(123)-Si(12)-Si(1)  | 116,81(12) |
| C(205)-Mo(1)-C(101) | 143,45(15) | Si(12)-C(121)-H(12A) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(101) | 145,08(14) | Si(12)-C(121)-H(12B) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(101) | 147,93(14) | H(12A)-C(121)-H(12B) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(102) | 114,70(15) | Si(12)-C(121)-H(12C) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(102) | 109,72(14) | H(12A)-C(121)-H(12C) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(102) | 145,01(15) | H(12B)-C(121)-H(12C) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-C(102) | 36,05(12)  | Si(12)-C(122)-H(12D) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(103) | 84,90(15)  | Si(12)-C(122)-H(12E) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(103) | 96,91(15)  | H(12D)-C(122)-H(12E) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(103) | 109,92(15) | Si(12)-C(122)-H(12F) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-C(103) | 59,11(13)  | H(12D)-C(122)-H(12F) | 109,5      |
| C(102)-Mo(1)-C(103) | 35,27(12)  | H(12E)-C(122)-H(12F) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(104) | 88,29(16)  | C(124)-C(123)-C(125) | 108,1(3)   |

## E. Anhang

|                     |            |                      |            |
|---------------------|------------|----------------------|------------|
| C(204)-Mo(1)-C(104) | 116,89(16) | C(124)-C(123)-C(126) | 109,3(3)   |
| C(201)-Mo(1)-C(104) | 93,98(14)  | C(125)-C(123)-C(126) | 108,0(3)   |
| C(101)-Mo(1)-C(104) | 59,12(13)  | C(124)-C(123)-Si(12) | 111,5(3)   |
| C(102)-Mo(1)-C(104) | 59,10(13)  | C(125)-C(123)-Si(12) | 110,9(2)   |
| C(103)-Mo(1)-C(104) | 35,30(13)  | C(126)-C(123)-Si(12) | 108,8(2)   |
| C(205)-Mo(1)-C(105) | 120,82(16) | C(123)-C(124)-H(12G) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(105) | 151,81(16) | C(123)-C(124)-H(12H) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(105) | 111,94(14) | H(12G)-C(124)-H(12H) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-C(105) | 35,99(12)  | C(123)-C(124)-H(12I) | 109,5      |
| C(102)-Mo(1)-C(105) | 59,63(13)  | H(12G)-C(124)-H(12I) | 109,5      |
| C(103)-Mo(1)-C(105) | 58,71(14)  | H(12H)-C(124)-H(12I) | 109,5      |
| C(104)-Mo(1)-C(105) | 34,96(12)  | C(123)-C(125)-H(12J) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(203) | 58,66(15)  | C(123)-C(125)-H(12K) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(203) | 35,31(13)  | H(12J)-C(125)-H(12K) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(203) | 58,67(13)  | C(123)-C(125)-H(12L) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-C(203) | 152,35(13) | H(12J)-C(125)-H(12L) | 109,5      |
| C(102)-Mo(1)-C(203) | 133,89(14) | H(12K)-C(125)-H(12L) | 109,5      |
| C(103)-Mo(1)-C(203) | 131,99(15) | C(123)-C(126)-H(12M) | 109,5      |
| C(104)-Mo(1)-C(203) | 146,87(14) | C(123)-C(126)-H(12N) | 109,5      |
| C(105)-Mo(1)-C(203) | 166,39(14) | H(12M)-C(126)-H(12N) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(202) | 59,12(14)  | C(123)-C(126)-H(12O) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(202) | 59,27(14)  | H(12M)-C(126)-H(12O) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(202) | 35,14(12)  | H(12N)-C(126)-H(12O) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-C(202) | 153,93(13) | C(132)-Si(13)-C(131) | 105,76(19) |
| C(102)-Mo(1)-C(202) | 168,45(14) | C(132)-Si(13)-C(133) | 107,59(18) |
| C(103)-Mo(1)-C(202) | 143,15(13) | C(131)-Si(13)-C(133) | 102,80(18) |
| C(104)-Mo(1)-C(202) | 127,32(14) | C(132)-Si(13)-Si(1)  | 112,95(12) |
| C(105)-Mo(1)-C(202) | 131,61(13) | C(131)-Si(13)-Si(1)  | 112,22(12) |
| C(203)-Mo(1)-C(202) | 35,01(12)  | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 114,66(12) |
| C(205)-Mo(1)-Sn(1)  | 125,58(13) | Si(13)-C(131)-H(13A) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-Sn(1)  | 89,80(12)  | Si(13)-C(131)-H(13B) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-Sn(1)  | 130,55(10) | H(13A)-C(131)-H(13B) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-Sn(1)  | 78,38(9)   | Si(13)-C(131)-H(13C) | 109,5      |
| C(102)-Mo(1)-Sn(1)  | 79,11(10)  | H(13A)-C(131)-H(13C) | 109,5      |
| C(103)-Mo(1)-Sn(1)  | 112,09(10) | H(13B)-C(131)-H(13C) | 109,5      |
| C(104)-Mo(1)-Sn(1)  | 135,46(9)  | Si(13)-C(132)-H(13D) | 109,5      |
| C(105)-Mo(1)-Sn(1)  | 111,55(9)  | Si(13)-C(132)-H(13E) | 109,5      |
| C(203)-Mo(1)-Sn(1)  | 73,99(9)   | H(13D)-C(132)-H(13E) | 109,5      |
| C(202)-Mo(1)-Sn(1)  | 96,61(10)  | Si(13)-C(132)-H(13F) | 109,5      |
| C(205)-Mo(1)-Sn(2)  | 130,95(12) | H(13D)-C(132)-H(13F) | 109,5      |
| C(204)-Mo(1)-Sn(2)  | 127,55(12) | H(13E)-C(132)-H(13F) | 109,5      |
| C(201)-Mo(1)-Sn(2)  | 95,63(11)  | Si(13)-C(133)-H(13G) | 109,5      |
| C(101)-Mo(1)-Sn(2)  | 79,77(10)  | Si(13)-C(133)-H(13H) | 109,5      |
| C(102)-Mo(1)-Sn(2)  | 113,68(10) | H(13G)-C(133)-H(13H) | 109,5      |
| C(103)-Mo(1)-Sn(2)  | 135,51(10) | Si(13)-C(133)-H(13I) | 109,5      |
| C(104)-Mo(1)-Sn(2)  | 110,04(10) | H(13G)-C(133)-H(13I) | 109,5      |
| C(105)-Mo(1)-Sn(2)  | 78,33(10)  | H(13H)-C(133)-H(13I) | 109,5      |
| C(203)-Mo(1)-Sn(2)  | 92,31(10)  | Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 108,06(5)  |
| C(202)-Mo(1)-Sn(2)  | 74,43(9)   | Si(22)-Si(2)-Si(21)  | 109,87(5)  |
| Sn(1)-Mo(1)-Sn(2)   | 71,415(10) | Si(23)-Si(2)-Si(21)  | 112,46(5)  |
| C(303)-Mo(2)-C(402) | 142,69(14) | Si(22)-Si(2)-Sn(2)   | 106,73(4)  |
| C(303)-Mo(2)-C(304) | 35,73(15)  | Si(23)-Si(2)-Sn(2)   | 117,15(5)  |
| C(402)-Mo(2)-C(304) | 144,71(14) | Si(21)-Si(2)-Sn(2)   | 102,26(4)  |
| C(303)-Mo(2)-C(302) | 35,26(14)  | C(212)-Si(21)-C(211) | 107,51(17) |
| C(402)-Mo(2)-C(302) | 148,52(15) | C(212)-Si(21)-C(213) | 107,35(16) |
| C(304)-Mo(2)-C(302) | 58,88(14)  | C(211)-Si(21)-C(213) | 106,04(17) |
| C(303)-Mo(2)-C(301) | 58,27(14)  | C(212)-Si(21)-Si(2)  | 105,94(13) |
| C(402)-Mo(2)-C(301) | 155,75(14) | C(211)-Si(21)-Si(2)  | 109,89(12) |
| C(304)-Mo(2)-C(301) | 57,99(14)  | C(213)-Si(21)-Si(2)  | 119,57(13) |
| C(302)-Mo(2)-C(301) | 35,08(14)  | Si(21)-C(211)-H(21A) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-C(401) | 110,73(15) | Si(21)-C(211)-H(21B) | 109,5      |



## E. Anhang

|                     |             |                      |            |
|---------------------|-------------|----------------------|------------|
| C(402)-Mo(2)-C(401) | 36,24(13)   | H(21A)-C(211)-H(21B) | 109,5      |
| C(304)-Mo(2)-C(401) | 135,37(17)  | Si(21)-C(211)-H(21C) | 109,5      |
| C(302)-Mo(2)-C(401) | 114,46(15)  | H(21A)-C(211)-H(21C) | 109,5      |
| C(301)-Mo(2)-C(401) | 143,56(17)  | H(21B)-C(211)-H(21C) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-C(404) | 91,35(15)   | Si(21)-C(212)-H(21J) | 109,5      |
| C(402)-Mo(2)-C(404) | 58,95(13)   | Si(21)-C(212)-H(21K) | 109,5      |
| C(304)-Mo(2)-C(404) | 87,55(15)   | H(21J)-C(212)-H(21K) | 109,5      |
| C(302)-Mo(2)-C(404) | 124,27(16)  | Si(21)-C(212)-H(21L) | 109,5      |
| C(301)-Mo(2)-C(404) | 145,17(15)  | H(21J)-C(212)-H(21L) | 109,5      |
| C(401)-Mo(2)-C(404) | 58,87(13)   | H(21K)-C(212)-H(21L) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-C(405) | 83,47(14)   | C(216)-C(213)-C(214) | 108,2(3)   |
| C(402)-Mo(2)-C(405) | 59,22(14)   | C(216)-C(213)-C(215) | 108,3(4)   |
| C(304)-Mo(2)-C(405) | 100,71(17)  | C(214)-C(213)-C(215) | 108,0(3)   |
| C(302)-Mo(2)-C(405) | 104,01(16)  | C(216)-C(213)-Si(21) | 111,6(3)   |
| C(301)-Mo(2)-C(405) | 138,57(16)  | C(214)-C(213)-Si(21) | 111,6(3)   |
| C(401)-Mo(2)-C(405) | 34,99(12)   | C(215)-C(213)-Si(21) | 108,9(3)   |
| C(404)-Mo(2)-C(405) | 35,53(13)   | C(213)-C(214)-H(21D) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-C(403) | 125,03(15)  | C(213)-C(214)-H(21E) | 109,5      |
| C(402)-Mo(2)-C(403) | 36,04(12)   | H(21D)-C(214)-H(21E) | 109,5      |
| C(304)-Mo(2)-C(403) | 109,52(14)  | C(213)-C(214)-H(21F) | 109,5      |
| C(302)-Mo(2)-C(403) | 159,19(16)  | H(21D)-C(214)-H(21F) | 109,5      |
| C(301)-Mo(2)-C(403) | 156,48(17)  | H(21E)-C(214)-H(21F) | 109,5      |
| C(401)-Mo(2)-C(403) | 59,82(14)   | C(213)-C(215)-H(21G) | 109,5      |
| C(404)-Mo(2)-C(403) | 34,92(12)   | C(213)-C(215)-H(21H) | 109,5      |
| C(405)-Mo(2)-C(403) | 59,10(14)   | H(21G)-C(215)-H(21H) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-C(305) | 58,42(14)   | C(213)-C(215)-H(21I) | 109,5      |
| C(402)-Mo(2)-C(305) | 152,55(15)  | H(21G)-C(215)-H(21I) | 109,5      |
| C(304)-Mo(2)-C(305) | 34,66(14)   | H(21H)-C(215)-H(21I) | 109,5      |
| C(302)-Mo(2)-C(305) | 58,39(14)   | C(213)-C(216)-H(21M) | 109,5      |
| C(301)-Mo(2)-C(305) | 34,73(14)   | C(213)-C(216)-H(21N) | 109,5      |
| C(401)-Mo(2)-C(305) | 169,00(15)  | H(21M)-C(216)-H(21N) | 109,5      |
| C(404)-Mo(2)-C(305) | 116,72(17)  | C(213)-C(216)-H(21O) | 109,5      |
| C(405)-Mo(2)-C(305) | 135,34(16)  | H(21M)-C(216)-H(21O) | 109,5      |
| C(403)-Mo(2)-C(305) | 123,38(16)  | H(21N)-C(216)-H(21O) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-Sn(2)  | 120,47(13)  | C(223)-Si(22)-C(221) | 108,24(19) |
| C(402)-Mo(2)-Sn(2)  | 76,92(9)    | C(223)-Si(22)-C(222) | 104,9(2)   |
| C(304)-Mo(2)-Sn(2)  | 138,11(10)  | C(221)-Si(22)-C(222) | 107,1(2)   |
| C(302)-Mo(2)-Sn(2)  | 86,28(11)   | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 111,91(14) |
| C(301)-Mo(2)-Sn(2)  | 80,17(11)   | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 109,48(14) |
| C(401)-Mo(2)-Sn(2)  | 77,73(10)   | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 114,88(14) |
| C(404)-Mo(2)-Sn(2)  | 133,73(10)  | Si(22)-C(221)-H(22A) | 109,5      |
| C(405)-Mo(2)-Sn(2)  | 110,51(10)  | Si(22)-C(221)-H(22B) | 109,5      |
| C(403)-Mo(2)-Sn(2)  | 110,28(10)  | H(22A)-C(221)-H(22B) | 109,5      |
| C(305)-Mo(2)-Sn(2)  | 108,78(14)  | Si(22)-C(221)-H(22C) | 109,5      |
| C(303)-Mo(2)-Sn(1)  | 134,55(11)  | H(22A)-C(221)-H(22C) | 109,5      |
| C(402)-Mo(2)-Sn(1)  | 80,73(10)   | H(22B)-C(221)-H(22C) | 109,5      |
| C(304)-Mo(2)-Sn(1)  | 103,96(15)  | Si(22)-C(222)-H(22D) | 109,5      |
| C(302)-Mo(2)-Sn(1)  | 119,02(12)  | Si(22)-C(222)-H(22E) | 109,5      |
| C(301)-Mo(2)-Sn(1)  | 84,56(12)   | H(22D)-C(222)-H(22E) | 109,5      |
| C(401)-Mo(2)-Sn(1)  | 114,71(11)  | Si(22)-C(222)-H(22F) | 109,5      |
| C(404)-Mo(2)-Sn(1)  | 111,08(11)  | H(22D)-C(222)-H(22F) | 109,5      |
| C(405)-Mo(2)-Sn(1)  | 136,84(11)  | H(22E)-C(222)-H(22F) | 109,5      |
| C(403)-Mo(2)-Sn(1)  | 79,36(10)   | Si(22)-C(223)-H(22G) | 109,5      |
| C(305)-Mo(2)-Sn(1)  | 76,13(10)   | Si(22)-C(223)-H(22H) | 109,5      |
| Sn(2)-Mo(2)-Sn(1)   | 71,402(10)  | H(22G)-C(223)-H(22H) | 109,5      |
| Si(1)-Sn(1)-Mo(1)   | 116,15(2)   | Si(22)-C(223)-H(22I) | 109,5      |
| Si(1)-Sn(1)-Mo(2)   | 123,56(2)   | H(22G)-C(223)-H(22I) | 109,5      |
| Mo(1)-Sn(1)-Mo(2)   | 107,915(12) | H(22H)-C(223)-H(22I) | 109,5      |
| Si(1)-Sn(1)-H(1)    | 96,2(11)    | C(231)-Si(23)-C(232) | 103,26(19) |
| Mo(1)-Sn(1)-H(1)    | 105,8(11)   | C(231)-Si(23)-C(233) | 107,26(18) |
| Mo(2)-Sn(1)-H(1)    | 104,1(11)   | C(232)-Si(23)-C(233) | 107,64(18) |

## E. Anhang

|                      |             |                      |            |
|----------------------|-------------|----------------------|------------|
| Si(2)-Sn(2)-Mo(2)    | 123,18(2)   | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 113,50(14) |
| Si(2)-Sn(2)-Mo(1)    | 120,99(2)   | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 111,75(12) |
| Mo(2)-Sn(2)-Mo(1)    | 107,732(12) | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 112,82(13) |
| Si(2)-Sn(2)-H(2)     | 92,1(10)    | Si(23)-C(231)-H(23A) | 109,5      |
| Mo(2)-Sn(2)-H(2)     | 102,4(10)   | Si(23)-C(231)-H(23B) | 109,5      |
| Mo(1)-Sn(2)-H(2)     | 105,1(10)   | H(23A)-C(231)-H(23B) | 109,5      |
| C(102)-C(101)-C(105) | 107,7(3)    | Si(23)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| C(102)-C(101)-Mo(1)  | 72,3(2)     | H(23A)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| C(105)-C(101)-Mo(1)  | 73,18(19)   | H(23B)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| C(102)-C(101)-H(10B) | 126,1       | Si(23)-C(232)-H(23D) | 109,5      |
| C(105)-C(101)-H(10B) | 126,1       | Si(23)-C(232)-H(23E) | 109,5      |
| Mo(1)-C(101)-H(10B)  | 120,2       | H(23D)-C(232)-H(23E) | 109,5      |
| C(103)-C(102)-C(101) | 107,4(4)    | Si(23)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| C(103)-C(102)-Mo(1)  | 73,0(2)     | H(23D)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| C(101)-C(102)-Mo(1)  | 71,6(2)     | H(23E)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| C(103)-C(102)-H(10C) | 126,3       | Si(23)-C(233)-H(23G) | 109,5      |
| C(101)-C(102)-H(10C) | 126,3       | Si(23)-C(233)-H(23H) | 109,5      |
| Mo(1)-C(102)-H(10C)  | 120,9       | H(23G)-C(233)-H(23H) | 109,5      |
| C(102)-C(103)-C(104) | 108,6(4)    | Si(23)-C(233)-H(23I) | 109,5      |
| C(102)-C(103)-Mo(1)  | 71,8(2)     | H(23G)-C(233)-H(23I) | 109,5      |
| C(104)-C(103)-Mo(1)  | 72,4(2)     | H(23H)-C(233)-H(23I) | 109,5      |
| C(102)-C(103)-H(10D) | 125,7       | C(02)-C(01)-C(06)    | 119,6(5)   |
| C(104)-C(103)-H(10D) | 125,7       | C(02)-C(01)-H(01A)   | 120,2      |
| Mo(1)-C(103)-H(10D)  | 121,9       | C(06)-C(01)-H(01A)   | 120,2      |
| C(105)-C(104)-C(103) | 108,7(3)    | C(01)-C(02)-C(03)    | 121,5(5)   |
| C(105)-C(104)-Mo(1)  | 72,7(2)     | C(01)-C(02)-H(02A)   | 119,3      |
| C(103)-C(104)-Mo(1)  | 72,3(2)     | C(03)-C(02)-H(02A)   | 119,3      |
| C(105)-C(104)-H(10A) | 125,7       | C(04)-C(03)-C(02)    | 119,0(5)   |
| C(103)-C(104)-H(10A) | 125,7       | C(04)-C(03)-H(03A)   | 120,5      |
| Mo(1)-C(104)-H(10A)  | 121,0       | C(02)-C(03)-H(03A)   | 120,5      |
| C(104)-C(105)-C(101) | 107,5(3)    | C(05)-C(04)-C(03)    | 119,1(5)   |
| C(104)-C(105)-Mo(1)  | 72,3(2)     | C(05)-C(04)-H(04A)   | 120,4      |
| C(101)-C(105)-Mo(1)  | 70,83(19)   | C(03)-C(04)-H(04A)   | 120,4      |
| C(104)-C(105)-H(10E) | 126,2       | C(04)-C(05)-C(06)    | 120,2(5)   |
| C(101)-C(105)-H(10E) | 126,2       | C(04)-C(05)-H(05A)   | 119,9      |
| Mo(1)-C(105)-H(10E)  | 122,3       | C(06)-C(05)-H(05A)   | 119,9      |
| C(302)-C(301)-C(305) | 109,3(4)    | C(01)-C(06)-C(05)    | 120,6(5)   |
| C(302)-C(301)-Mo(2)  | 72,0(2)     | C(01)-C(06)-H(06A)   | 119,7      |
| C(305)-C(301)-Mo(2)  | 74,2(2)     | C(05)-C(06)-H(06A)   | 119,7      |
| C(302)-C(301)-H(30A) | 125,4       | C(204)-C(205)-C(201) | 109,3(4)   |
| C(305)-C(301)-H(30A) | 125,4       | C(204)-C(205)-Mo(1)  | 73,4(2)    |
| Mo(2)-C(301)-H(30A)  | 120,2       | C(201)-C(205)-Mo(1)  | 73,7(2)    |
| C(303)-C(302)-C(301) | 107,2(4)    | C(204)-C(205)-H(20E) | 125,4      |
| C(303)-C(302)-Mo(2)  | 71,5(2)     | C(201)-C(205)-H(20E) | 125,4      |
| C(301)-C(302)-Mo(2)  | 72,9(2)     | Mo(1)-C(205)-H(20E)  | 119,2      |
| C(303)-C(302)-H(30B) | 126,4       | C(405)-C(401)-C(402) | 107,6(4)   |
| C(301)-C(302)-H(30B) | 126,4       | C(405)-C(401)-Mo(2)  | 72,9(2)    |
| Mo(2)-C(302)-H(30B)  | 121,0       | C(402)-C(401)-Mo(2)  | 71,13(19)  |
| C(302)-C(303)-C(304) | 108,2(4)    | C(405)-C(401)-H(40A) | 126,2      |
| C(302)-C(303)-Mo(2)  | 73,3(2)     | C(402)-C(401)-H(40A) | 126,2      |
| C(304)-C(303)-Mo(2)  | 72,9(2)     | Mo(2)-C(401)-H(40A)  | 121,5      |
| C(302)-C(303)-H(30C) | 125,9       | C(403)-C(402)-C(401) | 107,8(4)   |
| C(304)-C(303)-H(30C) | 125,9       | C(403)-C(402)-Mo(2)  | 73,22(19)  |
| Mo(2)-C(303)-H(30C)  | 119,7       | C(401)-C(402)-Mo(2)  | 72,6(2)    |
| C(305)-C(304)-C(303) | 108,2(4)    | C(403)-C(402)-H(40B) | 126,1      |
| C(305)-C(304)-Mo(2)  | 74,8(2)     | C(401)-C(402)-H(40B) | 126,1      |
| C(303)-C(304)-Mo(2)  | 71,3(2)     | Mo(2)-C(402)-H(40B)  | 119,9      |
| C(305)-C(304)-H(30E) | 125,9       | C(404)-C(403)-C(402) | 107,0(4)   |
| C(303)-C(304)-H(30E) | 125,9       | C(404)-C(403)-Mo(2)  | 72,3(2)    |
| Mo(2)-C(304)-H(30E)  | 119,8       | C(402)-C(403)-Mo(2)  | 70,75(19)  |
| C(304)-C(305)-C(301) | 107,1(4)    | C(404)-C(403)-H(40D) | 126,5      |

## E. Anhang

|                      |            |                      |            |
|----------------------|------------|----------------------|------------|
| C(304)-C(305)-Mo(2)  | 70,6(2)    | C(402)-C(403)-H(40D) | 126,5      |
| C(301)-C(305)-Mo(2)  | 71,1(2)    | Mo(2)-C(403)-H(40D)  | 122,2      |
| C(304)-C(305)-H(30D) | 126,4      | C(403)-C(404)-C(405) | 109,3(4)   |
| C(301)-C(305)-H(30D) | 126,4      | C(403)-C(404)-Mo(2)  | 72,8(2)    |
| Mo(2)-C(305)-H(30D)  | 123,5      | C(405)-C(404)-Mo(2)  | 72,34(19)  |
| C(202)-C(201)-C(205) | 107,4(4)   | C(403)-C(404)-H(40C) | 125,4      |
| C(202)-C(201)-Mo(1)  | 75,2(2)    | C(405)-C(404)-H(40C) | 125,4      |
| C(205)-C(201)-Mo(1)  | 69,9(2)    | Mo(2)-C(404)-H(40C)  | 121,2      |
| C(202)-C(201)-H(20A) | 126,3      | C(401)-C(405)-C(404) | 108,2(4)   |
| C(205)-C(201)-H(20A) | 126,3      | C(401)-C(405)-Mo(2)  | 72,1(2)    |
| Mo(1)-C(201)-H(20A)  | 120,4      | C(404)-C(405)-Mo(2)  | 72,1(2)    |
| C(201)-C(202)-C(203) | 107,2(3)   | C(401)-C(405)-H(40E) | 125,9      |
| C(201)-C(202)-Mo(1)  | 69,7(2)    | C(404)-C(405)-H(40E) | 125,9      |
| C(203)-C(202)-Mo(1)  | 71,8(2)    | Mo(2)-C(405)-H(40E)  | 121,6      |
| C(201)-C(202)-H(20B) | 126,4      | Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 102,55(5)  |
| C(203)-C(202)-H(20B) | 126,4      | Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 108,12(5)  |
| Mo(1)-C(202)-H(20B)  | 123,8      | Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 100,75(5)  |
| C(204)-C(203)-C(202) | 109,0(4)   | Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 105,15(4)  |
| C(204)-C(203)-Mo(1)  | 69,7(2)    | Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 123,12(5)  |
| C(202)-C(203)-Mo(1)  | 73,2(2)    | Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 115,81(4)  |
| C(204)-C(203)-H(20C) | 125,5      | C(113)-Si(11)-C(111) | 106,33(18) |
| C(202)-C(203)-H(20C) | 125,5      | C(113)-Si(11)-C(112) | 106,54(18) |
| Mo(1)-C(203)-H(20C)  | 123,2      | C(111)-Si(11)-C(112) | 104,83(18) |
| C(205)-C(204)-C(203) | 107,1(4)   | C(113)-Si(11)-Si(1)  | 112,29(13) |
| C(205)-C(204)-Mo(1)  | 70,7(2)    | C(111)-Si(11)-Si(1)  | 113,11(14) |
| C(203)-C(204)-Mo(1)  | 75,0(2)    | C(112)-Si(11)-Si(1)  | 113,13(13) |
| C(205)-C(204)-H(20D) | 126,4      | Si(11)-C(111)-H(11A) | 109,5      |
| C(203)-C(204)-H(20D) | 126,4      | Si(11)-C(111)-H(11B) | 109,5      |
| Mo(1)-C(204)-H(20D)  | 119,8      | H(11A)-C(111)-H(11B) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11G) | 109,5      | Si(11)-C(111)-H(11C) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11H) | 109,5      | H(11A)-C(111)-H(11C) | 109,5      |
| H(11G)-C(113)-H(11H) | 109,5      | H(11B)-C(111)-H(11C) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11I) | 109,5      | Si(11)-C(112)-H(11D) | 109,5      |
| H(11G)-C(113)-H(11I) | 109,5      | Si(11)-C(112)-H(11E) | 109,5      |
| H(11H)-C(113)-H(11I) | 109,5      | H(11D)-C(112)-H(11E) | 109,5      |
| C(121)-Si(12)-C(122) | 107,91(18) | Si(11)-C(112)-H(11F) | 109,5      |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 106,27(16) | H(11D)-C(112)-H(11F) | 109,5      |
| C(122)-Si(12)-C(123) | 106,39(17) | H(11E)-C(112)-H(11F) | 109,5      |

Tab. E.4.18e Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung cis-7.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Mo(1)  | 21(1)    | 27(1)    | 24(1)    | 4(1)     | 4(1)     | 9(1)     |
| Mo(2)  | 22(1)    | 29(1)    | 21(1)    | 11(1)    | 6(1)     | 7(1)     |
| Sn(1)  | 21(1)    | 26(1)    | 19(1)    | 4(1)     | 7(1)     | 6(1)     |
| Sn(2)  | 21(1)    | 26(1)    | 23(1)    | 7(1)     | 6(1)     | 5(1)     |
| C(101) | 21(2)    | 46(3)    | 33(2)    | 7(2)     | 12(2)    | 12(2)    |
| C(102) | 22(2)    | 42(3)    | 43(2)    | -4(2)    | 10(2)    | 13(2)    |
| C(103) | 28(2)    | 47(3)    | 59(3)    | 8(2)     | 12(2)    | 23(2)    |
| C(104) | 21(2)    | 53(3)    | 41(2)    | -7(2)    | 5(2)     | 13(2)    |
| C(105) | 17(2)    | 35(2)    | 48(2)    | -1(2)    | 16(2)    | 3(2)     |
| C(301) | 25(2)    | 85(4)    | 43(3)    | 36(3)    | 17(2)    | 18(3)    |
| C(302) | 40(3)    | 46(3)    | 50(3)    | -6(2)    | 26(2)    | 2(2)     |
| C(303) | 39(3)    | 71(3)    | 61(3)    | 45(3)    | 26(2)    | 39(3)    |
| C(304) | 19(2)    | 96(4)    | 36(2)    | -11(3)   | 8(2)     | -5(3)    |
| C(305) | 39(3)    | 31(3)    | 98(4)    | 22(3)    | 45(3)    | 15(2)    |
| C(201) | 35(3)    | 50(3)    | 24(2)    | -1(2)    | 3(2)     | 1(2)     |

## E. Anhang

|        |       |        |        |        |        |       |
|--------|-------|--------|--------|--------|--------|-------|
| C(202) | 44(3) | 37(2)  | 31(2)  | 15(2)  | 20(2)  | 20(2) |
| C(203) | 38(3) | 45(3)  | 24(2)  | 7(2)   | 9(2)   | -4(2) |
| C(204) | 66(3) | 28(2)  | 45(3)  | 13(2)  | 27(2)  | 11(2) |
| C(205) | 49(3) | 77(4)  | 40(2)  | 29(3)  | 10(2)  | 37(3) |
| C(401) | 47(3) | 42(3)  | 32(2)  | 20(2)  | 10(2)  | -2(2) |
| C(402) | 29(2) | 50(3)  | 25(2)  | 22(2)  | 13(2)  | 4(2)  |
| C(403) | 44(3) | 48(3)  | 19(2)  | 15(2)  | 10(2)  | 13(2) |
| C(404) | 35(3) | 53(3)  | 22(2)  | 16(2)  | 5(2)   | 5(2)  |
| C(405) | 43(3) | 46(3)  | 39(2)  | 29(2)  | 8(2)   | 12(2) |
| Si(1)  | 24(1) | 23(1)  | 25(1)  | 5(1)   | 9(1)   | 6(1)  |
| Si(11) | 32(1) | 28(1)  | 34(1)  | 3(1)   | 10(1)  | 12(1) |
| C(111) | 51(3) | 32(2)  | 62(3)  | -1(2)  | 4(2)   | 16(2) |
| C(112) | 41(3) | 38(2)  | 49(2)  | 3(2)   | 5(2)   | 17(2) |
| C(113) | 50(3) | 62(3)  | 46(3)  | 8(2)   | 23(2)  | 27(3) |
| Si(12) | 25(1) | 32(1)  | 29(1)  | 3(1)   | 6(1)   | 4(1)  |
| C(121) | 37(3) | 36(2)  | 41(2)  | -1(2)  | -2(2)  | -2(2) |
| C(122) | 27(2) | 57(3)  | 41(2)  | 11(2)  | 9(2)   | 7(2)  |
| C(123) | 25(2) | 34(2)  | 29(2)  | 3(2)   | 1(2)   | 4(2)  |
| C(124) | 45(3) | 54(3)  | 35(2)  | 12(2)  | 12(2)  | 13(2) |
| C(125) | 53(3) | 64(3)  | 34(2)  | 5(2)   | -1(2)  | 6(3)  |
| C(126) | 53(3) | 47(3)  | 45(2)  | 17(2)  | 12(2)  | 18(2) |
| Si(13) | 35(1) | 29(1)  | 32(1)  | 8(1)   | 16(1)  | 7(1)  |
| C(131) | 52(3) | 45(3)  | 47(3)  | 15(2)  | 19(2)  | 2(2)  |
| C(132) | 45(3) | 46(3)  | 47(2)  | 10(2)  | 27(2)  | 16(2) |
| C(133) | 58(3) | 49(3)  | 40(2)  | 16(2)  | 25(2)  | 14(2) |
| Si(2)  | 26(1) | 27(1)  | 24(1)  | 7(1)   | 7(1)   | 8(1)  |
| Si(21) | 26(1) | 31(1)  | 33(1)  | 4(1)   | 3(1)   | 5(1)  |
| C(211) | 29(2) | 54(3)  | 43(2)  | 6(2)   | 9(2)   | 4(2)  |
| C(212) | 36(3) | 40(2)  | 36(2)  | 2(2)   | 0(2)   | 14(2) |
| C(213) | 34(2) | 32(2)  | 39(2)  | 2(2)   | 1(2)   | 5(2)  |
| C(214) | 61(3) | 48(3)  | 45(3)  | -11(2) | 0(2)   | 6(3)  |
| C(215) | 40(3) | 55(3)  | 74(3)  | -12(3) | -14(2) | 3(3)  |
| C(216) | 79(4) | 36(3)  | 75(3)  | 6(3)   | -7(3)  | 5(3)  |
| Si(22) | 34(1) | 31(1)  | 46(1)  | 15(1)  | 4(1)   | 10(1) |
| C(221) | 62(3) | 51(3)  | 62(3)  | 33(2)  | 5(2)   | 7(3)  |
| C(222) | 77(4) | 38(3)  | 88(4)  | 14(3)  | 11(3)  | 29(3) |
| C(223) | 38(3) | 54(3)  | 85(3)  | 30(3)  | -1(2)  | 14(2) |
| Si(23) | 39(1) | 37(1)  | 28(1)  | 4(1)   | 14(1)  | 12(1) |
| C(231) | 58(3) | 58(3)  | 51(3)  | -4(2)  | 20(2)  | 24(3) |
| C(232) | 44(3) | 66(3)  | 36(2)  | 7(2)   | 24(2)  | 10(2) |
| C(233) | 55(3) | 49(3)  | 32(2)  | 11(2)  | 17(2)  | 13(2) |
| C(01)  | 73(4) | 62(4)  | 80(4)  | 37(3)  | 43(3)  | 31(3) |
| C(02)  | 65(4) | 42(3)  | 166(6) | 15(4)  | 47(4)  | 3(3)  |
| C(03)  | 86(5) | 72(4)  | 83(4)  | -24(3) | 9(4)   | 30(4) |
| C(04)  | 85(5) | 102(5) | 54(3)  | 32(3)  | 27(3)  | 54(4) |
| C(05)  | 50(3) | 77(4)  | 89(4)  | 41(4)  | 24(3)  | 6(3)  |
| C(06)  | 65(4) | 67(4)  | 60(3)  | 8(3)   | 12(3)  | 17(3) |

**Tab. E.4.18f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung cis-7.

| Atom   | x/a      | y/b       | z/c      | U(eq)  |
|--------|----------|-----------|----------|--------|
| H(1)   | 1510(30) | 8390(20)  | 1300(15) | 47(11) |
| H(2)   | 3160(30) | 11060(20) | 2319(14) | 36(10) |
| H(10B) | 3674     | 9553      | 1862     | 38     |
| H(10C) | 3558     | 7959      | 1983     | 42     |
| H(10D) | 4866     | 7931      | 3083     | 51     |

E. Anhang

|        |       |       |      |    |
|--------|-------|-------|------|----|
| H(10A) | 5764  | 9479  | 3648 | 46 |
| H(10E) | 5095  | 10492 | 2895 | 40 |
| H(30A) | -878  | 9535  | 3102 | 57 |
| H(30B) | -1281 | 10974 | 2868 | 55 |
| H(30C) | -2806 | 10708 | 1791 | 58 |
| H(30E) | -3362 | 9099  | 1373 | 65 |
| H(30D) | -2233 | 8365  | 2207 | 62 |
| H(20A) | 3360  | 9696  | 4449 | 46 |
| H(20B) | 1032  | 9751  | 3891 | 40 |
| H(20C) | -69   | 8265  | 3234 | 45 |
| H(20D) | 1561  | 7301  | 3378 | 53 |
| H(20E) | 3642  | 8172  | 4144 | 60 |
| H(40A) | 1415  | 11587 | 1598 | 49 |
| H(40B) | 2121  | 10170 | 1300 | 40 |
| H(40D) | 91    | 9104  | 563  | 43 |
| H(40C) | -1838 | 9846  | 453  | 44 |
| H(40E) | -1030 | 11369 | 1081 | 49 |
| H(11A) | 701   | 4369  | 1511 | 72 |
| H(11B) | -686  | 4516  | 1160 | 72 |
| H(11C) | -446  | 4541  | 1929 | 72 |
| H(11D) | 2911  | 5809  | 2268 | 63 |
| H(11E) | 1842  | 5916  | 2752 | 63 |
| H(11F) | 2657  | 6743  | 2470 | 63 |
| H(11G) | 2388  | 5795  | 891  | 74 |
| H(11H) | 2092  | 6735  | 927  | 74 |
| H(11I) | 1006  | 5914  | 513  | 74 |
| H(12A) | -3749 | 4935  | 241  | 61 |
| H(12B) | -3036 | 4806  | 930  | 61 |
| H(12C) | -2143 | 5025  | 363  | 61 |
| H(12D) | -4972 | 6441  | 712  | 63 |
| H(12E) | -4125 | 7144  | 1305 | 63 |
| H(12F) | -4617 | 6147  | 1402 | 63 |
| H(12G) | -672  | 7317  | -432 | 65 |
| H(12H) | -658  | 6433  | -145 | 65 |
| H(12I) | -155  | 7340  | 320  | 65 |
| H(12J) | -3179 | 6765  | -881 | 79 |
| H(12K) | -4243 | 6353  | -427 | 79 |
| H(12L) | -3126 | 5864  | -630 | 79 |
| H(12M) | -2293 | 8186  | -130 | 69 |
| H(12N) | -1963 | 8177  | 632  | 69 |
| H(12O) | -3494 | 7818  | 270  | 69 |
| H(13A) | -3810 | 4811  | 2635 | 72 |
| H(13B) | -2873 | 4631  | 2102 | 72 |
| H(13C) | -4012 | 5144  | 1947 | 72 |
| H(13D) | -3547 | 6547  | 3336 | 65 |
| H(13E) | -3693 | 6982  | 2689 | 65 |
| H(13F) | -2419 | 7389  | 3243 | 65 |
| H(13G) | -1476 | 5522  | 3607 | 70 |
| H(13H) | -247  | 6323  | 3540 | 70 |
| H(13I) | -420  | 5400  | 3119 | 70 |
| H(21A) | 6682  | 12366 | 3272 | 64 |
| H(21B) | 5835  | 13038 | 3063 | 64 |
| H(21C) | 5222  | 12021 | 2835 | 64 |
| H(21J) | 6308  | 11484 | 4424 | 56 |
| H(21K) | 4920  | 10863 | 4035 | 56 |
| H(21L) | 4936  | 11351 | 4743 | 56 |
| H(21D) | 5707  | 13953 | 5509 | 82 |
| H(21E) | 5305  | 12916 | 5416 | 82 |
| H(21F) | 4248  | 13424 | 5131 | 82 |
| H(21G) | 7852  | 13980 | 5001 | 92 |
| H(21H) | 7770  | 13411 | 4317 | 92 |

|        |       |       |      |     |
|--------|-------|-------|------|-----|
| H(21I) | 7474  | 12944 | 4940 | 92  |
| H(21M) | 6131  | 14764 | 4586 | 100 |
| H(21N) | 4735  | 14235 | 4148 | 100 |
| H(21O) | 6153  | 14285 | 3881 | 100 |
| H(22A) | 2540  | 13751 | 2189 | 88  |
| H(22B) | 3050  | 12887 | 2241 | 88  |
| H(22C) | 3833  | 13766 | 2702 | 88  |
| H(22D) | 1814  | 14633 | 3402 | 97  |
| H(22E) | 2687  | 14330 | 3974 | 97  |
| H(22F) | 1060  | 14079 | 3905 | 97  |
| H(22G) | -282  | 13204 | 2464 | 87  |
| H(22H) | -676  | 12600 | 3008 | 87  |
| H(22I) | -153  | 12223 | 2375 | 87  |
| H(23A) | 669   | 12845 | 5419 | 80  |
| H(23B) | 573   | 13207 | 4738 | 80  |
| H(23C) | 2025  | 13332 | 5164 | 80  |
| H(23D) | -1060 | 11212 | 4758 | 72  |
| H(23E) | -625  | 10610 | 4205 | 72  |
| H(23F) | -1050 | 11471 | 4044 | 72  |
| H(23G) | 1596  | 11265 | 5613 | 66  |
| H(23H) | 3046  | 11646 | 5396 | 66  |
| H(23I) | 2118  | 10722 | 5055 | 66  |
| H(01A) | -2764 | 1939  | -245 | 77  |
| H(02A) | -2096 | 3024  | 626  | 108 |
| H(03A) | -3158 | 2928  | 1556 | 98  |
| H(04A) | -5045 | 1755  | 1566 | 86  |
| H(05A) | -5737 | 671   | 669  | 84  |
| H(06A) | -4600 | 777   | -234 | 77  |

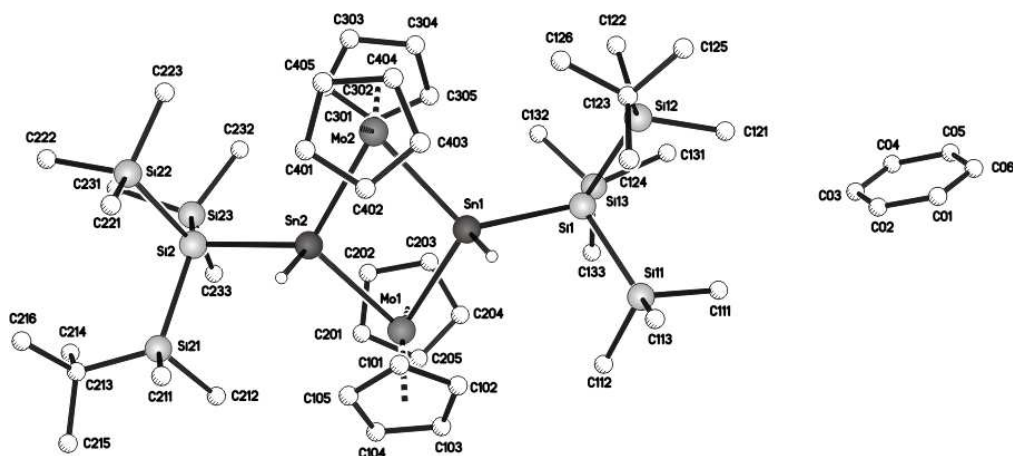


Abb. E.12: Vollständige Molekülstruktur von *cis-7* mit einem Molekül Benzol.

E.4.19 *trans*-(Cp<sub>2</sub>Mo)<sub>2</sub>(HSnSit)<sub>2</sub> (*trans*-7)Tab. E.4.19a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung *trans*-7.

|  |   |   |
|--|---|---|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>44</sub> H <sub>88</sub> Mo <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> Sn <sub>2</sub> |   |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 1271,12 g/mol   |   |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |   |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | trikin, P $\bar{1}$   |   |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 10,0368(14) Å<br>b = 17,185(2) Å<br>c = 17,283(3) Å                         | $\alpha = 102,965(5)^\circ$<br>$\beta = 102,249(4)^\circ$<br>$\gamma = 91,529(3)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 2830,3(7) Å <sup>3</sup>  |   |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 1,492 Mg/m <sup>3</sup>  |   |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 1,502 mm <sup>-1</sup>  |   |
| <b>F(000)</b>  | 1296  |   |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,72 x 0,32 x 0,09 mm   |   |
| <b>Messbereich</b>   | 2,33° ≤ $\theta$ ≤ 28,04°   |   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -13 ≤ h ≤ 13; -21 ≤ k ≤ 22; -22 ≤ l ≤ 22  |   |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 63027/ 13613 [R(int) = 0,0748]  |   |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 29,00^\circ</math></b> | 99,2 %  |   |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>                     |   |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 13613 / 63 / 585  |   |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 1,033   |   |
| <b>Gütefaktoren [<math> I  &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>       | R1 = 0,0374, wR2 = 0,0859   |   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0597, wR2 = 0,0912   |   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,648 e/Å <sup>3</sup> und -1,003 e/Å <sup>3</sup>                              |   |

**Tab. E.4.19b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ), äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) und Besetzungsfaktoren von Verbindung *trans*-7.

| Atom   | x/a       | y/b      | z/c      | U(eq) | k        |
|--------|-----------|----------|----------|-------|----------|
| Mo(1)  | 6658(1)   | 5979(1)  | -19(1)   | 19(1) |          |
| C(101) | 5808(5)   | 6264(3)  | -1254(3) | 32(1) |          |
| C(105) | 6825(5)   | 6878(3)  | -801(3)  | 34(1) |          |
| C(102) | 4745(4)   | 6325(3)  | -817(3)  | 35(1) |          |
| C(104) | 6395(5)   | 7293(3)  | -111(3)  | 34(1) |          |
| C(103) | 5105(5)   | 6953(3)  | -113(3)  | 32(1) |          |
| C(201) | 8982(4)   | 6093(3)  | 163(3)   | 41(1) |          |
| C(205) | 8528(4)   | 5260(3)  | -76(3)   | 30(1) |          |
| C(202) | 8691(4)   | 6419(3)  | 934(3)   | 39(1) |          |
| C(203) | 8076(4)   | 5806(3)  | 1186(3)  | 35(1) |          |
| C(204) | 7961(4)   | 5098(3)  | 562(3)   | 32(1) |          |
| Sn(1)  | 4728(1)   | 5547(1)  | 864(1)   | 18(1) |          |
| Si(1)  | 5296(1)   | 5929(1)  | 2511(1)  | 21(1) |          |
| Si(11) | 6235(1)   | 7277(1)  | 2904(1)  | 31(1) |          |
| C(111) | 8140(5)   | 7403(3)  | 3201(4)  | 53(2) |          |
| C(112) | 5723(5)   | 7776(3)  | 2035(3)  | 42(1) |          |
| C(113) | 5623(7)   | 7887(3)  | 3793(3)  | 54(2) |          |
| Si(12) | 3055(1)   | 6029(1)  | 2765(1)  | 30(1) |          |
| C(121) | 1962(5)   | 5070(3)  | 2297(3)  | 40(1) |          |
| C(122) | 2170(5)   | 6825(3)  | 2297(3)  | 45(1) |          |
| C(123) | 3021(5)   | 6298(3)  | 3878(3)  | 46(1) |          |
| Si(13) | 6400(1)   | 5232(1)  | 3494(1)  | 26(1) |          |
| C(131) | 6721(5)   | 5969(3)  | 4519(2)  | 41(1) |          |
| C(132) | 5209(4)   | 4385(2)  | 3541(3)  | 41(1) |          |
| C(133) | 8120(4)   | 4803(2)  | 3415(2)  | 31(1) |          |
| C(134) | 9251(4)   | 5470(3)  | 3563(3)  | 42(1) |          |
| C(135) | 8025(4)   | 4243(3)  | 2568(3)  | 39(1) |          |
| C(136) | 8517(5)   | 4292(3)  | 4041(3)  | 50(1) |          |
| Mo(2)  | -1660(1)  | 957(1)   | -48(1)   | 21(1) |          |
| C(305) | -2998(4)  | -184(3)  | -175(3)  | 37(1) |          |
| C(303) | -3969(4)  | 842(3)   | -649(3)  | 40(1) |          |
| C(304) | -3464(4)  | 103(3)   | -892(3)  | 36(1) |          |
| C(302) | -3832(4)  | 1018(3)  | 198(3)   | 38(1) |          |
| C(301) | -3247(5)  | 393(3)   | 494(3)   | 43(1) |          |
| C(404) | 320(5)    | 1705(3)  | 199(4)   | 52(2) |          |
| C(403) | -1522(5)  | 2330(3)  | 496(4)   | 46(1) |          |
| C(402) | -1651(5)  | 2213(3)  | -323(3)  | 44(1) |          |
| C(401) | -532(7)   | 1837(3)  | -552(4)  | 59(2) |          |
| C(405) | -329(5)   | 2038(3)  | 819(4)   | 50(1) |          |
| Sn(2B) | 623(3)    | 489(2)   | 952(1)   | 18(1) | 0,112(1) |
| Sn(2A) | 66(1)     | 93(1)    | 986(1)   | 19(1) | 0,888(1) |
| Si(21) | 2635(1)   | 1964(1)  | 2880(1)  | 29(1) |          |
| C(211) | 1827(5)   | 2938(3)  | 2851(3)  | 43(1) |          |
| C(212) | 3761(5)   | 2128(3)  | 3934(3)  | 45(1) |          |
| C(213) | 3858(5)   | 1857(3)  | 2175(3)  | 45(1) |          |
| Si(24) | -649(3)   | 1414(2)  | 3268(2)  | 24(1) | 0,314(4) |
| C(241) | -1723(8)  | 2062(5)  | 2669(5)  | 21(4) | 0,314(4) |
| C(242) | 253(7)    | 2091(5)  | 4272(4)  | 49(6) | 0,314(4) |
| C(243) | -1924(6)  | 698(4)   | 3499(4)  | 33(3) | 0,314(4) |
| C(244) | -2911(10) | 1157(6)  | 3964(8)  | 46(4) | 0,314(4) |
| C(245) | -2758(11) | 143(7)   | 2704(6)  | 57(7) | 0,314(4) |
| C(246) | -1156(10) | 152(6)   | 4005(8)  | 61(5) | 0,314(4) |
| Si(25) | 2195(8)   | -98(5)   | 3249(5)  | 59(5) | 0,314(4) |
| C(251) | 4000(9)   | -167(8)  | 3011(8)  | 49(4) | 0,314(4) |
| C(252) | 1376(13)  | -1131(6) | 2984(12) | 74(7) | 0,314(4) |
| C(253) | 2522(16)  | 251(9)   | 4372(5)  | 62(9) | 0,314(4) |



## E. Anhang

|        |          |         |         |       |          |
|--------|----------|---------|---------|-------|----------|
| Si(2)  | 1040(1)  | 832(1)  | 2569(1) | 22(1) |          |
| Si(23) | -1061(2) | 1112(1) | 2991(1) | 27(1) | 0,686(4) |
| C(231) | -2264(7) | 175(3)  | 2699(4) | 45(2) | 0,686(4) |
| C(232) | -1932(6) | 1849(3) | 2431(3) | 30(2) | 0,686(4) |
| C(233) | -951(4)  | 1544(2) | 4126(2) | 39(2) | 0,686(4) |
| C(234) | -39(8)   | 2328(4) | 4440(3) | 55(2) | 0,686(4) |
| C(235) | -2387(6) | 1701(5) | 4286(3) | 67(3) | 0,686(4) |
| C(236) | -380(9)  | 939(4)  | 4619(3) | 76(3) | 0,686(4) |
| Si(22) | 2109(4)  | -163(2) | 3187(2) | 29(1) | 0,686(4) |
| C(221) | 712(8)   | -998(4) | 3107(5) | 48(2) | 0,686(4) |
| C(222) | 3011(11) | 166(5)  | 4273(4) | 49(2) | 0,686(4) |
| C(223) | 3349(8)  | -675(4) | 2632(5) | 44(2) | 0,686(4) |

Fig. E.4.19c Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung *trans*-7.

|               |            |                 |            |
|---------------|------------|-----------------|------------|
| Mo(1)-C(205)  | 2,282(4)   | C(302)-C(301)   | 1,383(7)   |
| Mo(1)-C(204)  | 2,289(4)   | C(302)-H(302)   | 0,9500     |
| Mo(1)-C(201)  | 2,283(4)   | C(301)-H(301)   | 0,9500     |
| Mo(1)-C(101)  | 2,289(4)   | C(404)-C(405)   | 1,393(8)   |
| Mo(1)-C(102)  | 2,291(4)   | C(404)-C(401)   | 1,463(9)   |
| Mo(1)-C(105)  | 2,293(4)   | C(404)-H(404)   | 0,9500     |
| Mo(1)-C(104)  | 2,316(4)   | C(403)-C(402)   | 1,361(8)   |
| Mo(1)-C(202)  | 2,320(4)   | C(403)-C(405)   | 1,368(7)   |
| Mo(1)-C(103)  | 2,327(4)   | C(403)-H(403)   | 0,9500     |
| Mo(1)-C(203)  | 2,345(4)   | C(402)-C(401)   | 1,396(8)   |
| Mo(1)-Sn(1)#1 | 2,8583(5)  | C(402)-H(402)   | 0,9500     |
| Mo(1)-Sn(1)   | 2,8855(5)  | C(401)-H(401)   | 0,9500     |
| C(101)-C(105) | 1,414(6)   | C(405)-H(405)   | 0,9500     |
| C(101)-C(102) | 1,425(7)   | Sn(2B)-Si(2)    | 2,661(3)   |
| C(101)-H(101) | 0,9500     | Sn(2B)-Mo(2)#2  | 2,964(2)   |
| C(105)-C(104) | 1,403(7)   | Sn(2B)-Sn(2B)#2 | 3,298(5)   |
| C(105)-H(105) | 0,9500     | Sn(2B)-H(2B)    | 1,78(5)    |
| C(102)-C(103) | 1,408(7)   | Sn(2A)-Si(2)    | 2,6994(12) |
| C(102)-H(102) | 0,9500     | Sn(2A)-Mo(2)#2  | 2,8957(5)  |
| C(104)-C(103) | 1,405(6)   | Sn(2A)-H(2A)    | 1,78(5)    |
| C(104)-H(104) | 0,9500     | Si(21)-C(212)   | 1,885(5)   |
| C(103)-H(103) | 0,9500     | Si(21)-C(211)   | 1,885(5)   |
| C(201)-C(202) | 1,419(7)   | Si(21)-C(213)   | 1,889(5)   |
| C(201)-C(205) | 1,432(7)   | Si(21)-Si(2)    | 2,3747(16) |
| C(201)-H(201) | 0,9500     | C(211)-H(21A)   | 0,9800     |
| C(205)-C(204) | 1,418(6)   | C(211)-H(21B)   | 0,9800     |
| C(205)-H(205) | 0,9500     | C(211)-H(21C)   | 0,9800     |
| C(202)-C(203) | 1,402(6)   | C(212)-H(21D)   | 0,9800     |
| C(202)-H(202) | 0,9500     | C(212)-H(21E)   | 0,9800     |
| C(203)-C(204) | 1,417(7)   | C(212)-H(21F)   | 0,9800     |
| C(203)-H(203) | 0,9500     | C(213)-H(21G)   | 0,9800     |
| C(204)-H(204) | 0,9500     | C(213)-H(21H)   | 0,9800     |
| Sn(1)-Si(1)   | 2,7033(12) | C(213)-H(21I)   | 0,9800     |
| Sn(1)-Mo(1)#1 | 2,8583(5)  | Si(24)-C(242)   | 1,884(4)   |
| Sn(1)-H(1)    | 1,73(4)    | Si(24)-C(241)   | 1,892(4)   |
| Sn(1A)-H(1A)  | 1,73(4)    | Si(24)-C(243)   | 1,914(4)   |
| Mo(1A)-Sn(1A) | 2,886(?)   | Si(24)-Si(2)    | 2,3996(19) |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3709(16) | C(241)-H(24A)   | 0,9800     |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3839(16) | C(241)-H(24B)   | 0,9800     |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3946(15) | C(241)-H(24C)   | 0,9800     |
| Si(11)-C(111) | 1,866(5)   | C(242)-H(24D)   | 0,9800     |
| Si(11)-C(112) | 1,878(5)   | C(242)-H(24E)   | 0,9800     |
| Si(11)-C(113) | 1,884(5)   | C(242)-H(24F)   | 0,9800     |

## E. Anhang

|                |           |               |            |
|----------------|-----------|---------------|------------|
| C(111)-H(11A)  | 0,9800    | C(243)-C(244) | 1,531(5)   |
| C(111)-H(11B)  | 0,9800    | C(243)-C(246) | 1,535(5)   |
| C(111)-H(11C)  | 0,9800    | C(243)-C(245) | 1,543(5)   |
| C(112)-H(11D)  | 0,9800    | C(244)-H(24G) | 0,9800     |
| C(112)-H(11E)  | 0,9800    | C(244)-H(24H) | 0,9800     |
| C(112)-H(11F)  | 0,9800    | C(244)-H(24I) | 0,9800     |
| C(113)-H(11G)  | 0,9800    | C(245)-H(24J) | 0,9800     |
| C(113)-H(11H)  | 0,9800    | C(245)-H(24K) | 0,9800     |
| C(113)-H(11I)  | 0,9800    | C(245)-H(24L) | 0,9800     |
| Si(12)-C(121)  | 1,871(5)  | C(246)-H(24M) | 0,9800     |
| Si(12)-C(123)  | 1,884(5)  | C(246)-H(24N) | 0,9800     |
| Si(12)-C(122)  | 1,889(5)  | C(246)-H(24O) | 0,9800     |
| C(121)-H(12A)  | 0,9800    | Si(25)-C(252) | 1,854(8)   |
| C(121)-H(12B)  | 0,9800    | Si(25)-C(253) | 1,853(7)   |
| C(121)-H(12C)  | 0,9800    | Si(25)-C(251) | 1,941(8)   |
| C(122)-H(12D)  | 0,9800    | Si(25)-Si(2)  | 2,3745(18) |
| C(122)-H(12E)  | 0,9800    | C(251)-H(25A) | 0,9800     |
| C(122)-H(12F)  | 0,9800    | C(251)-H(25B) | 0,9800     |
| C(123)-H(12G)  | 0,9800    | C(251)-H(25C) | 0,9800     |
| C(123)-H(12H)  | 0,9800    | C(252)-H(25D) | 0,9800     |
| C(123)-H(12I)  | 0,9800    | C(252)-H(25E) | 0,9800     |
| Si(13)-C(132)  | 1,885(4)  | C(252)-H(25F) | 0,9800     |
| Si(13)-C(131)  | 1,893(4)  | C(253)-H(25G) | 0,9800     |
| Si(13)-C(133)  | 1,914(4)  | C(253)-H(25H) | 0,9800     |
| C(131)-H(13A)  | 0,9800    | C(253)-H(25I) | 0,9800     |
| C(131)-H(13B)  | 0,9800    | Si(2)-Si(22)  | 2,3748(16) |
| C(131)-H(13C)  | 0,9800    | Si(2)-Si(23)  | 2,4010(17) |
| C(132)-H(13D)  | 0,9800    | Si(23)-C(232) | 1,885(4)   |
| C(132)-H(13E)  | 0,9800    | Si(23)-C(231) | 1,892(4)   |
| C(132)-H(13F)  | 0,9800    | Si(23)-C(233) | 1,914(4)   |
| C(133)-C(134)  | 1,531(5)  | C(231)-H(23A) | 0,9800     |
| C(133)-C(136)  | 1,536(5)  | C(231)-H(23B) | 0,9800     |
| C(133)-C(135)  | 1,543(5)  | C(231)-H(23C) | 0,9800     |
| C(134)-H(13G)  | 0,9800    | C(232)-H(23D) | 0,9800     |
| C(134)-H(13H)  | 0,9800    | C(232)-H(23E) | 0,9800     |
| C(134)-H(13I)  | 0,9800    | C(232)-H(23F) | 0,9800     |
| C(135)-H(13J)  | 0,9800    | C(233)-C(234) | 1,531(5)   |
| C(135)-H(13K)  | 0,9800    | C(233)-C(236) | 1,535(5)   |
| C(135)-H(13L)  | 0,9800    | C(233)-C(235) | 1,544(5)   |
| C(136)-H(13M)  | 0,9800    | C(234)-H(23G) | 0,9800     |
| C(136)-H(13N)  | 0,9800    | C(234)-H(23H) | 0,9800     |
| C(136)-H(13O)  | 0,9800    | C(234)-H(23I) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(404)   | 2,245(4)  | C(235)-H(23J) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(305)   | 2,289(4)  | C(235)-H(23K) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(401)   | 2,291(5)  | C(235)-H(23L) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(405)   | 2,292(5)  | C(236)-H(23M) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(301)   | 2,304(5)  | C(236)-H(23N) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(302)   | 2,308(4)  | C(236)-H(23O) | 0,9800     |
| Mo(2)-C(304)   | 2,310(4)  | Si(22)-C(222) | 1,854(8)   |
| Mo(2)-C(402)   | 2,312(5)  | Si(22)-C(223) | 1,853(7)   |
| Mo(2)-C(303)   | 2,313(4)  | Si(22)-C(221) | 1,941(8)   |
| Mo(2)-C(403)   | 2,325(5)  | C(221)-H(22A) | 0,9800     |
| Mo(2)-Sn(2B)   | 2,815(2)  | C(221)-H(22B) | 0,9800     |
| Mo(2)-Sn(2A)#2 | 2,8957(5) | C(221)-H(22C) | 0,9800     |
| C(305)-C(301)  | 1,416(7)  | C(222)-H(22D) | 0,9800     |
| C(305)-C(304)  | 1,427(7)  | C(222)-H(22E) | 0,9800     |
| C(305)-H(305)  | 0,9500    | C(222)-H(22F) | 0,9800     |
| C(303)-C(304)  | 1,390(6)  | C(223)-H(22G) | 0,9800     |
| C(303)-C(302)  | 1,402(7)  | C(223)-H(22H) | 0,9800     |
| C(303)-H(303)  | 0,9500    | C(223)-H(22I) | 0,9800     |
| C(304)-H(304)  | 0,9500    |               |            |

Die Atome mit der Endung #1 wurden mit der Symmetrieoperation (-x+1; -y+1, -z) erzeugt, die Atome mit der Endung #2 mit (-x; -y, -z).

Fig. E.4.19c Bindungswinkel [°] von Verbindung trans-7.

|                      |            |                       |            |
|----------------------|------------|-----------------------|------------|
| C(205)-Mo(1)-C(204)  | 36,14(16)  | C(305)-Mo(2)-Sn(2B)   | 94,19(13)  |
| C(205)-Mo(1)-C(201)  | 36,55(17)  | C(401)-Mo(2)-Sn(2B)   | 98,3(2)    |
| C(204)-Mo(1)-C(201)  | 59,73(16)  | C(405)-Mo(2)-Sn(2B)   | 68,13(16)  |
| C(205)-Mo(1)-C(101)  | 110,16(17) | C(301)-Mo(2)-Sn(2B)   | 94,91(14)  |
| C(204)-Mo(1)-C(101)  | 141,71(17) | C(302)-Mo(2)-Sn(2B)   | 125,46(14) |
| C(201)-Mo(1)-C(101)  | 105,78(18) | C(304)-Mo(2)-Sn(2B)   | 125,33(13) |
| C(205)-Mo(1)-C(102)  | 142,67(17) | C(402)-Mo(2)-Sn(2B)   | 121,11(15) |
| C(204)-Mo(1)-C(102)  | 153,75(16) | C(303)-Mo(2)-Sn(2B)   | 151,83(15) |
| C(201)-Mo(1)-C(102)  | 139,81(17) | C(403)-Mo(2)-Sn(2B)   | 101,91(15) |
| C(101)-Mo(1)-C(102)  | 36,27(17)  | C(404)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 77,70(13)  |
| C(205)-Mo(1)-C(105)  | 104,80(17) | C(305)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 85,02(13)  |
| C(204)-Mo(1)-C(105)  | 139,52(16) | C(401)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 78,10(13)  |
| C(201)-Mo(1)-C(105)  | 81,48(17)  | C(405)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 111,45(15) |
| C(101)-Mo(1)-C(105)  | 35,95(15)  | C(301)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 118,58(14) |
| C(102)-Mo(1)-C(105)  | 59,16(16)  | C(302)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 140,51(13) |
| C(205)-Mo(1)-C(104)  | 129,05(17) | C(304)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 82,79(12)  |
| C(204)-Mo(1)-C(104)  | 147,55(16) | C(402)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 111,42(14) |
| C(201)-Mo(1)-C(104)  | 94,56(18)  | C(303)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 113,83(13) |
| C(101)-Mo(1)-C(104)  | 59,70(16)  | C(403)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 134,14(14) |
| C(102)-Mo(1)-C(104)  | 58,60(16)  | Sn(2B)-Mo(2)-Sn(2A)#2 | 67,90(5)   |
| C(105)-Mo(1)-C(104)  | 35,42(16)  | C(301)-C(305)-C(304)  | 107,7(4)   |
| C(205)-Mo(1)-C(202)  | 60,30(17)  | C(301)-C(305)-Mo(2)   | 72,6(3)    |
| C(204)-Mo(1)-C(202)  | 59,04(16)  | C(304)-C(305)-Mo(2)   | 72,7(2)    |
| C(201)-Mo(1)-C(202)  | 35,90(18)  | C(301)-C(305)-H(305)  | 126,2      |
| C(101)-Mo(1)-C(202)  | 131,15(17) | C(304)-C(305)-H(305)  | 126,2      |
| C(102)-Mo(1)-C(202)  | 146,94(17) | Mo(2)-C(305)-H(305)   | 120,3      |
| C(105)-Mo(1)-C(202)  | 96,72(17)  | C(304)-C(303)-C(302)  | 108,8(4)   |
| C(104)-Mo(1)-C(202)  | 88,51(16)  | C(304)-C(303)-Mo(2)   | 72,4(2)    |
| C(205)-Mo(1)-C(103)  | 163,54(16) | C(302)-C(303)-Mo(2)   | 72,1(2)    |
| C(204)-Mo(1)-C(103)  | 157,23(17) | C(304)-C(303)-H(303)  | 125,6      |
| C(201)-Mo(1)-C(103)  | 129,56(17) | C(302)-C(303)-H(303)  | 125,6      |
| C(101)-Mo(1)-C(103)  | 60,32(17)  | Mo(2)-C(303)-H(303)   | 121,6      |
| C(102)-Mo(1)-C(103)  | 35,50(17)  | C(303)-C(304)-C(305)  | 107,1(5)   |
| C(105)-Mo(1)-C(103)  | 59,31(16)  | C(303)-C(304)-Mo(2)   | 72,6(2)    |
| C(104)-Mo(1)-C(103)  | 35,24(16)  | C(305)-C(304)-Mo(2)   | 71,1(2)    |
| C(202)-Mo(1)-C(103)  | 114,27(17) | C(303)-C(304)-H(304)  | 126,5      |
| C(205)-Mo(1)-C(203)  | 60,08(17)  | C(305)-C(304)-H(304)  | 126,5      |
| C(204)-Mo(1)-C(203)  | 35,58(16)  | Mo(2)-C(304)-H(304)   | 121,5      |
| C(201)-Mo(1)-C(203)  | 59,32(17)  | C(301)-C(302)-C(303)  | 108,8(5)   |
| C(101)-Mo(1)-C(203)  | 164,89(16) | C(301)-C(302)-Mo(2)   | 72,4(3)    |
| C(102)-Mo(1)-C(203)  | 156,50(18) | C(303)-C(302)-Mo(2)   | 72,5(3)    |
| C(105)-Mo(1)-C(203)  | 131,66(16) | C(301)-C(302)-H(302)  | 125,6      |
| C(104)-Mo(1)-C(203)  | 115,87(17) | C(303)-C(302)-H(302)  | 125,6      |
| C(202)-Mo(1)-C(203)  | 34,98(16)  | Mo(2)-C(302)-H(302)   | 121,2      |
| C(103)-Mo(1)-C(203)  | 125,72(17) | C(302)-C(301)-C(305)  | 107,7(5)   |
| C(205)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 81,64(11)  | C(302)-C(301)-Mo(2)   | 72,7(3)    |
| C(204)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 76,60(11)  | C(305)-C(301)-Mo(2)   | 71,5(3)    |
| C(201)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 117,21(14) | C(302)-C(301)-H(301)  | 126,1      |
| C(101)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 81,31(11)  | C(305)-C(301)-H(301)  | 126,1      |
| C(102)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 77,66(12)  | Mo(2)-C(301)-H(301)   | 121,4      |
| C(105)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 116,04(12) | C(405)-C(404)-C(401)  | 106,0(4)   |
| C(104)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 135,67(11) | C(405)-C(404)-Mo(2)   | 74,0(3)    |

## E. Anhang

|                      |            |                         |             |
|----------------------|------------|-------------------------|-------------|
| C(202)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 135,39(12) | C(401)-C(404)-Mo(2)     | 72,9(3)     |
| C(103)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 108,48(12) | C(405)-C(404)-H(404)    | 127,0       |
| C(203)-Mo(1)-Sn(1)#1 | 107,08(12) | C(401)-C(404)-H(404)    | 127,0       |
| C(205)-Mo(1)-Sn(1)   | 118,41(11) | Mo(2)-C(404)-H(404)     | 118,3       |
| C(204)-Mo(1)-Sn(1)   | 83,48(12)  | C(402)-C(403)-C(405)    | 108,7(5)    |
| C(201)-Mo(1)-Sn(1)   | 136,33(13) | C(402)-C(403)-Mo(2)     | 72,4(3)     |
| C(101)-Mo(1)-Sn(1)   | 117,85(12) | C(405)-C(403)-Mo(2)     | 71,4(3)     |
| C(102)-Mo(1)-Sn(1)   | 83,16(12)  | C(402)-C(403)-H(403)    | 125,6       |
| C(105)-Mo(1)-Sn(1)   | 136,70(12) | C(405)-C(403)-H(403)    | 125,6       |
| C(104)-Mo(1)-Sn(1)   | 108,10(13) | Mo(2)-C(403)-H(403)     | 122,2       |
| C(202)-Mo(1)-Sn(1)   | 106,35(13) | C(403)-C(402)-C(401)    | 110,1(5)    |
| C(103)-Mo(1)-Sn(1)   | 77,75(11)  | C(403)-C(402)-Mo(2)     | 73,5(3)     |
| C(203)-Mo(1)-Sn(1)   | 77,14(11)  | C(401)-C(402)-Mo(2)     | 71,5(3)     |
| Sn(1)#1-Mo(1)-Sn(1)  | 70,474(14) | C(403)-C(402)-H(402)    | 125,0       |
| C(105)-C(101)-C(102) | 105,7(4)   | C(401)-C(402)-H(402)    | 125,0       |
| C(105)-C(101)-Mo(1)  | 72,2(2)    | Mo(2)-C(402)-H(402)     | 121,7       |
| C(102)-C(101)-Mo(1)  | 71,9(2)    | C(402)-C(401)-C(404)    | 105,4(5)    |
| C(105)-C(101)-H(101) | 127,2      | C(402)-C(401)-Mo(2)     | 73,2(3)     |
| C(102)-C(101)-H(101) | 127,2      | C(404)-C(401)-Mo(2)     | 69,5(3)     |
| Mo(1)-C(101)-H(101)  | 120,6      | C(402)-C(401)-H(401)    | 127,3       |
| C(104)-C(105)-C(101) | 108,9(4)   | C(404)-C(401)-H(401)    | 127,3       |
| C(104)-C(105)-Mo(1)  | 73,2(2)    | Mo(2)-C(401)-H(401)     | 121,9       |
| C(101)-C(105)-Mo(1)  | 71,8(2)    | C(403)-C(405)-C(404)    | 109,7(5)    |
| C(104)-C(105)-H(105) | 125,5      | C(403)-C(405)-Mo(2)     | 74,1(3)     |
| C(101)-C(105)-H(105) | 125,5      | C(404)-C(405)-Mo(2)     | 70,3(3)     |
| Mo(1)-C(105)-H(105)  | 121,1      | C(403)-C(405)-H(405)    | 125,1       |
| C(103)-C(102)-C(101) | 109,9(4)   | C(404)-C(405)-H(405)    | 125,1       |
| C(103)-C(102)-Mo(1)  | 73,6(2)    | Mo(2)-C(405)-H(405)     | 122,0       |
| C(101)-C(102)-Mo(1)  | 71,8(2)    | Si(2)-Sn(2B)-Mo(2)      | 122,75(9)   |
| C(103)-C(102)-H(102) | 125,1      | Si(2)-Sn(2B)-Mo(2)#2    | 121,26(9)   |
| C(101)-C(102)-H(102) | 125,1      | Mo(2)-Sn(2B)-Mo(2)#2    | 110,46(8)   |
| Mo(1)-C(102)-H(102)  | 121,1      | Si(2)-Sn(2B)-Sn(2B)#2   | 158,1(2)    |
| C(105)-C(104)-C(103) | 109,0(4)   | Mo(2)-Sn(2B)-Sn(2B)#2   | 57,36(7)    |
| C(105)-C(104)-Mo(1)  | 71,4(2)    | Mo(2)#2-Sn(2B)-Sn(2B)#2 | 53,10(7)    |
| C(103)-C(104)-Mo(1)  | 72,8(2)    | Si(2)-Sn(2B)-H(2B)      | 98,4(19)    |
| C(105)-C(104)-H(104) | 125,5      | Mo(2)-Sn(2B)-H(2B)      | 109,8(19)   |
| C(103)-C(104)-H(104) | 125,5      | Mo(2)#2-Sn(2B)-H(2B)    | 84(2)       |
| Mo(1)-C(104)-H(104)  | 122,0      | Sn(2B)#2-Sn(2B)-H(2B)   | 102(2)      |
| C(102)-C(103)-C(104) | 106,5(4)   | Si(2)-Sn(2A)-Mo(2)#2    | 122,42(3)   |
| C(102)-C(103)-Mo(1)  | 70,9(2)    | Si(2)-Sn(2A)-Mo(2)      | 118,24(3)   |
| C(104)-C(103)-Mo(1)  | 72,0(2)    | Mo(2)#2-Sn(2A)-Mo(2)    | 109,983(16) |
| C(102)-C(103)-H(103) | 126,7      | Si(2)-Sn(2A)-H(2A)      | 97,1(17)    |
| C(104)-C(103)-H(103) | 126,7      | Mo(2)#2-Sn(2A)-H(2A)    | 97,8(17)    |
| Mo(1)-C(103)-H(103)  | 122,2      | Mo(2)-Sn(2A)-H(2A)      | 106,3(16)   |
| C(202)-C(201)-C(205) | 108,4(4)   | C(212)-Si(21)-C(211)    | 105,3(2)    |
| C(202)-C(201)-Mo(1)  | 73,5(3)    | C(212)-Si(21)-C(213)    | 105,0(2)    |
| C(205)-C(201)-Mo(1)  | 71,7(2)    | C(211)-Si(21)-C(213)    | 107,0(2)    |
| C(202)-C(201)-H(201) | 125,8      | C(212)-Si(21)-Si(2)     | 112,15(18)  |
| C(205)-C(201)-H(201) | 125,8      | C(211)-Si(21)-Si(2)     | 114,14(16)  |
| Mo(1)-C(201)-H(201)  | 120,8      | C(213)-Si(21)-Si(2)     | 112,60(16)  |
| C(204)-C(205)-C(201) | 106,1(4)   | Si(21)-C(211)-H(21A)    | 109,5       |
| C(204)-C(205)-Mo(1)  | 72,2(2)    | Si(21)-C(211)-H(21B)    | 109,5       |
| C(201)-C(205)-Mo(1)  | 71,8(2)    | H(21A)-C(211)-H(21B)    | 109,5       |
| C(204)-C(205)-H(205) | 127,0      | Si(21)-C(211)-H(21C)    | 109,5       |
| C(201)-C(205)-H(205) | 127,0      | H(21A)-C(211)-H(21C)    | 109,5       |
| Mo(1)-C(205)-H(205)  | 120,9      | H(21B)-C(211)-H(21C)    | 109,5       |
| C(203)-C(202)-C(201) | 108,6(4)   | Si(21)-C(212)-H(21D)    | 109,5       |
| C(203)-C(202)-Mo(1)  | 73,5(2)    | Si(21)-C(212)-H(21E)    | 109,5       |
| C(201)-C(202)-Mo(1)  | 70,6(2)    | H(21D)-C(212)-H(21E)    | 109,5       |
| C(203)-C(202)-H(202) | 125,7      | Si(21)-C(212)-H(21F)    | 109,5       |
| C(201)-C(202)-H(202) | 125,7      | H(21D)-C(212)-H(21F)    | 109,5       |

## E. Anhang

|                      |             |                      |            |
|----------------------|-------------|----------------------|------------|
| Mo(1)-C(202)-H(202)  | 121,8       | H(21E)-C(212)-H(21F) | 109,5      |
| C(202)-C(203)-C(204) | 107,4(4)    | Si(21)-C(213)-H(21G) | 109,5      |
| C(202)-C(203)-Mo(1)  | 71,5(2)     | Si(21)-C(213)-H(21H) | 109,5      |
| C(204)-C(203)-Mo(1)  | 70,1(2)     | H(21G)-C(213)-H(21H) | 109,5      |
| C(202)-C(203)-H(203) | 126,3       | Si(21)-C(213)-H(21I) | 109,5      |
| C(204)-C(203)-H(203) | 126,3       | H(21G)-C(213)-H(21I) | 109,5      |
| Mo(1)-C(203)-H(203)  | 123,7       | H(21H)-C(213)-H(21I) | 109,5      |
| C(205)-C(204)-C(203) | 109,6(4)    | C(242)-Si(24)-C(241) | 106,9(2)   |
| C(205)-C(204)-Mo(1)  | 71,6(2)     | C(242)-Si(24)-C(243) | 107,07(18) |
| C(203)-C(204)-Mo(1)  | 74,4(2)     | C(241)-Si(24)-C(243) | 105,67(18) |
| C(205)-C(204)-H(204) | 125,2       | C(242)-Si(24)-Si(2)  | 108,6(2)   |
| C(203)-C(204)-H(204) | 125,2       | C(241)-Si(24)-Si(2)  | 110,7(2)   |
| Mo(1)-C(204)-H(204)  | 120,5       | C(243)-Si(24)-Si(2)  | 117,39(13) |
| Si(1)-Sn(1)-Mo(1)#1  | 118,62(3)   | Si(24)-C(241)-H(24A) | 109,5      |
| Si(1)-Sn(1)-Mo(1)    | 121,15(3)   | Si(24)-C(241)-H(24B) | 109,5      |
| Mo(1)#1-Sn(1)-Mo(1)  | 109,526(13) | H(24A)-C(241)-H(24B) | 109,5      |
| Si(1)-Sn(1)-H(1)     | 90,7(12)    | Si(24)-C(241)-H(24C) | 109,5      |
| Mo(1)#1-Sn(1)-H(1)   | 103,3(13)   | H(24A)-C(241)-H(24C) | 109,5      |
| Mo(1)-Sn(1)-H(1)     | 109,7(12)   | H(24B)-C(241)-H(24C) | 109,5      |
| Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 103,36(6)   | Si(24)-C(242)-H(24D) | 109,5      |
| Si(11)-Si(1)-Si(13)  | 108,65(6)   | Si(24)-C(242)-H(24E) | 109,5      |
| Si(12)-Si(1)-Si(13)  | 102,88(6)   | H(24D)-C(242)-H(24E) | 109,5      |
| Si(11)-Si(1)-Sn(1)   | 105,46(5)   | Si(24)-C(242)-H(24F) | 109,5      |
| Si(12)-Si(1)-Sn(1)   | 101,16(5)   | H(24D)-C(242)-H(24F) | 109,5      |
| Si(13)-Si(1)-Sn(1)   | 131,81(5)   | H(24E)-C(242)-H(24F) | 109,5      |
| C(111)-Si(11)-C(112) | 106,0(3)    | C(244)-C(243)-C(246) | 109,3(3)   |
| C(111)-Si(11)-C(113) | 105,9(3)    | C(244)-C(243)-C(245) | 108,9(3)   |
| C(112)-Si(11)-C(113) | 107,0(2)    | C(246)-C(243)-C(245) | 106,6(3)   |
| C(111)-Si(11)-Si(1)  | 114,76(18)  | C(244)-C(243)-Si(24) | 111,3(3)   |
| C(112)-Si(11)-Si(1)  | 109,92(16)  | C(246)-C(243)-Si(24) | 110,1(3)   |
| C(113)-Si(11)-Si(1)  | 112,77(19)  | C(245)-C(243)-Si(24) | 110,6(3)   |
| Si(11)-C(111)-H(11A) | 109,5       | C(243)-C(244)-H(24G) | 109,5      |
| Si(11)-C(111)-H(11B) | 109,5       | C(243)-C(244)-H(24H) | 109,5      |
| H(11A)-C(111)-H(11B) | 109,5       | H(24G)-C(244)-H(24H) | 109,5      |
| Si(11)-C(111)-H(11C) | 109,5       | C(243)-C(244)-H(24I) | 109,5      |
| H(11A)-C(111)-H(11C) | 109,5       | H(24G)-C(244)-H(24I) | 109,5      |
| H(11B)-C(111)-H(11C) | 109,5       | H(24H)-C(244)-H(24I) | 109,5      |
| Si(11)-C(112)-H(11D) | 109,5       | C(243)-C(245)-H(24J) | 109,5      |
| Si(11)-C(112)-H(11E) | 109,5       | C(243)-C(245)-H(24K) | 109,5      |
| H(11D)-C(112)-H(11E) | 109,5       | H(24J)-C(245)-H(24K) | 109,5      |
| Si(11)-C(112)-H(11F) | 109,5       | C(243)-C(245)-H(24L) | 109,5      |
| H(11D)-C(112)-H(11F) | 109,5       | H(24J)-C(245)-H(24L) | 109,5      |
| H(11E)-C(112)-H(11F) | 109,5       | H(24K)-C(245)-H(24L) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11G) | 109,5       | C(243)-C(246)-H(24M) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11H) | 109,5       | C(243)-C(246)-H(24N) | 109,5      |
| H(11G)-C(113)-H(11H) | 109,5       | H(24M)-C(246)-H(24N) | 109,5      |
| Si(11)-C(113)-H(11I) | 109,5       | C(243)-C(246)-H(24O) | 109,5      |
| H(11G)-C(113)-H(11I) | 109,5       | H(24M)-C(246)-H(24O) | 109,5      |
| H(11H)-C(113)-H(11I) | 109,5       | H(24N)-C(246)-H(24O) | 109,5      |
| C(121)-Si(12)-C(123) | 107,0(2)    | C(252)-Si(25)-C(253) | 106,7(4)   |
| C(121)-Si(12)-C(122) | 106,7(2)    | C(252)-Si(25)-C(251) | 107,4(4)   |
| C(123)-Si(12)-C(122) | 106,8(2)    | C(253)-Si(25)-C(251) | 104,7(4)   |
| C(121)-Si(12)-Si(1)  | 111,65(16)  | C(252)-Si(25)-Si(2)  | 116,8(3)   |
| C(123)-Si(12)-Si(1)  | 114,04(17)  | C(253)-Si(25)-Si(2)  | 112,5(2)   |
| C(122)-Si(12)-Si(1)  | 110,27(17)  | C(251)-Si(25)-Si(2)  | 108,0(3)   |
| Si(12)-C(121)-H(12A) | 109,5       | Si(25)-C(251)-H(25A) | 109,5      |
| Si(12)-C(121)-H(12B) | 109,5       | Si(25)-C(251)-H(25B) | 109,5      |
| H(12A)-C(121)-H(12B) | 109,5       | H(25A)-C(251)-H(25B) | 109,5      |
| Si(12)-C(121)-H(12C) | 109,5       | Si(25)-C(251)-H(25C) | 109,5      |
| H(12A)-C(121)-H(12C) | 109,5       | H(25A)-C(251)-H(25C) | 109,5      |
| H(12B)-C(121)-H(12C) | 109,5       | H(25B)-C(251)-H(25C) | 109,5      |

## E. Anhang

|                      |            |                      |            |
|----------------------|------------|----------------------|------------|
| Si(12)-C(122)-H(12D) | 109,5      | Si(25)-C(252)-H(25D) | 109,5      |
| Si(12)-C(122)-H(12E) | 109,5      | Si(25)-C(252)-H(25E) | 109,5      |
| H(12D)-C(122)-H(12E) | 109,5      | H(25D)-C(252)-H(25E) | 109,5      |
| Si(12)-C(122)-H(12F) | 109,5      | Si(25)-C(252)-H(25F) | 109,5      |
| H(12D)-C(122)-H(12F) | 109,5      | H(25D)-C(252)-H(25F) | 109,5      |
| H(12E)-C(122)-H(12F) | 109,5      | H(25E)-C(252)-H(25F) | 109,5      |
| Si(12)-C(123)-H(12G) | 109,5      | Si(25)-C(253)-H(25G) | 109,5      |
| Si(12)-C(123)-H(12H) | 109,5      | Si(25)-C(253)-H(25H) | 109,5      |
| H(12G)-C(123)-H(12H) | 109,5      | H(25G)-C(253)-H(25H) | 109,5      |
| Si(12)-C(123)-H(12I) | 109,5      | Si(25)-C(253)-H(25I) | 109,5      |
| H(12G)-C(123)-H(12I) | 109,5      | H(25G)-C(253)-H(25I) | 109,5      |
| H(12H)-C(123)-H(12I) | 109,5      | H(25H)-C(253)-H(25I) | 109,5      |
| C(132)-Si(13)-C(131) | 106,77(19) | Si(25)-Si(2)-Si(21)  | 105,0(3)   |
| C(132)-Si(13)-C(133) | 106,99(16) | Si(25)-Si(2)-Si(22)  | 3,6(4)     |
| C(131)-Si(13)-C(133) | 105,68(16) | Si(21)-Si(2)-Si(22)  | 108,20(13) |
| C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,08(15) | Si(25)-Si(2)-Si(24)  | 110,03(10) |
| C(131)-Si(13)-Si(1)  | 106,45(15) | Si(21)-Si(2)-Si(24)  | 99,45(10)  |
| C(133)-Si(13)-Si(1)  | 120,09(11) | Si(22)-Si(2)-Si(24)  | 110,66(11) |
| Si(13)-C(131)-H(13A) | 109,5      | Si(25)-Si(2)-Si(23)  | 110,34(14) |
| Si(13)-C(131)-H(13B) | 109,5      | Si(21)-Si(2)-Si(23)  | 114,23(7)  |
| H(13A)-C(131)-H(13B) | 109,5      | Si(22)-Si(2)-Si(23)  | 109,89(7)  |
| Si(13)-C(131)-H(13C) | 109,5      | Si(24)-Si(2)-Si(23)  | 16,30(8)   |
| H(13A)-C(131)-H(13C) | 109,5      | Si(25)-Si(2)-Sn(2B)  | 117,2(2)   |
| H(13B)-C(131)-H(13C) | 109,5      | Si(21)-Si(2)-Sn(2B)  | 98,95(9)   |
| Si(13)-C(132)-H(13D) | 109,5      | Si(22)-Si(2)-Sn(2B)  | 114,60(12) |
| Si(13)-C(132)-H(13E) | 109,5      | Si(24)-Si(2)-Sn(2B)  | 122,00(11) |
| H(13D)-C(132)-H(13E) | 109,5      | Si(23)-Si(2)-Sn(2B)  | 110,66(8)  |
| Si(13)-C(132)-H(13F) | 109,5      | Si(25)-Si(2)-Sn(2A)  | 108,7(2)   |
| H(13D)-C(132)-H(13F) | 109,5      | Si(21)-Si(2)-Sn(2A)  | 118,04(5)  |
| H(13E)-C(132)-H(13F) | 109,5      | Si(22)-Si(2)-Sn(2A)  | 105,48(13) |
| C(134)-C(133)-C(136) | 109,2(3)   | Si(24)-Si(2)-Sn(2A)  | 114,89(10) |
| C(134)-C(133)-C(135) | 108,9(3)   | Si(23)-Si(2)-Sn(2A)  | 100,43(6)  |
| C(136)-C(133)-C(135) | 106,6(3)   | Sn(2B)-Si(2)-Sn(2A)  | 19,08(7)   |
| C(134)-C(133)-Si(13) | 111,3(2)   | C(232)-Si(23)-C(231) | 106,9(2)   |
| C(136)-C(133)-Si(13) | 109,9(3)   | C(232)-Si(23)-C(233) | 107,00(17) |
| C(135)-C(133)-Si(13) | 110,8(2)   | C(231)-Si(23)-C(233) | 105,71(17) |
| C(133)-C(134)-H(13G) | 109,5      | C(232)-Si(23)-Si(2)  | 108,42(19) |
| C(133)-C(134)-H(13H) | 109,5      | C(231)-Si(23)-Si(2)  | 110,7(2)   |
| H(13G)-C(134)-H(13H) | 109,5      | C(233)-Si(23)-Si(2)  | 117,52(12) |
| C(133)-C(134)-H(13I) | 109,5      | Si(23)-C(231)-H(23A) | 109,5      |
| H(13G)-C(134)-H(13I) | 109,5      | Si(23)-C(231)-H(23B) | 109,5      |
| H(13H)-C(134)-H(13I) | 109,5      | H(23A)-C(231)-H(23B) | 109,5      |
| C(133)-C(135)-H(13J) | 109,5      | Si(23)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| C(133)-C(135)-H(13K) | 109,5      | H(23A)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| H(13J)-C(135)-H(13K) | 109,5      | H(23B)-C(231)-H(23C) | 109,5      |
| C(133)-C(135)-H(13L) | 109,5      | Si(23)-C(232)-H(23D) | 109,5      |
| H(13J)-C(135)-H(13L) | 109,5      | Si(23)-C(232)-H(23E) | 109,5      |
| H(13K)-C(135)-H(13L) | 109,5      | H(23D)-C(232)-H(23E) | 109,5      |
| C(133)-C(136)-H(13M) | 109,5      | Si(23)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| C(133)-C(136)-H(13N) | 109,5      | H(23D)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| H(13M)-C(136)-H(13N) | 109,5      | H(23E)-C(232)-H(23F) | 109,5      |
| C(133)-C(136)-H(13O) | 109,5      | C(234)-C(233)-C(236) | 109,2(3)   |
| H(13M)-C(136)-H(13O) | 109,5      | C(234)-C(233)-C(235) | 108,9(3)   |
| H(13N)-C(136)-H(13O) | 109,5      | C(236)-C(233)-C(235) | 106,6(3)   |
| C(404)-Mo(2)-C(305)  | 155,30(17) | C(234)-C(233)-Si(23) | 111,3(3)   |
| C(404)-Mo(2)-C(401)  | 37,6(2)    | C(236)-C(233)-Si(23) | 110,2(3)   |
| C(305)-Mo(2)-C(401)  | 153,3(2)   | C(235)-C(233)-Si(23) | 110,6(2)   |
| C(404)-Mo(2)-C(405)  | 35,7(2)    | C(233)-C(234)-H(23G) | 109,5      |
| C(305)-Mo(2)-C(405)  | 146,9(2)   | C(233)-C(234)-H(23H) | 109,5      |
| C(401)-Mo(2)-C(405)  | 59,7(2)    | H(23G)-C(234)-H(23H) | 109,5      |
| C(404)-Mo(2)-C(301)  | 146,9(2)   | C(233)-C(234)-H(23I) | 109,5      |

## E. Anhang

|                     |            |                      |          |
|---------------------|------------|----------------------|----------|
| C(305)-Mo(2)-C(301) | 35,90(18)  | H(23G)-C(234)-H(23I) | 109,5    |
| C(401)-Mo(2)-C(301) | 161,9(2)   | H(23H)-C(234)-H(23I) | 109,5    |
| C(405)-Mo(2)-C(301) | 115,1(2)   | C(233)-C(235)-H(23J) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-C(302) | 141,56(18) | C(233)-C(235)-H(23K) | 109,5    |
| C(305)-Mo(2)-C(302) | 58,89(17)  | H(23J)-C(235)-H(23K) | 109,5    |
| C(401)-Mo(2)-C(302) | 127,6(2)   | C(233)-C(235)-H(23L) | 109,5    |
| C(405)-Mo(2)-C(302) | 107,79(19) | H(23J)-C(235)-H(23L) | 109,5    |
| C(301)-Mo(2)-C(302) | 34,89(17)  | H(23K)-C(235)-H(23L) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-C(304) | 153,2(2)   | C(233)-C(236)-H(23M) | 109,5    |
| C(305)-Mo(2)-C(304) | 36,15(17)  | C(233)-C(236)-H(23N) | 109,5    |
| C(401)-Mo(2)-C(304) | 120,1(2)   | H(23M)-C(236)-H(23N) | 109,5    |
| C(405)-Mo(2)-C(304) | 164,39(18) | C(233)-C(236)-H(23O) | 109,5    |
| C(301)-Mo(2)-C(304) | 59,65(19)  | H(23M)-C(236)-H(23O) | 109,5    |
| C(302)-Mo(2)-C(304) | 58,88(18)  | H(23N)-C(236)-H(23O) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-C(402) | 59,89(19)  | C(222)-Si(22)-C(223) | 106,7(4) |
| C(305)-Mo(2)-C(402) | 144,33(17) | C(222)-Si(22)-C(221) | 107,4(4) |
| C(401)-Mo(2)-C(402) | 35,32(19)  | C(223)-Si(22)-C(221) | 104,8(4) |
| C(405)-Mo(2)-C(402) | 57,6(2)    | C(222)-Si(22)-Si(2)  | 116,8(3) |
| C(301)-Mo(2)-C(402) | 126,60(19) | C(223)-Si(22)-Si(2)  | 112,4(2) |
| C(302)-Mo(2)-C(402) | 93,04(18)  | C(221)-Si(22)-Si(2)  | 107,9(2) |
| C(304)-Mo(2)-C(402) | 112,17(18) | Si(22)-C(221)-H(22A) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-C(303) | 144,84(19) | Si(22)-C(221)-H(22B) | 109,5    |
| C(305)-Mo(2)-C(303) | 58,97(16)  | H(22A)-C(221)-H(22B) | 109,5    |
| C(401)-Mo(2)-C(303) | 109,7(2)   | Si(22)-C(221)-H(22C) | 109,5    |
| C(405)-Mo(2)-C(303) | 129,42(19) | H(22A)-C(221)-H(22C) | 109,5    |
| C(301)-Mo(2)-C(303) | 58,73(18)  | H(22B)-C(221)-H(22C) | 109,5    |
| C(302)-Mo(2)-C(303) | 35,33(18)  | Si(22)-C(222)-H(22D) | 109,5    |
| C(304)-Mo(2)-C(303) | 34,99(16)  | Si(22)-C(222)-H(22E) | 109,5    |
| C(402)-Mo(2)-C(303) | 85,37(18)  | H(22D)-C(222)-H(22E) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-C(403) | 59,18(18)  | Si(22)-C(222)-H(22F) | 109,5    |
| C(305)-Mo(2)-C(403) | 140,81(19) | H(22D)-C(222)-H(22F) | 109,5    |
| C(401)-Mo(2)-C(403) | 58,64(19)  | H(22E)-C(222)-H(22F) | 109,5    |
| C(405)-Mo(2)-C(403) | 34,47(18)  | Si(22)-C(223)-H(22G) | 109,5    |
| C(301)-Mo(2)-C(403) | 106,5(2)   | Si(22)-C(223)-H(22H) | 109,5    |
| C(302)-Mo(2)-C(403) | 82,95(18)  | H(22G)-C(223)-H(22H) | 109,5    |
| C(304)-Mo(2)-C(403) | 130,38(18) | Si(22)-C(223)-H(22I) | 109,5    |
| C(402)-Mo(2)-C(403) | 34,14(19)  | H(22G)-C(223)-H(22I) | 109,5    |
| C(303)-Mo(2)-C(403) | 95,67(18)  | H(22H)-C(223)-H(22I) | 109,5    |
| C(404)-Mo(2)-Sn(2B) | 63,05(17)  |                      |          |

Tab. E.4.19d Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung trans-7.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Mo(1)  | 14(1)    | 17(1)    | 25(1)    | 8(1)     | 2(1)     | -3(1)    |
| C(101) | 46(3)    | 25(2)    | 26(2)    | 10(2)    | 3(2)     | -2(2)    |
| C(105) | 35(2)    | 32(2)    | 40(3)    | 21(2)    | 6(2)     | -4(2)    |
| C(102) | 24(2)    | 31(2)    | 51(3)    | 23(2)    | -5(2)    | -2(2)    |
| C(104) | 48(3)    | 17(2)    | 36(3)    | 10(2)    | 0(2)     | 3(2)     |
| C(103) | 36(2)    | 27(2)    | 42(3)    | 20(2)    | 12(2)    | 16(2)    |
| C(201) | 14(2)    | 58(3)    | 56(3)    | 29(3)    | 2(2)     | -6(2)    |
| C(205) | 18(2)    | 33(2)    | 39(3)    | 11(2)    | 2(2)     | 9(2)     |
| C(202) | 23(2)    | 37(3)    | 47(3)    | 13(2)    | -12(2)   | -8(2)    |
| C(203) | 20(2)    | 49(3)    | 35(3)    | 16(2)    | -1(2)    | -1(2)    |
| C(204) | 17(2)    | 33(2)    | 45(3)    | 19(2)    | -5(2)    | 1(2)     |
| Sn(1)  | 16(1)    | 15(1)    | 25(1)    | 6(1)     | 4(1)     | 0(1)     |
| Si(1)  | 21(1)    | 17(1)    | 26(1)    | 7(1)     | 4(1)     | 1(1)     |
| Si(11) | 41(1)    | 18(1)    | 30(1)    | 5(1)     | -2(1)    | -4(1)    |

## E. Anhang

|        |        |       |        |       |        |        |
|--------|--------|-------|--------|-------|--------|--------|
| C(111) | 44(3)  | 38(3) | 70(4)  | 17(3) | -10(3) | -12(2) |
| C(112) | 57(3)  | 26(2) | 40(3)  | 14(2) | 1(2)   | 1(2)   |
| C(113) | 93(5)  | 28(3) | 33(3)  | -2(2) | 8(3)   | 0(3)   |
| Si(12) | 27(1)  | 32(1) | 33(1)  | 6(1)  | 11(1)  | 5(1)   |
| C(121) | 29(2)  | 49(3) | 41(3)  | 8(2)  | 11(2)  | -4(2)  |
| C(122) | 33(3)  | 48(3) | 57(3)  | 12(3) | 12(2)  | 19(2)  |
| C(123) | 38(3)  | 54(3) | 45(3)  | 3(3)  | 18(2)  | 1(2)   |
| Si(13) | 26(1)  | 24(1) | 27(1)  | 10(1) | 3(1)   | -1(1)  |
| C(131) | 47(3)  | 41(3) | 32(3)  | 6(2)  | 5(2)   | 3(2)   |
| C(132) | 42(3)  | 38(3) | 49(3)  | 24(2) | 9(2)   | -4(2)  |
| C(133) | 30(2)  | 32(2) | 32(2)  | 13(2) | 2(2)   | 4(2)   |
| C(134) | 29(2)  | 46(3) | 49(3)  | 11(2) | 3(2)   | -1(2)  |
| C(135) | 40(3)  | 37(3) | 38(3)  | 9(2)  | 2(2)   | 15(2)  |
| C(136) | 45(3)  | 56(3) | 56(3)  | 34(3) | 3(3)   | 14(3)  |
| Mo(2)  | 14(1)  | 18(1) | 29(1)  | 7(1)  | 1(1)   | 0(1)   |
| C(305) | 25(2)  | 18(2) | 66(3)  | 18(2) | -3(2)  | -4(2)  |
| C(303) | 17(2)  | 39(3) | 59(3)  | 15(2) | -6(2)  | -1(2)  |
| C(304) | 24(2)  | 29(2) | 43(3)  | 1(2)  | -7(2)  | -7(2)  |
| C(302) | 17(2)  | 35(3) | 65(4)  | 13(2) | 14(2)  | -1(2)  |
| C(301) | 23(2)  | 58(3) | 53(3)  | 23(3) | 8(2)   | -7(2)  |
| C(404) | 22(2)  | 17(2) | 112(5) | 3(3)  | 19(3)  | -6(2)  |
| C(403) | 50(3)  | 23(2) | 64(4)  | 4(2)  | 15(3)  | -6(2)  |
| C(402) | 50(3)  | 24(2) | 60(4)  | 19(2) | 9(3)   | 0(2)   |
| C(401) | 95(5)  | 18(2) | 85(5)  | 12(3) | 63(4)  | -1(3)  |
| C(405) | 47(3)  | 28(3) | 66(4)  | -2(2) | 4(3)   | -15(2) |
| Sn(2B) | 16(1)  | 16(2) | 24(1)  | 6(1)  | 5(1)   | 0(1)   |
| Sn(2A) | 14(1)  | 16(1) | 27(1)  | 8(1)  | 3(1)   | -1(1)  |
| Si(21) | 28(1)  | 22(1) | 32(1)  | 5(1)  | 1(1)   | -1(1)  |
| C(211) | 37(3)  | 29(2) | 54(3)  | 8(2)  | -3(2)  | 2(2)   |
| C(212) | 41(3)  | 42(3) | 42(3)  | 3(2)  | -7(2)  | -1(2)  |
| C(213) | 44(3)  | 31(3) | 60(3)  | 5(2)  | 19(3)  | -12(2) |
| Si(2)  | 22(1)  | 19(1) | 26(1)  | 8(1)  | 5(1)   | 2(1)   |
| Si(23) | 26(1)  | 27(1) | 31(1)  | 10(1) | 10(1)  | 5(1)   |
| C(231) | 33(4)  | 42(5) | 64(6)  | 14(4) | 20(4)  | -5(3)  |
| C(232) | 32(3)  | 23(3) | 30(4)  | -1(3) | 5(3)   | 6(3)   |
| C(233) | 44(4)  | 39(4) | 37(4)  | 15(3) | 15(3)  | 9(3)   |
| C(234) | 65(6)  | 50(5) | 46(5)  | 4(4)  | 11(5)  | -3(5)  |
| C(235) | 53(5)  | 94(8) | 57(6)  | 4(5)  | 33(4)  | 20(5)  |
| C(236) | 122(9) | 92(7) | 43(5)  | 45(5) | 43(5)  | 57(7)  |
| Si(22) | 41(2)  | 33(1) | 27(1)  | 23(1) | 16(1)  | 24(1)  |
| C(221) | 59(5)  | 26(4) | 66(6)  | 24(4) | 15(4)  | 11(4)  |
| C(222) | 51(6)  | 60(6) | 39(5)  | 31(4) | -5(4)  | -2(4)  |
| C(223) | 53(5)  | 43(4) | 48(5)  | 27(4) | 20(4)  | 26(4)  |

**Tab. E.4.19f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung *trans-7*.

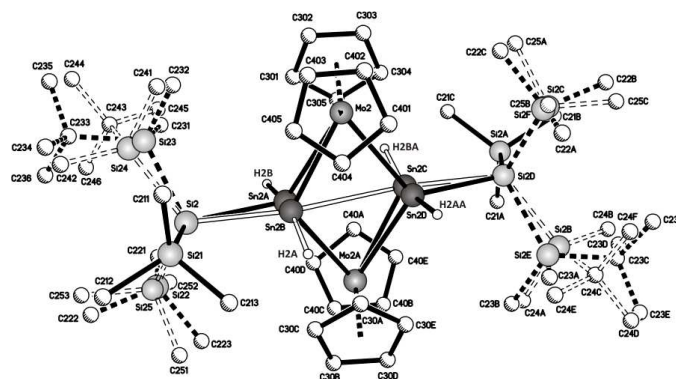
| Atom   | x/a  | y/b  | z/c   | U(eq) |
|--------|------|------|-------|-------|
| H(101) | 5830 | 5889 | -1746 | 39    |
| H(105) | 7662 | 6992 | -941  | 41    |
| H(102) | 3917 | 5991 | -978  | 42    |
| H(104) | 6896 | 7732 | 292   | 41    |
| H(103) | 4579 | 7116 | 284   | 39    |
| H(201) | 9406 | 6379 | -142  | 49    |
| H(205) | 8593 | 4890 | -563  | 36    |
| H(202) | 8882 | 6961 | 1230  | 46    |
| H(203) | 7790 | 5855 | 1684  | 41    |



E. Anhang

|        |           |          |          |        |
|--------|-----------|----------|----------|--------|
| H(204) | 7564      | 4592     | 569      | 38     |
| H(1)   | 3430(40)  | 6190(20) | 830(20)  | 16(10) |
| H(11A) | 8519      | 7050     | 2785     | 80     |
| H(11B) | 8455      | 7266     | 3726     | 80     |
| H(11C) | 8449      | 7961     | 3246     | 80     |
| H(11D) | 6133      | 7520     | 1585     | 62     |
| H(11E) | 6045      | 8344     | 2217     | 62     |
| H(11F) | 4725      | 7723     | 1851     | 62     |
| H(11G) | 5928      | 7667     | 4271     | 81     |
| H(11H) | 4622      | 7868     | 3658     | 81     |
| H(11I) | 6002      | 8444     | 3911     | 81     |
| H(12A) | 2122      | 4844     | 1754     | 59     |
| H(12B) | 997       | 5175     | 2251     | 59     |
| H(12C) | 2195      | 4690     | 2642     | 59     |
| H(12D) | 1992      | 6651     | 1702     | 68     |
| H(12E) | 2756      | 7327     | 2481     | 68     |
| H(12F) | 1302      | 6911     | 2466     | 68     |
| H(12G) | 3569      | 6806     | 4143     | 69     |
| H(12H) | 3402      | 5875     | 4135     | 69     |
| H(12I) | 2076      | 6355     | 3935     | 69     |
| H(13A) | 7283      | 6440     | 4508     | 61     |
| H(13B) | 7201      | 5715     | 4942     | 61     |
| H(13C) | 5846      | 6135     | 4640     | 61     |
| H(13D) | 5181      | 3934     | 3075     | 61     |
| H(13E) | 4289      | 4568     | 3526     | 61     |
| H(13F) | 5538      | 4215     | 4048     | 61     |
| H(13G) | 9032      | 5775     | 3143     | 63     |
| H(13H) | 10124     | 5234     | 3540     | 63     |
| H(13I) | 9321      | 5828     | 4101     | 63     |
| H(13J) | 7820      | 4551     | 2150     | 59     |
| H(13K) | 7297      | 3816     | 2466     | 59     |
| H(13L) | 8898      | 4005     | 2552     | 59     |
| H(13M) | 7818      | 3848     | 3931     | 75     |
| H(13N) | 8583      | 4625     | 4591     | 75     |
| H(13O) | 9401      | 4079     | 4001     | 75     |
| H(305) | -2595     | -675     | -152     | 45     |
| H(303) | -4346     | 1173     | -999     | 48     |
| H(304) | -3434     | -161     | -1432    | 43     |
| H(302) | -4096     | 1489     | 516      | 46     |
| H(301) | -3047     | 358      | 1047     | 52     |
| H(404) | 1147      | 1445     | 253      | 62     |
| H(403) | -2156     | 2575     | 794      | 55     |
| H(402) | -2395     | 2364     | -686     | 53     |
| H(401) | -360      | 1696     | -1084    | 71     |
| H(405) | 7         | 2060     | 1381     | 60     |
| H(2B)  | 2140(50)  | 990(40)  | 870(40)  | 27     |
| H(2A)  | -1030(50) | -660(30) | 1150(30) | 47(16) |
| H(21A) | 1348      | 2925     | 2291     | 64     |
| H(21B) | 2539      | 3382     | 3041     | 64     |
| H(21C) | 1175      | 3012     | 3205     | 64     |
| H(21D) | 4366      | 1691     | 3953     | 68     |
| H(21E) | 3189      | 2138     | 4330     | 68     |
| H(21F) | 4311      | 2639     | 4066     | 68     |
| H(21G) | 3338      | 1770     | 1610     | 68     |
| H(21H) | 4401      | 1400     | 2235     | 68     |
| H(21I) | 4468      | 2347     | 2313     | 68     |
| H(24A) | -2185     | 1735     | 2133     | 31     |
| H(24B) | -1132     | 2494     | 2601     | 31     |
| H(24C) | -2407     | 2293     | 2964     | 31     |
| H(24D) | 926       | 2463     | 4179     | 73     |
| H(24E) | 719       | 1767     | 4631     | 73     |

|        |       |       |      |     |
|--------|-------|-------|------|-----|
| H(24F) | -418  | 2394  | 4527 | 73  |
| H(24G) | -3380 | 1519  | 3651 | 70  |
| H(24H) | -2398 | 1468  | 4496 | 70  |
| H(24I) | -3587 | 776   | 4042 | 70  |
| H(24J) | -3272 | 467   | 2361 | 86  |
| H(24K) | -3397 | -223  | 2834 | 86  |
| H(24L) | -2136 | -167  | 2411 | 86  |
| H(24M) | -574  | 482   | 4507 | 92  |
| H(24N) | -587  | -179  | 3688 | 92  |
| H(24O) | -1817 | -194  | 4143 | 92  |
| H(25A) | 4515  | 357   | 3222 | 73  |
| H(25B) | 3909  | -332  | 2420 | 73  |
| H(25C) | 4486  | -562  | 3270 | 73  |
| H(25D) | 1219  | -1348 | 2394 | 111 |
| H(25E) | 500   | -1123 | 3149 | 111 |
| H(25F) | 1975  | -1468 | 3268 | 111 |
| H(25G) | 2838  | 821   | 4534 | 93  |
| H(25H) | 3225  | -57   | 4624 | 93  |
| H(25I) | 1676  | 173   | 4552 | 93  |
| H(23A) | -1828 | -234  | 2958 | 67  |
| H(23B) | -2478 | -26   | 2106 | 67  |
| H(23C) | -3110 | 301   | 2883 | 67  |
| H(23D) | -2003 | 1650  | 1845 | 45  |
| H(23E) | -1397 | 2368  | 2621 | 45  |
| H(23F) | -2850 | 1911  | 2536 | 45  |
| H(23G) | -413  | 2721  | 4135 | 83  |
| H(23H) | 887   | 2230  | 4364 | 83  |
| H(23I) | -9    | 2537  | 5020 | 83  |
| H(23J) | -2793 | 2087  | 3982 | 101 |
| H(23K) | -2312 | 1919  | 4869 | 101 |
| H(23L) | -2968 | 1198  | 4107 | 101 |
| H(23M) | 529   | 812   | 4527 | 115 |
| H(23N) | -993  | 448   | 4444 | 115 |
| H(23O) | -311  | 1169  | 5200 | 115 |
| H(22A) | 243   | -1203 | 2535 | 72  |
| H(22B) | 49    | -778  | 3424 | 72  |
| H(22C) | 1139  | -1435 | 3321 | 72  |
| H(22D) | 2395  | 451   | 4589 | 74  |
| H(22E) | 3818  | 523   | 4322 | 74  |
| H(22F) | 3297  | -303  | 4481 | 74  |
| H(22G) | 2934  | -827  | 2047 | 66  |
| H(22H) | 3600  | -1157 | 2826 | 66  |
| H(22I) | 4170  | -313  | 2729 | 66  |



**Abb. E.13:** Kristallstruktur der symmetrieunabhängigen, lagefehlgeordneten Einheit von *trans*-7.

E.4.20 Cp<sub>2</sub>MoHyp(H) (**8a**)Tab. E.4.20a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **8a**.

|  |   |  |
|--|---|--|
| <b>Summenformel</b>  | C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> MoSi <sub>4</sub>           |  |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 474,79 g/mol  |  |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |  |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |  |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | trikin, P $\bar{1}$   |  |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 10,0582(2) Å<br>b = 10,5443(3) Å<br>c = 11,4117(3) Å    | $\alpha$ = 91,8560(10)°<br>$\beta$ = 90,8880(10)°<br>$\gamma$ = 96,2940(10)° |
| <b>Volumen</b>   | 1202,14(5) Å <sup>3</sup>                                   |  |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 2; 1,312 Mg/m <sup>3</sup>                                  |  |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 0,746 mm <sup>-1</sup>                                      |  |
| <b>F(000)</b>  | 500   |  |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,60 x 0,30 x 0,30 mm                                       |  |
| <b>Messbereich</b>   | 1,79° ≤ $\theta$ ≤ 29,00°                                   |  |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -13 ≤ h ≤ 13; -14 ≤ k ≤ 14; -15 ≤ l ≤ 15                    |  |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 25552 / 6386 [R(int) = 0,0426]                              |  |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 29,00^\circ</math></b> | 99,9 %  |  |
| <b>Max. / min. Transmission</b>                              | 0,8072 / 0,6632   |  |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup> |  |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 6386 / 0 / 266  |  |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 1,051   |  |
| <b>Gütefaktoren [<math> I  &gt; 2\sigma(I)</math>]</b>       | R1 = 0,0268, wR2 = 0,0654                                   |  |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,0333, wR2 = 0,0679                                   |  |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,421 e/Å <sup>3</sup> und -0,507 e/Å <sup>3</sup>          |  |

**Tab. E.4.20b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **8a**.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c      | U(eq) |
|--------|----------|----------|----------|-------|
| Mo(1)  | 7159(1)  | 7004(1)  | 5185(1)  | 23(1) |
| C(011) | 8225(2)  | 5381(2)  | 4451(2)  | 41(1) |
| C(012) | 8669(2)  | 6489(2)  | 3841(2)  | 45(1) |
| C(013) | 9373(2)  | 7386(2)  | 4634(2)  | 40(1) |
| C(014) | 9389(2)  | 6842(2)  | 5732(2)  | 31(1) |
| C(015) | 8679(2)  | 5614(2)  | 5635(2)  | 32(1) |
| C(021) | 6220(3)  | 7723(3)  | 3548(2)  | 49(1) |
| C(022) | 6480(2)  | 8794(2)  | 4336(2)  | 41(1) |
| C(023) | 5664(2)  | 8558(2)  | 5312(2)  | 31(1) |
| C(024) | 4939(2)  | 7341(2)  | 5140(2)  | 36(1) |
| C(025) | 5278(2)  | 6817(2)  | 4042(2)  | 46(1) |
| Si(1)  | 7236(1)  | 7696(1)  | 7443(1)  | 20(1) |
| Si(11) | 5114(1)  | 7583(1)  | 8371(1)  | 25(1) |
| Si(12) | 8361(1)  | 6392(1)  | 8727(1)  | 24(1) |
| Si(13) | 8285(1)  | 9799(1)  | 7796(1)  | 26(1) |
| C(111) | 3969(1)  | 8747(1)  | 7836(1)  | 39(1) |
| C(112) | 5205(1)  | 7887(1)  | 10008(1) | 45(1) |
| C(113) | 4168(1)  | 5947(1)  | 8152(1)  | 40(1) |
| C(121) | 10194(1) | 6267(1)  | 8456(1)  | 38(1) |
| C(122) | 8382(1)  | 6947(1)  | 10320(1) | 43(1) |
| C(123) | 7518(1)  | 4701(1)  | 8657(1)  | 42(1) |
| C(131) | 7537(1)  | 11028(1) | 6908(1)  | 46(1) |
| C(132) | 10103(1) | 9890(1)  | 7401(1)  | 36(1) |
| C(133) | 8213(1)  | 10401(1) | 9363(1)  | 43(1) |

**Tab. 44.20c** Bindungslängen [ $\text{\AA}$ ] von Verbindung **8a**.

|               |            |               |            |
|---------------|------------|---------------|------------|
| Mo(1)-C(011)  | 2,262(2)   | Si(11)-C(113) | 1,8836(11) |
| Mo(1)-C(025)  | 2,268(2)   | Si(11)-C(112) | 1,8841     |
| Mo(1)-C(021)  | 2,270(2)   | Si(12)-C(123) | 1,8873(12) |
| Mo(1)-C(012)  | 2,2702(19) | Si(12)-C(122) | 1,8905     |
| Mo(1)-C(015)  | 2,2948(18) | Si(12)-C(121) | 1,8916(11) |
| Mo(1)-C(024)  | 2,2994(19) | Si(13)-C(132) | 1,8829(10) |
| Mo(1)-C(022)  | 2,3128(19) | Si(13)-C(133) | 1,8832     |
| Mo(1)-C(013)  | 2,319(2)   | Si(13)-C(131) | 1,8835(11) |
| Mo(1)-C(014)  | 2,3449(18) | C(111)-H(11A) | 0,9628     |
| Mo(1)-C(023)  | 2,3450(18) | C(111)-H(11B) | 0,9628     |
| Mo(1)-Si(1)   | 2,6525(5)  | C(111)-H(11C) | 0,9628     |
| Mo(1)-H(1)    | 1,67(2)    | C(112)-H(11D) | 0,9465     |
| C(011)-C(012) | 1,413(3)   | C(112)-H(11E) | 0,9465     |
| C(011)-C(015) | 1,424(3)   | C(112)-H(11F) | 0,9465     |
| C(011)-H(01E) | 0,84(2)    | C(113)-H(11G) | 0,9430     |
| C(012)-C(013) | 1,411(3)   | C(113)-H(11H) | 0,9430     |
| C(012)-H(01A) | 0,90(3)    | C(113)-H(11I) | 0,9430     |
| C(013)-C(014) | 1,395(3)   | C(121)-H(12A) | 0,9715     |
| C(013)-H(01D) | 0,95(3)    | C(121)-H(12B) | 0,9715     |
| C(014)-C(015) | 1,408(3)   | C(121)-H(12C) | 0,9715     |
| C(014)-H(01C) | 0,960(19)  | C(122)-H(12D) | 0,8587     |
| C(015)-H(01B) | 0,88(2)    | C(122)-H(12E) | 0,8587     |
| C(021)-C(025) | 1,408(4)   | C(122)-H(12F) | 0,8587     |
| C(021)-C(022) | 1,419(3)   | C(123)-H(12G) | 0,9199     |
| C(021)-H(02E) | 0,85(2)    | C(123)-H(12H) | 0,9199     |

## E. Anhang

|               |            |               |        |
|---------------|------------|---------------|--------|
| C(022)-C(023) | 1,406(3)   | C(123)-H(12I) | 0,9199 |
| C(022)-H(02D) | 0,91(2)    | C(131)-H(13A) | 0,9653 |
| C(023)-C(024) | 1,411(3)   | C(131)-H(13B) | 0,9653 |
| C(023)-H(02C) | 0,961(19)  | C(131)-H(13C) | 0,9653 |
| C(024)-C(025) | 1,414(3)   | C(132)-H(13D) | 0,9233 |
| C(024)-H(02B) | 0,94(2)    | C(132)-H(13E) | 0,9233 |
| C(025)-H(02A) | 0,89(2)    | C(132)-H(13F) | 0,9233 |
| Si(1)-Si(13)  | 2,3680(6)  | C(133)-H(13G) | 0,9322 |
| Si(1)-Si(11)  | 2,3909(6)  | C(133)-H(13H) | 0,9322 |
| Si(1)-Si(12)  | 2,3955(6)  | C(133)-H(13I) | 0,9322 |
| Si(11)-C(111) | 1,8824(10) |               |        |

Tab. E.4.20d Bindungswinkel [°] von Verbindung 8a.

|                      |           |                      |            |
|----------------------|-----------|----------------------|------------|
| C(011)-Mo(1)-C(025)  | 101,37(8) | C(025)-Mo(1)-C(023)  | 59,68(8)   |
| C(011)-Mo(1)-C(021)  | 102,11(8) | C(021)-Mo(1)-C(023)  | 58,98(7)   |
| C(025)-Mo(1)-C(021)  | 36,14(9)  | C(012)-Mo(1)-C(023)  | 134,22(7)  |
| C(011)-Mo(1)-C(012)  | 36,34(9)  | C(015)-Mo(1)-C(023)  | 163,34(7)  |
| C(025)-Mo(1)-C(012)  | 99,99(8)  | C(024)-Mo(1)-C(023)  | 35,35(7)   |
| C(021)-Mo(1)-C(012)  | 80,37(8)  | C(022)-Mo(1)-C(023)  | 35,14(7)   |
| C(011)-Mo(1)-C(015)  | 36,42(7)  | C(013)-Mo(1)-C(023)  | 124,76(8)  |
| C(025)-Mo(1)-C(015)  | 133,12(8) | C(014)-Mo(1)-C(023)  | 136,94(7)  |
| C(021)-Mo(1)-C(015)  | 137,55(8) | C(011)-Mo(1)-Si(1)   | 123,07(6)  |
| C(012)-Mo(1)-C(015)  | 59,71(7)  | C(025)-Mo(1)-Si(1)   | 124,10(6)  |
| C(011)-Mo(1)-C(024)  | 131,42(8) | C(021)-Mo(1)-Si(1)   | 134,80(6)  |
| C(025)-Mo(1)-C(024)  | 36,06(8)  | C(012)-Mo(1)-Si(1)   | 135,90(6)  |
| C(021)-Mo(1)-C(024)  | 59,41(8)  | C(015)-Mo(1)-Si(1)   | 87,08(5)   |
| C(012)-Mo(1)-C(024)  | 135,65(8) | C(024)-Mo(1)-Si(1)   | 88,22(5)   |
| C(015)-Mo(1)-C(024)  | 145,93(8) | C(022)-Mo(1)-Si(1)   | 101,67(6)  |
| C(011)-Mo(1)-C(022)  | 131,93(8) | C(013)-Mo(1)-Si(1)   | 103,56(6)  |
| C(025)-Mo(1)-C(022)  | 60,39(9)  | C(014)-Mo(1)-Si(1)   | 77,11(5)   |
| C(021)-Mo(1)-C(022)  | 36,06(9)  | C(023)-Mo(1)-Si(1)   | 76,26(5)   |
| C(012)-Mo(1)-C(022)  | 99,28(8)  | C(011)-Mo(1)-H(1)    | 84,6(7)    |
| C(015)-Mo(1)-C(022)  | 154,32(8) | C(025)-Mo(1)-H(1)    | 86,8(7)    |
| C(024)-Mo(1)-C(022)  | 59,30(8)  | C(021)-Mo(1)-H(1)    | 122,9(7)   |
| C(011)-Mo(1)-C(013)  | 60,16(9)  | C(012)-Mo(1)-H(1)    | 120,9(7)   |
| C(025)-Mo(1)-C(013)  | 128,86(8) | C(015)-Mo(1)-H(1)    | 73,2(7)    |
| C(021)-Mo(1)-C(013)  | 97,33(9)  | C(024)-Mo(1)-H(1)    | 73,8(7)    |
| C(012)-Mo(1)-C(013)  | 35,80(8)  | C(022)-Mo(1)-H(1)    | 132,5(7)   |
| C(015)-Mo(1)-C(013)  | 58,97(7)  | C(013)-Mo(1)-H(1)    | 132,0(7)   |
| C(024)-Mo(1)-C(013)  | 154,08(8) | C(014)-Mo(1)-H(1)    | 100,5(7)   |
| C(022)-Mo(1)-C(013)  | 95,38(8)  | C(023)-Mo(1)-H(1)    | 99,8(7)    |
| C(011)-Mo(1)-C(014)  | 59,84(8)  | Si(1)-Mo(1)-H(1)     | 67,6(7)    |
| C(025)-Mo(1)-C(014)  | 158,57(8) | C(012)-C(011)-C(015) | 106,4(2)   |
| C(021)-Mo(1)-C(014)  | 132,13(8) | C(012)-C(011)-Mo(1)  | 72,14(12)  |
| C(012)-Mo(1)-C(014)  | 58,94(7)  | C(015)-C(011)-Mo(1)  | 73,04(11)  |
| C(015)-Mo(1)-C(014)  | 35,31(7)  | C(012)-C(011)-H(01E) | 129,9(16)  |
| C(024)-Mo(1)-C(014)  | 165,32(7) | C(015)-C(011)-H(01E) | 123,6(16)  |
| C(022)-Mo(1)-C(014)  | 122,82(8) | Mo(1)-C(011)-H(01E)  | 122,3(17)  |
| C(013)-Mo(1)-C(014)  | 34,81(7)  | C(013)-C(012)-C(011) | 108,79(19) |
| C(011)-Mo(1)-C(023)  | 159,91(8) | C(013)-C(012)-Mo(1)  | 73,99(11)  |
| C(011)-C(012)-H(01A) | 120,8(18) | C(023)-C(024)-Mo(1)  | 74,09(11)  |
| Mo(1)-C(012)-H(01A)  | 123,9(18) | C(025)-C(024)-Mo(1)  | 70,77(12)  |
| C(014)-C(013)-C(012) | 108,0(2)  | C(023)-C(024)-H(02B) | 125,7(14)  |
| C(014)-C(013)-Mo(1)  | 73,60(11) | C(025)-C(024)-H(02B) | 125,5(15)  |
| C(012)-C(013)-Mo(1)  | 70,21(11) | Mo(1)-C(024)-H(02B)  | 122,6(14)  |
| C(014)-C(013)-H(01D) | 126,0(16) | C(021)-C(025)-C(024) | 106,7(2)   |

## E. Anhang

|                      |            |                      |           |
|----------------------|------------|----------------------|-----------|
| C(012)-C(013)-H(01D) | 125,9(16)  | C(021)-C(025)-Mo(1)  | 71,99(13) |
| Mo(1)-C(013)-H(01D)  | 121,0(16)  | C(024)-C(025)-Mo(1)  | 73,16(12) |
| C(013)-C(014)-C(015) | 108,21(19) | C(021)-C(025)-H(02A) | 131,0(16) |
| C(013)-C(014)-Mo(1)  | 71,59(11)  | C(024)-C(025)-H(02A) | 122,2(16) |
| C(015)-C(014)-Mo(1)  | 70,40(11)  | Mo(1)-C(025)-H(02A)  | 122,9(16) |
| C(013)-C(014)-H(01C) | 124,7(11)  | Si(13)-Si(1)-Si(11)  | 106,79(2) |
| C(015)-C(014)-H(01C) | 127,0(11)  | Si(13)-Si(1)-Si(12)  | 105,32(2) |
| Mo(1)-C(014)-H(01C)  | 124,3(11)  | Si(11)-Si(1)-Si(12)  | 99,28(2)  |
| C(014)-C(015)-C(011) | 108,52(18) | Si(13)-Si(1)-Mo(1)   | 112,45(2) |
| C(014)-C(015)-Mo(1)  | 74,29(11)  | Si(11)-Si(1)-Mo(1)   | 115,37(2) |
| C(011)-C(015)-Mo(1)  | 70,54(11)  | Si(12)-Si(1)-Mo(1)   | 116,29(2) |
| C(014)-C(015)-H(01B) | 126,3(14)  | C(111)-Si(11)-C(113) | 106,33(5) |
| C(011)-C(015)-H(01B) | 125,1(14)  | C(111)-Si(11)-C(112) | 104,02(4) |
| Mo(1)-C(015)-H(01B)  | 124,5(13)  | C(113)-Si(11)-C(112) | 105,0     |
| C(025)-C(021)-C(022) | 109,21(19) | C(111)-Si(11)-Si(1)  | 114,84(3) |
| C(025)-C(021)-Mo(1)  | 71,87(12)  | C(113)-Si(11)-Si(1)  | 111,11(4) |
| C(022)-C(021)-Mo(1)  | 73,61(11)  | C(112)-Si(11)-Si(1)  | 114,64(4) |
| C(025)-C(021)-H(02E) | 134,1(17)  | C(123)-Si(12)-C(122) | 106,6     |
| C(022)-C(021)-H(02E) | 116,6(17)  | C(123)-Si(12)-C(121) | 105,9     |
| Mo(1)-C(021)-H(02E)  | 119,8(16)  | C(122)-Si(12)-C(121) | 102,2     |
| C(023)-C(022)-C(021) | 107,1(2)   | C(123)-Si(12)-Si(1)  | 110,30(3) |
| C(023)-C(022)-Mo(1)  | 73,68(11)  | C(122)-Si(12)-Si(1)  | 113,91(3) |
| C(021)-C(022)-Mo(1)  | 70,33(12)  | C(121)-Si(12)-Si(1)  | 117,10(3) |
| C(023)-C(022)-H(02D) | 126,7(14)  | C(132)-Si(13)-C(133) | 107,3     |
| C(021)-C(022)-H(02D) | 126,0(14)  | C(132)-Si(13)-C(131) | 106,4     |
| Mo(1)-C(022)-H(02D)  | 117,9(13)  | C(133)-Si(13)-C(131) | 104,8     |
| C(022)-C(023)-C(024) | 108,17(19) | C(132)-Si(13)-Si(1)  | 110,08(4) |
| C(022)-C(023)-Mo(1)  | 71,18(11)  | C(133)-Si(13)-Si(1)  | 114,24(4) |
| C(024)-C(023)-Mo(1)  | 70,56(11)  | C(131)-Si(13)-Si(1)  | 113,53(4) |
| C(022)-C(023)-H(02C) | 124,5(11)  | Si(11)-C(111)-H(11A) | 109,5     |
| C(024)-C(023)-H(02C) | 127,3(11)  | Si(11)-C(111)-H(11B) | 109,5     |
| Mo(1)-C(023)-H(02C)  | 124,0(11)  | H(11A)-C(111)-H(11B) | 109,5     |
| C(023)-C(024)-C(025) | 108,7(2)   | Si(11)-C(111)-H(11C) | 109,5     |
| H(11A)-C(111)-H(11C) | 109,5      | H(12E)-C(122)-H(12F) | 109,5     |
| H(11B)-C(111)-H(11C) | 109,5      | Si(12)-C(123)-H(12G) | 109,5     |
| Si(11)-C(112)-H(11D) | 109,5      | Si(12)-C(123)-H(12H) | 109,5     |
| Si(11)-C(112)-H(11E) | 109,5      | H(12G)-C(123)-H(12H) | 109,5     |
| H(11D)-C(112)-H(11E) | 109,5      | Si(12)-C(123)-H(12I) | 109,5     |
| Si(11)-C(112)-H(11F) | 109,5      | H(12G)-C(123)-H(12I) | 109,5     |
| H(11D)-C(112)-H(11F) | 109,5      | H(12H)-C(123)-H(12I) | 109,5     |
| H(11E)-C(112)-H(11F) | 109,5      | Si(13)-C(131)-H(13A) | 109,5     |
| Si(11)-C(113)-H(11G) | 109,5      | Si(13)-C(131)-H(13B) | 109,5     |
| Si(11)-C(113)-H(11H) | 109,5      | H(13A)-C(131)-H(13B) | 109,5     |
| H(11G)-C(113)-H(11H) | 109,5      | Si(13)-C(131)-H(13C) | 109,5     |
| Si(11)-C(113)-H(11I) | 109,5      | H(13A)-C(131)-H(13C) | 109,5     |
| H(11G)-C(113)-H(11I) | 109,5      | H(13B)-C(131)-H(13C) | 109,5     |
| H(11H)-C(113)-H(11I) | 109,5      | Si(13)-C(132)-H(13D) | 109,5     |
| Si(12)-C(121)-H(12A) | 109,5      | Si(13)-C(132)-H(13E) | 109,5     |
| Si(12)-C(121)-H(12B) | 109,5      | H(13D)-C(132)-H(13E) | 109,5     |
| H(12A)-C(121)-H(12B) | 109,5      | Si(13)-C(132)-H(13F) | 109,5     |
| Si(12)-C(121)-H(12C) | 109,5      | H(13D)-C(132)-H(13F) | 109,5     |
| H(12A)-C(121)-H(12C) | 109,5      | H(13E)-C(132)-H(13F) | 109,5     |
| H(12B)-C(121)-H(12C) | 109,5      | Si(13)-C(133)-H(13G) | 109,5     |
| Si(12)-C(122)-H(12D) | 109,5      | Si(13)-C(133)-H(13H) | 109,5     |
| Si(12)-C(122)-H(12E) | 109,5      | H(13G)-C(133)-H(13H) | 109,5     |
| H(12D)-C(122)-H(12E) | 109,5      | Si(13)-C(133)-H(13I) | 109,5     |
| Si(12)-C(122)-H(12F) | 109,5      | H(13G)-C(133)-H(13I) | 109,5     |
| H(12D)-C(122)-H(12F) | 109,5      | H(13H)-C(133)-H(13I) | 109,5     |

Tab. E.4.20e Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **8a**.

| Atom   | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Mo(1)  | 24(1)    | 28(1)    | 19(1)    | 1(1)     | 1(1)     | 10(1)    |
| C(011) | 35(1)    | 45(1)    | 44(1)    | -16(1)   | -1(1)    | 19(1)    |
| C(012) | 39(1)    | 79(2)    | 22(1)    | 0(1)     | 7(1)     | 27(1)    |
| C(013) | 30(1)    | 53(1)    | 40(1)    | 13(1)    | 12(1)    | 8(1)     |
| C(014) | 21(1)    | 43(1)    | 30(1)    | 1(1)     | 3(1)     | 12(1)    |
| C(015) | 29(1)    | 37(1)    | 33(1)    | 3(1)     | 4(1)     | 17(1)    |
| C(021) | 60(2)    | 74(2)    | 21(1)    | 7(1)     | -1(1)    | 40(1)    |
| C(022) | 46(1)    | 42(1)    | 37(1)    | 16(1)    | 3(1)     | 19(1)    |
| C(023) | 32(1)    | 34(1)    | 30(1)    | 2(1)     | -4(1)    | 17(1)    |
| C(024) | 27(1)    | 44(1)    | 38(1)    | 0(1)     | -4(1)    | 13(1)    |
| C(025) | 42(1)    | 52(1)    | 45(1)    | -14(1)   | -19(1)   | 20(1)    |
| Si(1)  | 19(1)    | 21(1)    | 20(1)    | 1(1)     | 1(1)     | 5(1)     |
| Si(11) | 22(1)    | 29(1)    | 24(1)    | 1(1)     | 4(1)     | 5(1)     |
| Si(12) | 26(1)    | 26(1)    | 21(1)    | 3(1)     | -1(1)    | 6(1)     |
| Si(13) | 25(1)    | 23(1)    | 29(1)    | 0(1)     | 1(1)     | 2(1)     |
| C(111) | 34(1)    | 48(1)    | 38(1)    | 4(1)     | 9(1)     | 21(1)    |
| C(112) | 38(1)    | 66(2)    | 30(1)    | -4(1)    | 8(1)     | 7(1)     |
| C(113) | 31(1)    | 38(1)    | 49(1)    | 1(1)     | 9(1)     | -2(1)    |
| C(121) | 32(1)    | 51(1)    | 33(1)    | 9(1)     | -4(1)    | 16(1)    |
| C(122) | 52(1)    | 53(1)    | 26(1)    | -1(1)    | -6(1)    | 18(1)    |
| C(123) | 51(1)    | 31(1)    | 42(1)    | 13(1)    | -11(1)   | -2(1)    |
| C(131) | 46(1)    | 28(1)    | 64(2)    | 8(1)     | -11(1)   | 4(1)     |
| C(132) | 31(1)    | 34(1)    | 41(1)    | 2(1)     | 4(1)     | -2(1)    |
| C(133) | 49(1)    | 37(1)    | 40(1)    | -12(1)   | 7(1)     | -4(1)    |

Tab. E.4.20f Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **8a**.

| Atom   | x/a      | y/b      | z/c      | U(eq)  |
|--------|----------|----------|----------|--------|
| H(1)   | 6370(20) | 5890(20) | 6013(19) | 47(6)  |
| H(01E) | 7810(20) | 4680(20) | 4200(20) | 51(7)  |
| H(01A) | 8540(30) | 6520(30) | 3060(20) | 76(9)  |
| H(01D) | 9750(30) | 8220(30) | 4450(20) | 67(8)  |
| H(01C) | 9826(18) | 7247(17) | 6422(17) | 24(5)  |
| H(01B) | 8580(20) | 5057(19) | 6193(18) | 35(6)  |
| H(02E) | 6650(20) | 7750(20) | 2910(20) | 55(7)  |
| H(02D) | 7110(20) | 9480(20) | 4246(19) | 40(6)  |
| H(02C) | 5625(18) | 9142(17) | 5972(17) | 25(5)  |
| H(02B) | 4320(20) | 6950(20) | 5660(20) | 48(6)  |
| H(02A) | 4890(20) | 6070(20) | 3760(20) | 56(7)  |
| H(11A) | 3205(1)  | 8737(1)  | 8335(1)  | 52(7)  |
| H(11B) | 3674(1)  | 8508(1)  | 7045(1)  | 49(7)  |
| H(11C) | 4442(1)  | 9593(1)  | 7853(1)  | 57(7)  |
| H(11D) | 4331(1)  | 7918(1)  | 10296(1) | 73(8)  |
| H(11E) | 5726(1)  | 8675(1)  | 10184(1) | 53(7)  |
| H(11F) | 5602(1)  | 7221(1)  | 10366(1) | 88(10) |
| H(11G) | 3299(1)  | 5953(1)  | 8450(1)  | 62(7)  |
| H(11H) | 4619(1)  | 5348(1)  | 8552(1)  | 68(8)  |
| H(11I) | 4111(1)  | 5721(1)  | 7345(1)  | 59(7)  |
| H(12A) | 10566(1) | 5813(1)  | 9089(1)  | 52(7)  |
| H(12B) | 10669(1) | 7118(1)  | 8425(1)  | 61(7)  |
| H(12C) | 10286(1) | 5807(1)  | 7716(1)  | 59(7)  |

E. Anhang

|        |          |          |          |         |
|--------|----------|----------|----------|---------|
| H(12D) | 8983(1)  | 6598(1)  | 10698(1) | 83(9)   |
| H(12E) | 7614(1)  | 6731(1)  | 10615(1) | 104(11) |
| H(12F) | 8560(1)  | 7762(1)  | 10371(1) | 116(13) |
| H(12G) | 8071(1)  | 4170(1)  | 8993(1)  | 75(9)   |
| H(12H) | 7343(1)  | 4445(1)  | 7886(1)  | 65(8)   |
| H(12I) | 6728(1)  | 4665(1)  | 9056(1)  | 81(9)   |
| H(13A) | 8003(1)  | 11861(1) | 7094(1)  | 67(8)   |
| H(13B) | 6603(1)  | 11027(1) | 7092(1)  | 48(6)   |
| H(13C) | 7620(1)  | 10824(1) | 6083(1)  | 59(7)   |
| H(13D) | 10505(1) | 10711(1) | 7547(1)  | 56(7)   |
| H(13E) | 10171(1) | 9674(1)  | 6615(1)  | 34(5)   |
| H(13F) | 10523(1) | 9330(1)  | 7845(1)  | 39(6)   |
| H(13G) | 8632(1)  | 11234(1) | 9434(1)  | 66(8)   |
| H(13H) | 8649(1)  | 9878(1)  | 9850(1)  | 58(7)   |
| H(13I) | 7323(1)  | 10389(1) | 9581(1)  | 67(8)   |



E.4.21  $\{[(\text{Cp}_2(\text{H})\text{W})_2\text{PbWCp}(\text{H})\text{C}_5\text{H}_4]_2[\text{KN}(\text{SiMe}_3)_2]\}_2$  (**9**)Tab. E.4.21a Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **9** mit zwei Moleküle Toluol

|  |   |   |
|--|---|---|
| <b>Summenformel</b>  | Pb <sub>2</sub> W <sub>6</sub> C <sub>86</sub> H <sub>116</sub> K <sub>2</sub> N <sub>2</sub> Si <sub>4</sub> |   |
| <b>Molekulargewicht</b>                                      | 2885,92 g/mol   |   |
| <b>Temperatur</b>  | 173(2) K  |   |
| <b>Wellenlänge</b>   | 0,71073 Å   |   |
| <b>Kristallsystem, Raumgruppe</b>                            | trikin, P $\bar{1}$   |   |
| <b>Dimension der Elementarzelle</b>                          | a = 10,883(6) Å<br>b = 15,005(9) Å<br>c = 15,362(9) Å   | $\alpha = 97,858(12)^\circ$<br>$\beta = 109,840(11)^\circ$<br>$\gamma = 92,546(12)^\circ$ |
| <b>Volumen</b>   | 2326(2) Å <sup>3</sup>  |   |
| <b>Z; Röntgenographische Dichte</b>                          | 4; 2,636 Mg/m <sup>3</sup>  |   |
| <b>Absorptionskoeffizient</b>                                | 12,579 mm <sup>-1</sup>   |   |
| <b>F(000)</b>  | 1784  |   |
| <b>Kristallgröße</b>   | 0,4 x 0,3 x 0,1 mm  |   |
| <b>Messbereich</b>   | 2,3° ≤ $\theta$ ≤ 26,00°  |   |
| <b>Messbereich d. reziproken Raumes</b>                      | -13 ≤ h ≤ 13; -18 ≤ k ≤ 18; -18 ≤ l ≤ 18  |   |
| <b>Beobachtete Reflexe / unabhängig</b>                      | 36302 / 9080 [R(int) = 0,2049]  |   |
| <b>Vollständigkeit bis <math>\theta = 26,00^\circ</math></b> | 99,1 %  |   |
| <b>Strukturverfeinerung</b>                                  | Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>   |   |
| <b>Daten / Restraints / Parameter</b>                        | 9080 / 39 / 488   |   |
| <b>Anpassungsgüte an F<sup>2</sup> (GOF)</b>                 | 0,715   |   |
| <b>Gütefaktoren [<math>l &gt; 2\sigma(l)</math>]</b>         | R1 = 0,0616, wR2 = 0,0867   |   |
| <b>Gütefaktoren (alle Daten)</b>                             | R1 = 0,1768, wR2 = 0,1055   |   |
| <b>Max. / min. Restelektronendichte</b>                      | 1,420 e/Å <sup>3</sup> und -1,573 e/Å <sup>3</sup>  |   |

**Tab. E.4.21b** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von Verbindung **9** mit zwei Moleküle Toluol.

| Atom   | x/a        | y/b       | z/c       | U(eq)   |
|--------|------------|-----------|-----------|---------|
| W(1)   | -9448(1)   | 10465(1)  | 2700(1)   | 35(1)   |
| W(2)   | -12551(1)  | 12812(1)  | 2654(1)   | 38(1)   |
| W(3)   | -7973(1)   | 13355(1)  | 4957(1)   | 33(1)   |
| Pb(1)  | -9950(1)   | 12261(1)  | 3358(1)   | 30(1)   |
| C(11)  | -9560(20)  | 10827(16) | 1182(16)  | 47(6)   |
| C(12)  | -8680(30)  | 11386(16) | 1861(19)  | 64(8)   |
| C(13)  | -7630(20)  | 10980(14) | 2438(17)  | 53(7)   |
| C(14)  | -7900(19)  | 10025(13) | 2084(13)  | 30(5)   |
| C(15)  | -9050(20)  | 9927(14)  | 1388(14)  | 41(6)   |
| C(16)  | -10050(20) | 9099(13)  | 3064(15)  | 52(7)   |
| C(17)  | -10780(20) | 9764(15)  | 3379(15)  | 46(6)   |
| C(18)  | -9980(20)  | 10413(15) | 4066(14)  | 49(6)   |
| C(19)  | -8650(30)  | 10199(16) | 4210(14)  | 63(8)   |
| C(1A)  | -8780(30)  | 9351(15)  | 3500(20)  | 77(9)   |
| C(21)  | -11970(20) | 12611(14) | 1404(14)  | 44(6)   |
| C(22)  | -10730(20) | 13125(17) | 2189(15)  | 59(8)   |
| C(23)  | -11240(20) | 13922(15) | 2415(17)  | 56(8)   |
| C(24)  | -12557(18) | 14030(15) | 1904(13)  | 44(6)   |
| C(25)  | -12999(18) | 13158(15) | 1230(14)  | 49(6)   |
| C(26)  | -13520(20) | 12471(17) | 3680(15)  | 51(7)   |
| C(27)  | -13010(20) | 11703(17) | 3456(16)  | 56(7)   |
| C(28)  | -13602(19) | 11439(14) | 2463(16)  | 53(7)   |
| C(29)  | -14650(20) | 12052(16) | 2092(17)  | 76(8)   |
| C(2A)  | -14450(20) | 12730(17) | 2945(17)  | 60(8)   |
| C(31)  | -6550(30)  | 13400(20) | 4160(20)  | 106(13) |
| C(32)  | -7610(30)  | 13860(30) | 3710(20)  | 150(30) |
| C(33)  | -7670(30)  | 14520(30) | 4240(20)  | 110(15) |
| C(34)  | -6680(30)  | 14581(19) | 5028(18)  | 71(9)   |
| C(35)  | -5980(20)  | 13866(17) | 4989(18)  | 71(9)   |
| C(36)  | -9638(18)  | 12948(14) | 5465(15)  | 46(6)   |
| C(37)  | -8430(30)  | 12695(18) | 6087(16)  | 62(7)   |
| C(38)  | -7540(30)  | 13400(20) | 6505(18)  | 99(12)  |
| C(39)  | -8200(30)  | 14151(19) | 6194(17)  | 84(11)  |
| C(3A)  | -9460(20)  | 13907(14) | 5562(15)  | 43(6)   |
| K(1)   | -10699(4)  | 14243(3)  | 658(3)    | 42(1)   |
| N(1)   | -11540(13) | 14550(10) | -1245(11) | 35(5)   |
| Si(1)  | -12801(5)  | 15122(4)  | -1307(4)  | 37(2)   |
| Si(2)  | -11230(6)  | 13598(4)  | -1804(4)  | 40(2)   |
| C(011) | -12330(20) | 16370(14) | -1116(14) | 71(8)   |
| C(012) | -14174(18) | 14907(13) | -2443(12) | 45(6)   |
| C(013) | -13622(19) | 14982(15) | -433(14)  | 62(8)   |
| C(021) | -9530(20)  | 13750(15) | -1874(15) | 75(8)   |
| C(022) | -11210(20) | 12585(14) | -1219(15) | 64(8)   |
| C(023) | -12390(20) | 13207(17) | -3045(15) | 103(11) |
| C(031) | -6480(20)  | 11290(14) | -600(20)  | 132(16) |
| C(032) | -6830(20)  | 12117(17) | -828(17)  | 71(9)   |
| C(033) | -6140(20)  | 12589(16) | -1240(17) | 109(12) |
| C(034) | -5090(30)  | 12256(18) | -1458(18) | 122(15) |
| C(035) | -4820(30)  | 11397(18) | -1270(30) | 130(15) |
| C(036) | -5500(30)  | 10916(17) | -850(30)  | 160(19) |
| C(037) | -7210(30)  | 10765(17) | -70(20)   | 174(17) |
| C(047) | -4970(80)  | 8860(30)  | 3820(40)  | 170(40) |
| C(046) | -4970(40)  | 9650(20)  | 4610(30)  | 77(16)  |
| C(041) | -4790(80)  | 10540(20) | 4500(30)  | 90(40)  |
| C(042) | -4790(40)  | 11220(20) | 5190(30)  | 78(17)  |
| C(043) | -5140(40)  | 11060(20) | 5950(30)  | 24(11)  |

## E. Anhang

|        |           |           |          |        |
|--------|-----------|-----------|----------|--------|
| C(044) | -5300(40) | 10160(20) | 6040(20) | 73(16) |
| C(045) | -5320(80) | 9470(20)  | 5350(40) | 70(40) |

Tab. E.4.21c Bindungslängen [Å] von Verbindung 9.

|             |            |               |           |
|-------------|------------|---------------|-----------|
| W(1)-C(1A)  | 2,22(2)    | C(24)-K(1)    | 3,253(19) |
| W(1)-C(15)  | 2,255(16)  | C(25)-K(1)    | 3,35(2)   |
| W(1)-C(14)  | 2,275(16)  | C(26)-C(2A)   | 1,35(3)   |
| W(1)-C(13)  | 2,28(2)    | C(26)-C(27)   | 1,35(3)   |
| W(1)-C(19)  | 2,28(2)    | C(27)-C(28)   | 1,43(3)   |
| W(1)-C(16)  | 2,319(19)  | C(28)-C(29)   | 1,50(3)   |
| W(1)-C(12)  | 2,32(2)    | C(29)-C(2A)   | 1,49(3)   |
| W(1)-C(17)  | 2,34(2)    | C(31)-C(35)   | 1,30(3)   |
| W(1)-C(18)  | 2,37(2)    | C(31)-C(32)   | 1,40(4)   |
| W(1)-C(11)  | 2,43(2)    | C(32)-C(33)   | 1,21(5)   |
| W(1)-Pb(1)  | 2,8894(18) | C(33)-C(34)   | 1,31(3)   |
| W(2)-C(21)  | 2,21(2)    | C(34)-C(35)   | 1,35(3)   |
| W(2)-C(25)  | 2,21(2)    | C(36)-C(3A)   | 1,42(2)   |
| W(2)-C(28)  | 2,24(2)    | C(36)-C(37)   | 1,44(3)   |
| W(2)-C(2A)  | 2,255(18)  | C(37)-C(38)   | 1,32(3)   |
| W(2)-C(26)  | 2,274(19)  | C(38)-C(39)   | 1,41(3)   |
| W(2)-C(23)  | 2,29(2)    | C(39)-C(3A)   | 1,39(3)   |
| W(2)-C(24)  | 2,29(2)    | K(1)-N(1)#1   | 2,775(15) |
| W(2)-C(29)  | 2,33(2)    | K(1)-N(1)     | 2,861(15) |
| W(2)-C(27)  | 2,33(2)    | K(1)-C(021)#1 | 3,27(2)   |
| W(2)-C(22)  | 2,376(19)  | K(1)-C(011)#1 | 3,33(2)   |
| W(2)-Pb(1)  | 2,8703(18) | K(1)-C(013)   | 3,370(19) |
| W(3)-C(39)  | 2,20(2)    | K(1)-C(022)   | 3,41(2)   |
| W(3)-C(34)  | 2,23(2)    | K(1)-Si(1)    | 3,572(7)  |
| W(3)-C(35)  | 2,25(3)    | N(1)-Si(1)    | 1,633(12) |
| W(3)-C(38)  | 2,25(3)    | N(1)-Si(2)    | 1,673(14) |
| W(3)-C(33)  | 2,25(3)    | N(1)-K(1)#1   | 2,775(15) |
| W(3)-C(3A)  | 2,263(16)  | Si(1)-C(012)  | 1,847(19) |
| W(3)-C(31)  | 2,28(2)    | Si(1)-C(013)  | 1,876(17) |
| W(3)-C(37)  | 2,29(2)    | Si(1)-C(011)  | 1,88(2)   |
| W(3)-C(36)  | 2,294(18)  | Si(1)-K(1)#1  | 3,640(7)  |
| W(3)-C(32)  | 2,30(3)    | Si(2)-C(022)  | 1,866(19) |
| W(3)-Pb(1)  | 2,8907(16) | Si(2)-C(023)  | 1,89(2)   |
| Pb(1)-C(22) | 2,306(18)  | Si(2)-C(021)  | 1,90(2)   |
| C(11)-C(12) | 1,31(3)    | Si(2)-K(1)#1  | 3,651(8)  |
| C(11)-C(15) | 1,52(3)    | C(011)-K(1)#1 | 3,33(2)   |
| C(12)-C(13) | 1,41(3)    | C(021)-K(1)#1 | 3,27(2)   |
| C(13)-C(14) | 1,44(2)    | C(031)-C(032) | 1,37(2)   |
| C(14)-C(15) | 1,33(2)    | C(031)-C(036) | 1,37(2)   |
| C(16)-C(1A) | 1,32(3)    | C(031)-C(037) | 1,57(3)   |
| C(16)-C(17) | 1,44(2)    | C(032)-C(033) | 1,37(2)   |
| C(17)-C(18) | 1,36(3)    | C(033)-C(034) | 1,386(19) |
| C(18)-C(19) | 1,44(3)    | C(034)-C(035) | 1,38(2)   |
| C(19)-C(1A) | 1,52(3)    | C(035)-C(036) | 1,37(2)   |
| C(21)-C(25) | 1,39(2)    | C(047)-C(046) | 1,57(3)   |
| C(21)-C(22) | 1,56(3)    | C(046)-C(045) | 1,37(2)   |
| C(21)-K(1)  | 3,280(19)  | C(046)-C(041) | 1,37(2)   |
| C(22)-C(23) | 1,40(3)    | C(041)-C(042) | 1,37(3)   |
| C(22)-K(1)  | 3,077(18)  | C(042)-C(043) | 1,38(2)   |
| C(23)-C(24) | 1,41(2)    | C(043)-C(044) | 1,38(2)   |
| C(23)-K(1)  | 3,05(2)    | C(044)-C(045) | 1,37(3)   |
| C(24)-C(25) | 1,50(3)    |               |           |

Die Atome mit der Endung #1 wurden mit der Symmetrieoperation (-x-2; -y-3, -z) erzeugt.

Tab. E.4.21d Bindungswinkel [°] von Verbindung 9.

|                  |           |                   |           |
|------------------|-----------|-------------------|-----------|
| C(1A)-W(1)-C(15) | 99,0(8)   | C(25)-C(21)-C(22) | 110,0(19) |
| C(1A)-W(1)-C(14) | 81,8(8)   | C(25)-C(21)-W(2)  | 71,9(12)  |
| C(15)-W(1)-C(14) | 34,0(6)   | C(22)-C(21)-W(2)  | 76,1(11)  |
| C(1A)-W(1)-C(13) | 103,7(9)  | C(25)-C(21)-K(1)  | 80,6(12)  |
| C(15)-W(1)-C(13) | 58,4(8)   | C(22)-C(21)-K(1)  | 68,7(10)  |
| C(14)-W(1)-C(13) | 36,9(6)   | W(2)-C(21)-K(1)   | 123,8(8)  |
| C(1A)-W(1)-C(19) | 39,5(8)   | C(23)-C(22)-C(21) | 99,7(17)  |
| C(15)-W(1)-C(19) | 133,5(8)  | C(23)-C(22)-Pb(1) | 117,2(15) |
| C(14)-W(1)-C(19) | 104,6(8)  | C(21)-C(22)-Pb(1) | 109,7(14) |
| C(13)-W(1)-C(19) | 103,7(9)  | C(23)-C(22)-W(2)  | 69,3(11)  |
| C(1A)-W(1)-C(16) | 33,7(7)   | C(21)-C(22)-W(2)  | 64,3(10)  |
| C(15)-W(1)-C(16) | 98,5(8)   | Pb(1)-C(22)-W(2)  | 75,6(5)   |
| C(14)-W(1)-C(16) | 99,7(8)   | C(23)-C(22)-K(1)  | 75,5(11)  |
| C(13)-W(1)-C(16) | 132,1(8)  | C(21)-C(22)-K(1)  | 83,2(10)  |
| C(19)-W(1)-C(16) | 60,0(8)   | Pb(1)-C(22)-K(1)  | 158,6(8)  |
| C(1A)-W(1)-C(12) | 138,5(9)  | W(2)-C(22)-K(1)   | 125,8(7)  |
| C(15)-W(1)-C(12) | 57,0(8)   | C(22)-C(23)-C(24) | 119(2)    |
| C(14)-W(1)-C(12) | 59,3(7)   | C(22)-C(23)-W(2)  | 76,0(12)  |
| C(13)-W(1)-C(12) | 35,8(7)   | C(24)-C(23)-W(2)  | 72,0(12)  |
| C(19)-W(1)-C(12) | 133,5(10) | C(22)-C(23)-K(1)  | 78,1(12)  |
| C(16)-W(1)-C(12) | 155,4(8)  | C(24)-C(23)-K(1)  | 85,5(12)  |
| C(1A)-W(1)-C(17) | 58,7(7)   | W(2)-C(23)-K(1)   | 131,0(10) |
| C(15)-W(1)-C(17) | 127,8(8)  | C(23)-C(24)-C(25) | 102,6(19) |
| C(14)-W(1)-C(17) | 135,5(7)  | C(23)-C(24)-W(2)  | 72,2(12)  |
| C(13)-W(1)-C(17) | 160,7(8)  | C(25)-C(24)-W(2)  | 67,8(11)  |
| C(19)-W(1)-C(17) | 58,2(8)   | C(23)-C(24)-K(1)  | 68,9(11)  |
| C(16)-W(1)-C(17) | 35,9(6)   | C(25)-C(24)-K(1)  | 80,4(11)  |
| C(12)-W(1)-C(17) | 162,7(8)  | W(2)-C(24)-K(1)   | 121,8(8)  |
| C(1A)-W(1)-C(18) | 61,7(8)   | C(21)-C(25)-C(24) | 108,9(17) |
| C(15)-W(1)-C(18) | 157,5(8)  | C(21)-C(25)-W(2)  | 71,3(11)  |
| C(14)-W(1)-C(18) | 139,9(7)  | C(24)-C(25)-W(2)  | 73,3(11)  |
| C(13)-W(1)-C(18) | 133,9(8)  | C(21)-C(25)-K(1)  | 75,2(11)  |
| C(19)-W(1)-C(18) | 36,0(6)   | C(24)-C(25)-K(1)  | 73,4(11)  |
| C(16)-W(1)-C(18) | 59,1(7)   | W(2)-C(25)-K(1)   | 120,7(7)  |
| C(12)-W(1)-C(18) | 145,2(8)  | C(2A)-C(26)-C(27) | 114(2)    |
| C(17)-W(1)-C(18) | 33,5(6)   | C(2A)-C(26)-W(2)  | 71,9(12)  |
| C(1A)-W(1)-C(11) | 136,6(8)  | C(27)-C(26)-W(2)  | 75,3(13)  |
| C(15)-W(1)-C(11) | 37,5(6)   | C(26)-C(27)-C(28) | 106,6(19) |
| C(14)-W(1)-C(11) | 60,2(6)   | C(26)-C(27)-W(2)  | 70,5(13)  |
| C(13)-W(1)-C(11) | 58,4(7)   | C(28)-C(27)-W(2)  | 68,4(12)  |
| C(19)-W(1)-C(11) | 161,9(8)  | C(27)-C(28)-C(29) | 108,8(19) |
| C(16)-W(1)-C(11) | 128,7(8)  | C(27)-C(28)-W(2)  | 75,2(13)  |
| C(12)-W(1)-C(11) | 31,9(7)   | C(29)-C(28)-W(2)  | 73,7(12)  |
| C(17)-W(1)-C(11) | 139,2(7)  | C(2A)-C(29)-C(28) | 102(2)    |
| C(18)-W(1)-C(11) | 159,9(7)  | C(2A)-C(29)-W(2)  | 68,5(12)  |
| C(1A)-W(1)-Pb(1) | 128,9(7)  | C(28)-C(29)-W(2)  | 67,9(13)  |
| C(15)-W(1)-Pb(1) | 130,0(5)  | C(26)-C(2A)-C(29) | 109(2)    |
| C(14)-W(1)-Pb(1) | 129,6(5)  | C(26)-C(2A)-W(2)  | 73,4(12)  |
| C(13)-W(1)-Pb(1) | 93,0(5)   | C(29)-C(2A)-W(2)  | 73,6(12)  |
| C(19)-W(1)-Pb(1) | 89,9(6)   | C(35)-C(31)-C(32) | 106(3)    |
| C(16)-W(1)-Pb(1) | 128,5(6)  | C(35)-C(31)-W(3)  | 72,1(16)  |
| C(12)-W(1)-Pb(1) | 75,6(5)   | C(32)-C(31)-W(3)  | 73,1(15)  |

E. Anhang

|                  |          |                        |           |
|------------------|----------|------------------------|-----------|
| C(17)-W(1)-Pb(1) | 93,3(5)  | C(33)-C(32)-C(31)      | 110(4)    |
| C(18)-W(1)-Pb(1) | 72,0(5)  | C(33)-C(32)-W(3)       | 72(2)     |
| C(11)-W(1)-Pb(1) | 93,3(5)  | C(31)-C(32)-W(3)       | 71,3(17)  |
| C(21)-W(2)-C(25) | 36,7(6)  | C(32)-C(33)-C(34)      | 109(4)    |
| C(21)-W(2)-C(28) | 98,5(8)  | C(32)-C(33)-W(3)       | 77(3)     |
| C(25)-W(2)-C(28) | 106,1(8) | C(34)-C(33)-W(3)       | 72,3(18)  |
| C(21)-W(2)-C(2A) | 136,4(8) | C(33)-C(34)-C(35)      | 109(3)    |
| C(25)-W(2)-C(2A) | 107,7(8) | C(33)-C(34)-W(3)       | 73,8(19)  |
| C(28)-W(2)-C(2A) | 62,0(8)  | C(35)-C(34)-W(3)       | 73,1(16)  |
| C(21)-W(2)-C(26) | 157,7(8) | C(31)-C(35)-C(34)      | 106(2)    |
| C(25)-W(2)-C(26) | 142,2(8) | C(31)-C(35)-W(3)       | 74,7(16)  |
| C(28)-W(2)-C(26) | 59,2(8)  | C(34)-C(35)-W(3)       | 71,9(13)  |
| C(2A)-W(2)-C(26) | 34,7(7)  | C(3A)-C(36)-C(37)      | 105,3(19) |
| C(21)-W(2)-C(23) | 60,3(8)  | C(3A)-C(36)-W(3)       | 70,6(10)  |
| C(25)-W(2)-C(23) | 60,5(8)  | C(37)-C(36)-W(3)       | 71,5(11)  |
| C(28)-W(2)-C(23) | 158,2(8) | C(38)-C(37)-C(36)      | 112(3)    |
| C(2A)-W(2)-C(23) | 136,2(8) | C(38)-C(37)-W(3)       | 71,5(16)  |
| C(26)-W(2)-C(23) | 142,0(9) | C(36)-C(37)-W(3)       | 71,8(11)  |
| C(21)-W(2)-C(24) | 63,1(7)  | C(37)-C(38)-C(39)      | 104(3)    |
| C(25)-W(2)-C(24) | 38,9(7)  | C(37)-C(38)-W(3)       | 74,6(16)  |
| C(28)-W(2)-C(24) | 141,6(7) | C(39)-C(38)-W(3)       | 69,3(14)  |
| C(2A)-W(2)-C(24) | 106,8(8) | C(3A)-C(39)-C(38)      | 113(2)    |
| C(26)-W(2)-C(24) | 132,9(8) | C(3A)-C(39)-W(3)       | 74,5(11)  |
| C(23)-W(2)-C(24) | 35,8(6)  | C(38)-C(39)-W(3)       | 73,7(16)  |
| C(21)-W(2)-C(29) | 102,1(8) | C(39)-C(3A)-C(36)      | 105(2)    |
| C(25)-W(2)-C(29) | 86,4(7)  | C(39)-C(3A)-W(3)       | 69,2(11)  |
| C(28)-W(2)-C(29) | 38,3(6)  | C(36)-C(3A)-W(3)       | 73,0(10)  |
| C(2A)-W(2)-C(29) | 37,9(7)  | N(1)#1-K(1)-N(1)       | 94,6(4)   |
| C(26)-W(2)-C(29) | 60,2(8)  | N(1)#1-K(1)-C(23)      | 106,8(6)  |
| C(23)-W(2)-C(29) | 144,1(8) | N(1)-K(1)-C(23)        | 151,9(5)  |
| C(24)-W(2)-C(29) | 109,2(7) | N(1)#1-K(1)-C(22)      | 111,4(6)  |
| C(21)-W(2)-C(27) | 127,3(9) | N(1)-K(1)-C(22)        | 152,5(6)  |
| C(25)-W(2)-C(27) | 142,4(8) | C(23)-K(1)-C(22)       | 26,3(5)   |
| C(28)-W(2)-C(27) | 36,4(7)  | N(1)#1-K(1)-C(24)      | 123,5(5)  |
| C(2A)-W(2)-C(27) | 59,3(8)  | N(1)-K(1)-C(24)        | 126,4(5)  |
| C(26)-W(2)-C(27) | 34,2(7)  | C(23)-K(1)-C(24)       | 25,6(4)   |
| C(23)-W(2)-C(27) | 154,3(8) | C(22)-K(1)-C(24)       | 44,7(5)   |
| C(24)-W(2)-C(27) | 166,0(8) | N(1)#1-K(1)-C(021)#1   | 57,0(5)   |
| C(29)-W(2)-C(27) | 61,6(7)  | N(1)-K(1)-C(021)#1     | 104,0(5)  |
| C(21)-W(2)-C(22) | 39,5(7)  | C(23)-K(1)-C(021)#1    | 74,3(6)   |
| C(25)-W(2)-C(22) | 63,5(6)  | C(22)-K(1)-C(021)#1    | 97,8(6)   |
| C(28)-W(2)-C(22) | 125,3(8) | C(24)-K(1)-C(021)#1    | 74,7(5)   |
| C(2A)-W(2)-C(22) | 169,0(8) | N(1)#1-K(1)-C(21)      | 139,3(5)  |
| C(26)-W(2)-C(22) | 154,3(7) | N(1)-K(1)-C(21)        | 124,8(5)  |
| C(23)-W(2)-C(22) | 34,7(6)  | C(23)-K(1)-C(21)       | 41,6(6)   |
| C(24)-W(2)-C(22) | 62,3(7)  | C(22)-K(1)-C(21)       | 28,1(5)   |
| C(29)-W(2)-C(22) | 141,5(8) | C(24)-K(1)-C(21)       | 42,2(5)   |
| C(27)-W(2)-C(22) | 131,7(7) | C(021)#1-K(1)-C(21)    | 114,4(5)  |
| C(21)-W(2)-Pb(1) | 76,6(5)  | N(1)#1-K(1)-C(011)#1   | 55,8(5)   |
| C(25)-W(2)-Pb(1) | 111,2(5) | N(1)-K(1)-C(011)#1     | 105,3(4)  |
| C(28)-W(2)-Pb(1) | 95,9(5)  | C(23)-K(1)-C(011)#1    | 101,7(5)  |
| C(2A)-W(2)-Pb(1) | 139,4(7) | C(22)-K(1)-C(011)#1    | 83,4(5)   |
| C(26)-W(2)-Pb(1) | 105,2(6) | C(24)-K(1)-C(011)#1    | 126,6(5)  |
| C(23)-W(2)-Pb(1) | 75,6(5)  | C(021)#1-K(1)-C(011)#1 | 107,5(5)  |
| C(24)-W(2)-Pb(1) | 110,5(5) | C(21)-K(1)-C(011)#1    | 99,3(5)   |
| C(29)-W(2)-Pb(1) | 134,1(6) | N(1)#1-K(1)-C(25)      | 147,7(5)  |
| C(27)-W(2)-Pb(1) | 82,5(5)  | N(1)-K(1)-C(25)        | 114,4(5)  |
| C(22)-W(2)-Pb(1) | 51,1(4)  | C(23)-K(1)-C(25)       | 41,3(6)   |
| C(39)-W(3)-C(34) | 82,9(9)  | C(22)-K(1)-C(25)       | 44,0(5)   |
| C(39)-W(3)-C(35) | 104,4(9) | C(24)-K(1)-C(25)       | 26,2(4)   |
| C(34)-W(3)-C(35) | 35,0(7)  | C(021)#1-K(1)-C(25)    | 100,3(5)  |

## E. Anhang

|                   |           |                      |           |
|-------------------|-----------|----------------------|-----------|
| C(39)-W(3)-C(38)  | 37,0(9)   | C(21)-K(1)-C(25)     | 24,2(4)   |
| C(34)-W(3)-C(38)  | 98,6(11)  | C(011)#1-K(1)-C(25)  | 123,3(5)  |
| C(35)-W(3)-C(38)  | 99,7(11)  | N(1)#1-K(1)-C(013)   | 118,6(5)  |
| C(39)-W(3)-C(33)  | 97,6(12)  | N(1)-K(1)-C(013)     | 56,6(4)   |
| C(34)-W(3)-C(33)  | 33,9(9)   | C(23)-K(1)-C(013)    | 96,5(5)   |
| C(35)-W(3)-C(33)  | 57,6(9)   | C(22)-K(1)-C(013)    | 113,7(5)  |
| C(38)-W(3)-C(33)  | 126,6(13) | C(24)-K(1)-C(013)    | 71,5(5)   |
| C(39)-W(3)-C(3A)  | 36,2(7)   | C(021)#1-K(1)-C(013) | 77,4(5)   |
| C(34)-W(3)-C(3A)  | 103,9(9)  | C(21)-K(1)-C(013)    | 94,2(5)   |
| C(35)-W(3)-C(3A)  | 135,4(9)  | C(011)#1-K(1)-C(013) | 161,8(5)  |
| C(38)-W(3)-C(3A)  | 62,1(10)  | C(25)-K(1)-C(013)    | 71,4(5)   |
| C(33)-W(3)-C(3A)  | 98,9(10)  | N(1)#1-K(1)-C(022)   | 118,9(5)  |
| C(39)-W(3)-C(31)  | 136,4(10) | N(1)-K(1)-C(022)     | 56,1(4)   |
| C(34)-W(3)-C(31)  | 55,7(10)  | C(23)-K(1)-C(022)    | 123,1(6)  |
| C(35)-W(3)-C(31)  | 33,2(8)   | C(22)-K(1)-C(022)    | 101,5(6)  |
| C(38)-W(3)-C(31)  | 129,3(13) | C(24)-K(1)-C(022)    | 116,3(5)  |
| C(33)-W(3)-C(31)  | 56,4(13)  | C(021)#1-K(1)-C(022) | 160,1(5)  |
| C(3A)-W(3)-C(31)  | 155,3(11) | C(21)-K(1)-C(022)    | 81,6(5)   |
| C(39)-W(3)-C(37)  | 57,7(9)   | C(011)#1-K(1)-C(022) | 79,9(5)   |
| C(34)-W(3)-C(37)  | 132,5(10) | C(25)-K(1)-C(022)    | 90,2(5)   |
| C(35)-W(3)-C(37)  | 126,7(9)  | C(013)-K(1)-C(022)   | 90,2(5)   |
| C(38)-W(3)-C(37)  | 33,9(9)   | N(1)#1-K(1)-Si(1)    | 102,1(3)  |
| C(33)-W(3)-C(37)  | 155,1(11) | N(1)-K(1)-Si(1)      | 26,6(3)   |
| C(3A)-W(3)-C(37)  | 60,1(8)   | C(23)-K(1)-Si(1)     | 127,6(4)  |
| C(31)-W(3)-C(37)  | 143,1(11) | C(22)-K(1)-Si(1)     | 142,7(4)  |
| C(39)-W(3)-C(36)  | 59,5(7)   | C(24)-K(1)-Si(1)     | 102,7(4)  |
| C(34)-W(3)-C(36)  | 139,6(8)  | C(021)#1-K(1)-Si(1)  | 86,7(4)   |
| C(35)-W(3)-C(36)  | 160,4(8)  | C(21)-K(1)-Si(1)     | 117,7(4)  |
| C(38)-W(3)-C(36)  | 60,8(9)   | C(011)#1-K(1)-Si(1)  | 130,6(4)  |
| C(33)-W(3)-C(36)  | 131,2(10) | C(25)-K(1)-Si(1)     | 98,7(3)   |
| C(3A)-W(3)-C(36)  | 36,4(6)   | C(013)-K(1)-Si(1)    | 31,2(3)   |
| C(31)-W(3)-C(36)  | 164,0(9)  | C(022)-K(1)-Si(1)    | 74,9(3)   |
| C(37)-W(3)-C(36)  | 36,7(7)   | Si(1)-N(1)-Si(2)     | 137,5(10) |
| C(39)-W(3)-C(32)  | 128,4(14) | Si(1)-N(1)-K(1)#1    | 108,6(7)  |
| C(34)-W(3)-C(32)  | 53,7(10)  | Si(2)-N(1)-K(1)#1    | 107,8(6)  |
| C(35)-W(3)-C(32)  | 56,5(10)  | Si(1)-N(1)-K(1)      | 101,8(7)  |
| C(38)-W(3)-C(32)  | 152,1(12) | Si(2)-N(1)-K(1)      | 102,5(6)  |
| C(33)-W(3)-C(32)  | 30,8(12)  | K(1)#1-N(1)-K(1)     | 85,4(4)   |
| C(3A)-W(3)-C(32)  | 122,7(14) | N(1)-Si(1)-C(012)    | 115,9(8)  |
| C(31)-W(3)-C(32)  | 35,6(11)  | N(1)-Si(1)-C(013)    | 116,6(9)  |
| C(37)-W(3)-C(32)  | 173,5(12) | C(012)-Si(1)-C(013)  | 103,4(9)  |
| C(36)-W(3)-C(32)  | 141,5(11) | N(1)-Si(1)-C(011)    | 111,4(9)  |
| C(39)-W(3)-Pb(1)  | 129,0(6)  | C(012)-Si(1)-C(011)  | 104,0(9)  |
| C(34)-W(3)-Pb(1)  | 130,0(7)  | C(013)-Si(1)-C(011)  | 104,1(9)  |
| C(35)-W(3)-Pb(1)  | 124,7(7)  | N(1)-Si(1)-K(1)      | 51,7(6)   |
| C(38)-W(3)-Pb(1)  | 130,5(9)  | C(012)-Si(1)-K(1)    | 148,2(6)  |
| C(33)-W(3)-Pb(1)  | 97,7(9)   | C(013)-Si(1)-K(1)    | 68,5(6)   |
| C(3A)-W(3)-Pb(1)  | 93,3(6)   | C(011)-Si(1)-K(1)    | 107,8(7)  |
| C(31)-W(3)-Pb(1)  | 91,5(8)   | N(1)-Si(1)-K(1)#1    | 46,3(6)   |
| C(37)-W(3)-Pb(1)  | 96,9(7)   | C(012)-Si(1)-K(1)#1  | 133,0(6)  |
| C(36)-W(3)-Pb(1)  | 74,0(5)   | C(013)-Si(1)-K(1)#1  | 123,5(7)  |
| C(32)-W(3)-Pb(1)  | 77,4(8)   | C(011)-Si(1)-K(1)#1  | 65,4(7)   |
| C(22)-Pb(1)-W(2)  | 53,3(5)   | K(1)-Si(1)-K(1)#1    | 64,00(15) |
| C(22)-Pb(1)-W(1)  | 114,0(6)  | N(1)-Si(2)-C(022)    | 115,2(9)  |
| W(2)-Pb(1)-W(1)   | 119,63(4) | N(1)-Si(2)-C(023)    | 116,1(9)  |
| C(22)-Pb(1)-W(3)  | 109,1(7)  | C(022)-Si(2)-C(023)  | 104,1(11) |
| W(2)-Pb(1)-W(3)   | 119,98(5) | N(1)-Si(2)-C(021)    | 109,6(9)  |
| W(1)-Pb(1)-W(3)   | 119,39(4) | C(022)-Si(2)-C(021)  | 104,7(9)  |
| C(12)-C(11)-C(15) | 101(2)    | C(023)-Si(2)-C(021)  | 106,2(10) |
| C(12)-C(11)-W(1)  | 69,4(14)  | N(1)-Si(2)-K(1)      | 50,7(5)   |
| C(15)-C(11)-W(1)  | 65,0(10)  | C(022)-Si(2)-K(1)    | 68,7(7)   |

## E. Anhang

|                   |           |                      |           |
|-------------------|-----------|----------------------|-----------|
| C(11)-C(12)-C(13) | 115(2)    | C(023)-Si(2)-K(1)    | 149,8(8)  |
| C(11)-C(12)-W(1)  | 78,6(15)  | C(021)-Si(2)-K(1)    | 104,0(7)  |
| C(13)-C(12)-W(1)  | 70,4(12)  | N(1)-Si(2)-K(1)#1    | 46,4(5)   |
| C(12)-C(13)-C(14) | 106(2)    | C(022)-Si(2)-K(1)#1  | 124,4(8)  |
| C(12)-C(13)-W(1)  | 73,7(12)  | C(023)-Si(2)-K(1)#1  | 131,5(9)  |
| C(14)-C(13)-W(1)  | 71,5(11)  | C(021)-Si(2)-K(1)#1  | 63,3(7)   |
| C(15)-C(14)-C(13) | 105,9(18) | K(1)-Si(2)-K(1)#1    | 63,50(15) |
| C(15)-C(14)-W(1)  | 72,1(10)  | Si(1)-C(011)-K(1)#1  | 83,8(6)   |
| C(13)-C(14)-W(1)  | 71,6(10)  | Si(1)-C(013)-K(1)    | 80,3(6)   |
| C(14)-C(15)-C(11) | 112,4(19) | Si(2)-C(021)-K(1)#1  | 85,5(7)   |
| C(14)-C(15)-W(1)  | 73,8(11)  | Si(2)-C(022)-K(1)    | 80,6(7)   |
| C(11)-C(15)-W(1)  | 77,5(11)  | C(032)-C(031)-C(036) | 119(3)    |
| C(1A)-C(16)-C(17) | 108(2)    | C(032)-C(031)-C(037) | 120,6(15) |
| C(1A)-C(16)-W(1)  | 68,8(14)  | C(036)-C(031)-C(037) | 120,5(15) |
| C(17)-C(16)-W(1)  | 73,0(11)  | C(033)-C(032)-C(031) | 120(2)    |
| C(18)-C(17)-C(16) | 111,3(19) | C(032)-C(033)-C(034) | 122,4(19) |
| C(18)-C(17)-W(1)  | 74,1(14)  | C(035)-C(034)-C(033) | 116(2)    |
| C(16)-C(17)-W(1)  | 71,1(11)  | C(036)-C(035)-C(034) | 122,4(19) |
| C(17)-C(18)-C(19) | 107(2)    | C(035)-C(036)-C(031) | 120(2)    |
| C(17)-C(18)-W(1)  | 72,4(13)  | C(045)-C(046)-C(041) | 119(3)    |
| C(19)-C(18)-W(1)  | 68,8(12)  | C(045)-C(046)-C(047) | 120,5(15) |
| C(18)-C(19)-C(1A) | 105(2)    | C(041)-C(046)-C(047) | 120,1(15) |
| C(18)-C(19)-W(1)  | 75,1(12)  | C(042)-C(041)-C(046) | 120(2)    |
| C(1A)-C(19)-W(1)  | 67,9(13)  | C(041)-C(042)-C(043) | 122(2)    |
| C(16)-C(1A)-C(19) | 108(2)    | C(044)-C(043)-C(042) | 116(2)    |
| C(16)-C(1A)-W(1)  | 77,4(16)  | C(045)-C(044)-C(043) | 122(2)    |
| C(19)-C(1A)-W(1)  | 72,6(12)  | C(044)-C(045)-C(046) | 120(2)    |

**Tab. E.4.21e** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **9** mit zwei Moleküle Toluol,

| Atom  | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{23}$ | $U_{13}$ | $U_{12}$ |
|-------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| W(1)  | 41(1)    | 30(1)    | 35(1)    | 5(1)     | 16(1)    | 3(1)     |
| W(2)  | 31(1)    | 44(1)    | 42(1)    | 11(1)    | 14(1)    | 5(1)     |
| W(3)  | 33(1)    | 39(1)    | 28(1)    | 2(1)     | 11(1)    | 1(1)     |
| Pb(1) | 32(1)    | 31(1)    | 31(1)    | 5(1)     | 15(1)    | 3(1)     |
| C(11) | 31(13)   | 52(17)   | 52(17)   | 10(14)   | 6(12)    | 9(13)    |
| C(12) | 100(20)  | 29(16)   | 100(20)  | 13(16)   | 80(20)   | -9(16)   |
| C(13) | 79(18)   | 25(15)   | 69(19)   | 6(13)    | 46(16)   | -6(13)   |
| C(14) | 52(14)   | 24(13)   | 31(13)   | 7(10)    | 33(12)   | 16(11)   |
| C(15) | 56(15)   | 56(17)   | 29(14)   | -4(12)   | 43(13)   | 9(13)    |
| C(16) | 110(20)  | 0(12)    | 39(15)   | 4(10)    | 12(16)   | -20(13)  |
| C(17) | 35(14)   | 64(18)   | 44(16)   | 5(13)    | 17(12)   | 20(13)   |
| C(18) | 43(14)   | 50(17)   | 26(14)   | -2(12)   | -20(11)  | -2(13)   |
| C(19) | 100(20)  | 70(20)   | 17(14)   | 11(13)   | 15(14)   | 41(17)   |
| C(1A) | 110(20)  | 32(17)   | 120(30)  | 12(17)   | 80(20)   | -17(16)  |
| C(21) | 45(14)   | 41(15)   | 40(15)   | 30(12)   | -1(12)   | -2(12)   |
| C(22) | 32(14)   | 110(20)  | 57(17)   | 75(17)   | 19(13)   | 30(15)   |
| C(23) | 48(16)   | 50(17)   | 100(20)  | 60(16)   | 43(15)   | 27(13)   |
| C(24) | 26(12)   | 61(17)   | 23(13)   | -2(12)   | -13(10)  | -32(11)  |
| C(25) | 13(11)   | 80(19)   | 36(15)   | 18(14)   | -17(10)  | 8(12)    |
| C(26) | 40(15)   | 90(20)   | 24(15)   | 28(15)   | 7(13)    | 2(14)    |
| C(27) | 32(14)   | 80(20)   | 45(17)   | 42(16)   | -5(13)   | -11(14)  |
| C(28) | 54(15)   | 42(15)   | 50(17)   | 23(13)   | -9(13)   | 38(13)   |
| C(29) | 100(20)  | 80(20)   | 45(17)   | 36(16)   | 20(16)   | -34(17)  |
| C(2A) | 46(15)   | 90(20)   | 52(18)   | -23(16)  | 41(14)   | -21(14)  |
| C(31) | 70(20)   | 180(40)  | 60(20)   | -40(20)  | 53(19)   | -50(20)  |

## E. Anhang

|        |         |         |         |         |         |          |
|--------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| C(32)  | 100(30) | 290(60) | 30(20)  | 40(30)  | 10(20)  | -160(40) |
| C(33)  | 60(20)  | 210(50) | 50(20)  | 50(30)  | -9(19)  | 30(30)   |
| C(34)  | 68(19)  | 90(20)  | 60(20)  | 1(17)   | 45(18)  | -55(17)  |
| C(35)  | 49(17)  | 70(20)  | 51(19)  | -13(15) | -31(14) | 32(15)   |
| C(36)  | 18(12)  | 46(16)  | 59(17)  | -26(13) | 13(12)  | -29(11)  |
| C(37)  | 90(20)  | 90(20)  | 30(16)  | 19(15)  | 38(16)  | 2(18)    |
| C(38)  | 110(30) | 120(30) | 34(19)  | 30(20)  | -23(17) | -30(20)  |
| C(39)  | 90(20)  | 110(30) | 41(18)  | -63(17) | 48(17)  | -87(19)  |
| C(3A)  | 74(18)  | 23(14)  | 51(16)  | -6(11)  | 50(15)  | 15(12)   |
| K(1)   | 38(3)   | 42(3)   | 53(3)   | 13(3)   | 22(3)   | 1(2)     |
| N(1)   | 14(8)   | 31(10)  | 51(12)  | 13(9)   | -7(8)   | 26(8)    |
| Si(1)  | 33(3)   | 34(4)   | 44(4)   | 4(3)    | 14(3)   | 3(3)     |
| Si(2)  | 43(4)   | 37(4)   | 39(4)   | 1(3)    | 15(3)   | 3(3)     |
| C(011) | 120(20) | 66(18)  | 44(16)  | 42(14)  | 36(16)  | 63(17)   |
| C(012) | 67(16)  | 40(15)  | 35(14)  | 10(11)  | 21(12)  | 22(12)   |
| C(013) | 53(15)  | 100(20) | 67(18)  | 49(16)  | 47(14)  | 14(14)   |
| C(021) | 81(19)  | 80(20)  | 61(19)  | 8(16)   | 24(16)  | 33(16)   |
| C(022) | 64(16)  | 80(20)  | 75(19)  | 43(16)  | 43(15)  | 41(15)   |
| C(023) | 43(15)  | 150(30) | 52(18)  | -77(18) | -25(13) | 6(16)    |
| C(031) | 170(40) | 120(30) | 80(30)  | -40(20) | 50(30)  | -120(30) |
| C(032) | 48(16)  | 140(30) | 53(19)  | 20(20)  | 42(14)  | 19(19)   |
| C(033) | 140(30) | 150(30) | 44(19)  | 20(20)  | 30(20)  | 80(30)   |
| C(034) | 140(30) | 200(40) | 70(20)  | 50(20)  | 70(20)  | 120(30)  |
| C(035) | 90(20)  | 80(30)  | 230(50) | -10(30) | 70(30)  | 50(20)   |
| C(036) | 200(50) | 80(30)  | 230(50) | -40(30) | 140(40) | 0(30)    |
| C(037) | 170(30) | 120(30) | 210(40) | -30(30) | 80(30)  | -140(30) |

**Tab. E.4.21f** Koordinaten der Wasserstoffatome (Faktor  $10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **9**.

| Atom   | x/a    | y/b   | z/c  | U(eq) |
|--------|--------|-------|------|-------|
| H(11A) | -10315 | 10951 | 695  | 56    |
| H(12A) | -8752  | 12018 | 1958 | 77    |
| H(13A) | -6889  | 11274 | 2951 | 64    |
| H(14A) | -7368  | 9560  | 2304 | 36    |
| H(15A) | -9496  | 9358  | 1056 | 49    |
| H(16A) | -10409 | 8569  | 2615 | 63    |
| H(17A) | -11711 | 9750  | 3138 | 56    |
| H(18A) | -10236 | 10913 | 4389 | 59    |
| H(19A) | -7864  | 10518 | 4650 | 76    |
| H(1AA) | -8082  | 9054  | 3399 | 92    |
| H(21A) | -12018 | 12012 | 1089 | 53    |
| H(22A) | -9865  | 12947 | 2442 | 71    |
| H(23A) | -10717 | 14384 | 2904 | 67    |
| H(24A) | -13043 | 14530 | 1969 | 53    |
| H(25A) | -13843 | 13003 | 762  | 58    |
| H(2AA) | -13256 | 12797 | 4299 | 61    |
| H(27A) | -12379 | 11400 | 3877 | 67    |
| H(28A) | -13373 | 10956 | 2097 | 63    |
| H(29A) | -15268 | 12017 | 1478 | 91    |
| H(26A) | -14893 | 13258 | 2967 | 72    |
| H(31A) | -6298  | 12848 | 3911 | 127   |
| H(32A) | -8186  | 13695 | 3079 | 181   |
| H(33A) | -8340  | 14921 | 4114 | 132   |
| H(34A) | -6476  | 15057 | 5546 | 85    |
| H(35A) | -5225  | 13733 | 5470 | 85    |
| H(36A) | -10391 | 12557 | 5074 | 55    |



E. Anhang

|        |        |       |       |     |
|--------|--------|-------|-------|-----|
| H(38A) | -8279  | 12092 | 6185  | 74  |
| H(37A) | -6669  | 13398 | 6920  | 119 |
| H(39A) | -7812  | 14758 | 6396  | 101 |
| H(3AA) | -10082 | 14295 | 5260  | 52  |
| H(01B) | -11600 | 16545 | -521  | 106 |
| H(01C) | -13085 | 16696 | -1096 | 106 |
| H(01D) | -12065 | 16521 | -1631 | 106 |
| H(01E) | -14494 | 14264 | -2593 | 68  |
| H(01F) | -13869 | 15075 | -2935 | 68  |
| H(01G) | -14886 | 15268 | -2402 | 68  |
| H(01H) | -13900 | 14341 | -485  | 92  |
| H(01I) | -14391 | 15326 | -560  | 92  |
| H(01J) | -13004 | 15206 | 201   | 92  |
| H(02B) | -9452  | 14286 | -2160 | 113 |
| H(02C) | -9382  | 13215 | -2257 | 113 |
| H(02D) | -8869  | 13828 | -1242 | 113 |
| H(02E) | -10992 | 12068 | -1583 | 96  |
| H(02F) | -12080 | 12447 | -1183 | 96  |
| H(02G) | -10555 | 12709 | -585  | 96  |
| H(02H) | -12427 | 13697 | -3412 | 155 |
| H(02I) | -13264 | 13039 | -3040 | 155 |
| H(02J) | -12069 | 12682 | -3327 | 155 |
| H(03A) | -7556  | 12361 | -702  | 86  |
| H(03B) | -6385  | 13167 | -1383 | 131 |
| H(03C) | -4594  | 12598 | -1721 | 146 |
| H(03D) | -4139  | 11131 | -1433 | 156 |
| H(03E) | -5296  | 10323 | -745  | 192 |
| H(07A) | -7799  | 11158 | 130   | 262 |
| H(07B) | -6568  | 10587 | 487   | 262 |
| H(07C) | -7729  | 10224 | -486  | 262 |
| H(04A) | -4707  | 9115  | 3344  | 253 |
| H(04B) | -5856  | 8548  | 3520  | 253 |
| H(04C) | -4354  | 8436  | 4091  | 253 |
| H(041) | -4665  | 10674 | 3950  | 106 |
| H(042) | -4543  | 11821 | 5150  | 93  |
| H(043) | -5259  | 11532 | 6375  | 28  |
| H(044) | -5403  | 10014 | 6593  | 88  |
| H(045) | -5579  | 8862  | 5381  | 89  |

## E.5 Literaturverzeichnis

- [1] a) Bock; B., Meuret; J., Ruppert; K., *Angew. Chem.* **1993**, *105*, 413 – 415; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1993**, *32*, 414 – 416; b) Bock; B., Meuret; J., Baur; R., Ruppert; K., *J. Organomet. Chem.* **1993**, *446*, 113 – 122; c) Frey; J., Schottland; E., Rappoport; Z., Bravo-Zhivotovskii; D., Nakash; M., Botoshansky; M., Kaftory; M., Apeloig; Y., *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2* **1994**, 2555 – 2562.
- [2] a) Klinkhammer; K. W., Schwarz; W., *Angew. Chem.* **1995**, *107*, 1448 – 1451; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1995**, *34*, 1334 – 1336.
- [3] Lide; D. R.: *CRC Handbook of Chemistry and Physics: A ready-reference book of chemical and physical data*, 90. Aufl., CRC Taylor & Francis, Boca Raton Fla. **2009**, 9, 9 – 98.
- [4] Arduengo III; A. J., Harlow; R. L., Kline; M., *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 361 – 363.
- [5] Klinkhammer; K. W.: *The Chemistry of organic germanium, tin and lead compounds*, Hrsg. Z. Rappoport, John Wiley & Sons Ltd., New York **2002**, *2*, 283 – 357.
- [6] Weidenbruch; M., *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, 373 – 381.
- [7] Kutzelnigg; W., *Angew. Chem.* **1984**, *96*, 262 – 286; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1984**, *23*, 272 – 295.
- [8] a) Goldberg; D. E., Harris; D. H., Lappert; M. F.; Thomas; M. K., *J. Chem. Soc. Commun.* **1976**, 261 – 262, b) Davidson; P. J., Harris; D. H., Lappert; M. F., *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1976**, 2268 – 2274.
- [9] a) Carter; E. A., Goddard III; W. A., *J. Phys. Chem.* **1986**, *90*, 998 – 1001, b) Trinquier; G., Malrieu; J.-P., *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 5303 – 5315, c) Trinquier; G., Malrieu; J.-P., *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, *111*, 5916 – 5921, d) Driess; M., Grützmacher; H., *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 900 – 929; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 828 – 856, e) Grützmacher; H., Fässler; T. F., *Eur. Chem. J.* **2000**, *6*, 2317 – 2325.
- [10] Klinkhammer; K. W., Fässler; T. F., Grützmacher; H., *Angew. Chem.* **1998**, *110*, 114 – 116; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1998**, *37*, 124 – 126.
- [11] Stürmann; M., Saak; W., Weidenbruch; M., Klinkhammer; K. W., *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, 579 – 582.
- [12] Stürmann; M., Saak; W., Marsmann; H., Weidenbruch; M., *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 145 – 147; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1999**, *38*, 187 – 189.
- [13] Förster; C., *Silylsubstituierte Tetrylene in der Synthese niedervalenter Zinn- und Bleiverbindungen*, Dissertation, Mainz, **2008**.
- [14] Barton; D. H. R., McCombie; S. W., *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1975**, 1574 – 1585.
- [15] Okajima; Y, Ide; T, Kikuchi; K., Nakamura; K, *Ceramic Sensors III*, The Electrochemical Society Inc., **1997**, 96-27,69 – 77.
- [16] Oudijk; G., *Environmental Forensics* **2010**, *11*, 17 – 49.
- [17] a) Lappert; M. F., Misra; M. C., Onyszchuk; M., Rowe; Power; P. P., Slade; M. J., *J. Organomet. Chem.* **1987**, *330*, 31 – 46, b) Moser; D. F., Bosse; T., Olson; J., Moser; J. L., Guzei; I. A., West; R., *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, *124*, 4186 – 4187.
- [18] Becker; M., *Reaktivität von Dihypersilylhalogenorganylplumbanen*, Dissertation, Mainz, **2010**.
- [19] Weimar; M., *Silylsubstituierte carbenhomologe Zinnverbindung in Reaktion mit zweifach substituierten Halogenalkanen und -arenen*, Staatsexamensarbeit, Mainz, **2009**.
- [20] a) Steenwinkel; P., Jastrzebski; J. T. B. H., Deelman; B.-J., Grove; D. M., Kooijman; H., Veldman; N., Smeets; W. J. J., Spek; A. L., van Koten; G., *Organomet.* **1997**, *16*, 5486 – 5498, b) Zimmer; H., Moslé; H.-G., *Chem. Ber.* **1954**, *87*, 1255 – 1257.
- [21] Thodupunoori; S. K., Alamudun; I. A., Cervantes-Lee; F., Gomez; F. D., Carrasco; Y. P., Pannel; K. H., *J. Organomet. Chem.* **2006**, *691*, 1790 – 1796 und zitierte Literaturstellen.

- [22] a) Gielen; M., Jurkschat; K., *J. Organomet. Chem.* **1984**, 273, 303 – 312, b) Meunier-Piret; J., Van Meerssche; M., Gielen; M., Jurkschat; K., *J. Organomet. Chem.* **1984**, 288, 139 – 143.
- [23] a) Hyde; J. R., Karol; T. J., Hutchinson; J. P., Kuivila; H. G.; Zubieta; J., *Organomet.* **1982**, 1, 404 – 405, b) Karol; T. J., Hutchinson; J. P., Hyde; J. R., Kuivila; H. G.; Zubieta; *Organomet.* **1983**, 2, 106 – 114.
- [24] a) Willemses; L. C., Van Der Kerk; G. J. M., *J. Organomet. Chem.* **1970**, 23, 471 – 475, b) Kroon; J., Huschler; J. B., Peerdeman; A. F., *J. Organomet. Chem.* **1970**, 23, 477 – 485.
- [25] Lukin; K. A., Li; J., Eaton; P. E., *J. Org. Chem.* **1997**, 62, 8490 – 8496.
- [26] Gomberg; M., *J. Am. Chem. Soc.* **1900**, 22, 757 – 771.
- [27] Andersen; P., Klewe; B., *Acta Chem. Scand.* **1967**, 21, 2599 – 2607.
- [28] Ballester; M., Riera; J., Castañer; J., Badía; C., Monsó; J. M., *J. Am. Chem. Soc.* **1971**, 93, 2215 – 2225.
- [29] Ballester; M., Castañer; J., Riera; J., Pujadas; J., *J. Org. Chem.* **1984**, 49, 2284 – 2287.
- [30] Rius; J., Miravittles; C., Molins; E., Crespo; M., Veciana; J., *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **1990**, 187, 155 – 163.
- [31] Jackson; J. E., Ward; D. L., Jang; S.-H., Blount; J. F., *Acta Cryst Sect. Sect. B: Struct. Sci.* **1992**, 48, 324 – 329.
- [32] Maspoeh; D., Domingo; N., Roques; N., Wurst; K., Tejada; J. Rovira; C., Ruiz-Molina; D., Veciana; J., *Chem. Eur. J.* **2007**, 13, 8153 – 8163.
- [33] Decroos; C., Prangé; T., Mansuy; D., Boucher; J.-L., Li; Y., *Chem. Commun.* **2011**, 47, 4805 – 4807.
- [34] Davidson; P. J., Hudson; A., Lappert; M. F., Lednor; P. W., *J. Chem. Soc., Chem. Comm.* **1973**, 829 – 830.
- [35] Hudson; A., Lappert; M. F., Lednor; P., *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1976**, 2369 – 2375.
- [36] Sekiguchi; A., Fukawa; T., Nakamoto; M., Lee; V. Y., Ichinohe; M., *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, 124, 9865 – 9869.
- [37] Sekiguchi; A., Fukawa; T., Nakamoto; M., Lee; V. Y., *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, 125, 9250 – 9251.
- [38] Förster; C., Klinkhammer; K. W.; Tumanskii; B., Krüger; H.-J., Kelm; H., *Angew. Chem.* **2007**, 119, 1174 – 1177; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **2007**, 46, 1156 – 1159.
- [39] Becker; M., Förster; C., Franzen; C.; Hartrath; J., Kirsten; E., Knuth; J.; Klinkhammer; K. W., Sharma; A., Hinderberger; D., *Inorg. Chem.* **2008**, 47, 9965 – 9978.
- [40] Kurzbach; D., Yao; S., Hinderberger; D.; Klinkhammer; K. W., *Dalton Trans.* **2010**, 39, 6449 – 6549.
- [41] Lee; V.Y., Sekiguchi; A., *Eur. J. Inorg. Chem.* **2005**, 1209 – 1222.
- [42] Salem; L., Rowland; C., *Angew. Chem.* **1972**, 84, 86 – 106; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1972**, 11, 92 – 111.
- [43] Steudel; R., *Chemie der Nichtmetalle*, 3. Aufl., de Gruyter, **2008**.
- [44] Yang; N. C., Castro; A. J., *J. Am. Chem. Soc.* **1960**, 82, 6208.
- [45] Coppinger, G. M., *Tetrahedron* **1962**, 18, 61 – 65.
- [46] Dowd; P., *J. Am. Chem. Soc.* **1966**, 88, 2587 – 2589.
- [47] Touloukhonova; I. S., Stringfellow; T. C.; Ivanov; S. A., Masunov; A., West; R., *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, 125, 5767 – 5773.
- [48] Wakasa; M., Takamori; Y.; Takyaniagi; T.; Orishara; M., Kugita; T., *J. Organomet. Chem.* **2007**, 692, 2855 – 2860.
- [49] a) Yao; S., Xiong; Y., Klinkhammer; K. W., *Angew. Chem.* **2004**, 116, 6328 – 6331; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **2004**, 43, 6202 – 6204, b) Yao; S., *Dissertation* **2005**, Mainz.

- [50] Knuth; J., *Dihypersilylzinn in Reaktion mit Elementhydriden, Staatsexamensarbeit*, Mainz, **2008**.
- [51] a) Dighe; S. V.; Orchin; M., *J. Am. Chem. Soc.* **1965**, *87*, 1146, b) O'Connor; J. E., Corey; E. R., *J. Am. Chem. Soc.* **1967**, *89*, 3930 – 3931.
- [52] Kubicki; M. M., Kergoat; R., Guerchais; J.-E., L'Harridon; P., *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1984**, 1791 – 1793.
- [53] Mößbauer; R. L., *Z. Physik* **1958**, *151*, 124 – 143.
- [54] a) Bernhard; B., *Güteuntersuchungen am Mössbauer Spektrometer MIMOS*, Diplomarbeit, Darmstadt, **1997**, b) Held; P., *MIMOS II - Ein miniaturisiertes Mössbauerspektrometer in Rückstreuengeometrie zur mineralogischen Analyse der Marsoberfläche*, Dissertation, Darmstadt, **1997**.
- [55] Gütlich; P., *Chemie in unserer Zeit* **1970**, *4*, 133 – 144.
- [56] Malmfors; K. G., *Resonant scattering of gamma rays*, Hrsg. Siegbahn; K., *Beta and Gamma Ray Spectroscopy*, Academic Press, New York **1955**.
- [57] Schatz; G., Weidinger; A., *Nukleare Festkörperphysik: Kernphysikalische Messmethoden und ihre Anwendungen*, 3. Aufl., Teubner Verlag, Stuttgart **1997**.
- [58] Drumm; F., *Mößbauer-Spektroskopie an silylsubstituierten Zinnverbindungen*, Mainz, **2013**.
- [59] a) Lees; J. K., Flinn; P. A., *J. Chem. Phys.* **1968**, *48*, 882 – 889, b) Flinn; P.A., *Tin isomer shifts*, Hrsg. Shenoy; G. K., Wagner; F. E., *Mössbauer Isomer Shifts*, North Holland Publishing Company, Amsterdam – New York – Oxford **1978**, 593 – 616.
- [60] a) Lappert; M. F., *J. Organomet. Chem.* **1988**, *358*, 185 – 214, b) Gynane; M. F. S., Lappert; M. F., *J. Organomet. Chem.* **1976**, *114*, C4 – C6.
- [61] a) Robbins, J. L.; Edelstein, N.; Spencer, B.; Smart, J. C., *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, *104*, 1882 – 1893, b) Connelly; N. G., Geiger; W. E.; *Chem. Rev.* **1996**, *96*, 877 – 910.
- [62] Bartolin, J. M.; Kavara, A.; Kampf, J.; Banaszak Holl, M. M., *Organometallics* **2006**, *25*, 4738 – 4740.
- [63] Tse; J. S., Lee; F. L., Gabe; J., *Acta Cryst., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.* **1986**, *42*, 1876 – 1878.
- [64] Mallela; S. P.; Geanangel; R. A., *Inorg. Chem.* **1990**, *29*, 3525 – 3528.
- [65] a) Chieh; P. C., Trotter; J., *J. Chem. Soc. A* **1970**, 911 – 914, b) Claborn; K., Kahr; B., Kaminsky; W., *Cryst. Eng. Comm.* **2002**, *4*, 252 – 256.
- [66] Greenwood; N. N., Gibb; T. C., *Mössbauer Spectroscopy*, Chapman and Hall Ltd, London **1971**, 371 – 432.
- [67] Klinkhammer; K. W., persönliche Mitteilung.
- [68] Bergner; A., Dolg; M., Kuechle; W., Stoll; H.; Preuss; H., *Mol. Phys.* **1993**, *80*, 1431
- [69] Fisch; M. J., Trucks; G. W., Schlegel; H. B., Scuseria; G. E., Robb; M. A., Cheeseman; J. R., Scalmani; G., Barone; V., Mennucci; B., Petersson; G. A., Nakatsuji; H., Caricato; M., Li; X., Hratchian; H. P., Izmaylov; A. F., Bloino; J., Zheng; G., Sonnenberg; J. L., Hada; M., Ehara; M., Toyota; K., Fukuda; R., Hasegawa; J., Ishida; M., Nakajima; T., Honda; Y., Kitao; O., Nakai; H., Vreven; T., Montgomery; J. A. Jr., Peralta; J. E., Ogliaro; F., Bearpark; M., Heyd; J. J., Brothers; E., Kudin; K. N., Staroverov; V. N., Kobayashi; R., Normand; J., Raghavachari; K., Rendell; A., Burant; J. C., Iyengar; S. S., Tomasi; J., Cossi; M., Rega; N., Millam; J. M., Klene; M., Knox; J. E., Cross; J. B., Bakken; V., Adamo; C., Jaramillo; J., Gomperts; R., Stratmann; R. E., Yazyev; O., Austin; A. J., Cammi; R., Pomelli; C., Ochterski; J. W., Martin; R. L., Morokuma; K., Zakrzewski; V. G., Voth; G. A., Salvador; P., Dannenberg; J. J., Dapprich; S., Daniels; A. D., Farkas; O., Foresman; J. B., Ortiz; J. V., Cioslowski; J., Fox; D. J., *GAUSSIAN 09, Revision A.02*, Gaussian, Inc., Wallingford CT **2009**.
- [70] Neese; F., *ORCA 2.9.0*, Universität Bonn **2012**.
- [71] a) Filato; M., *Chem. Phys. Lett.* **2002**, *365*, 222 – 231, b) van Wuelen; *J. Chem. Phys.* **1998**, *109*, 392 – 399, c) Pantazis; D. A., Chen; X. Y., Landis; C. R., Neese; F., *J. Chem. Theory Comput.* **2008**, *4*, 908 – 919.

- [72] Mallela; S. P, Geanangel; R. A., *Inorg. Chem.* **1994**, 33, 6357 – 6360.
- [73] Clark; M. M., Brennessel; W. W., Holland; P. L., *Acta Crystallog., Sect. E: Struct. Rep. Online* **2009**, 65, m391.
- [74] Braga; D., Eckert; M., Fraccastoro; M., Maini; L., Grepioni; F., Caneschi; A., Sessoli; R., *New J. Chem.* **2002**, 26, 1280 – 1286.
- [75] Sekiguchi; A., Fukawa; T., Lee; V. Y., Nakamoto; M., *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, 125, 9250 – 9251.
- [76] Elschenbroich; C., *Organometallchemie*, 5. Aufl., Teubner Verlag, Wiesbaden **2005**, 468 f.
- [77] Linden; H. B., *Eur. J. Mass Spectrom.* **2004**, 10, 459 – 468.
- [78] Gusev; A. I., Kirillova; N. I., Protsky; A. N.; Bulychev; B. M., Soloveichik; G. L., *Polyhedron* **1984**, 3, 765 – 769.
- [79] Schlager; F., Goddard; R. Seevogel; K., Pörschke; K.-R., *Organometallics* 1998, 17, 1546 – 1551.
- [80] Sharma; H. K., Arias-Ugarte; R., Metta-Mangana; A. J., Pannell; K. H., *Angew. Chem.* **2009**, 121, 6427 – 6430, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **2009**, 48, 6309 – 6312.
- [81] Koloski; T. S, Pestana; D. C., Caroll; P. J., Berry; D. H, *Organometallics* **1994**, 13, 489 – 499.
- [82] Seebald; S., Kickelbick; G., Möller; F., Schubert; U., *Chem. Ber.* **1996**, 129, 1131 – 1142.
- [83] Miguel-Garcia; J. A., Adams, H.; Bailey; N. A.; Maitlis; P. M., *J. Organomet. Chem.* **1991**, 413, 427 – 444.
- [84] Contreras; J. G., Seguel; G. V.; Ungerer; B., Maier; W. F., Hollander; F. J., *J. Mol. Struct.* **1983**, 102, 295 – 304.
- [85] Brauer; G., *Handbuch der präparativen anorganischen Chemie*, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart **1981**, 1660 – 1661.
- [86] Fulmer, G. R.; Miller, A. J. M.; Sherden, N. H.; Gottlieb, H. E.; Nudelman, A.; Stoltz, B. M.; Bercaw, J. E.; Goldberg, K. I., *Organometallics* **2010**, 29, 2176 – 2179.
- [87] Kottke, T.; Stalke, D., *J. Appl. Crystallogr.* **1993**, 26, 5, 615 – 619.
- [88] SMART, Bruker AXS, Madison, WI, USA, **2003**.
- [89] SAINT V 6.45A, Bruker AXS, Madison, WI, USA, **2005**.
- [90] APEX II V 2.1.0, Bruker AXS, Madison, WI, USA, **2006**.
- [91] Sheldrick; G. M., SHELXTL V 5.1, Bruker, Madison, **1998**; Sheldrick; G. M., SHELXL-97, Universität Göttingen, **1997**.
- [92] Stoll; S.; Schweiger, A., *J. Magn. Reson.* **2006**, 178, 42 – 55.
- [93] Jung; V., *Dissertation* **2008**, Mainz.
- [94] Lagarec; K, Rancourt; R. D., *Recoil, Mössbauer spectral analysis software for Windows*, version 1.0, **1998**.
- [95] Kayser, C.; Fischer, R.; Baumgartner, J.; Marschner, C.; *Organometallics* **2002**, 21, 1023 – 1030.
- [96] Panda; T. K., Camer, M. T., Roesky; P. W., *Organometallics* **2003**, 22, 877 – 878.
- [97] Green; M. H. L., McCleverty; J. A., Pratt; L., Wilkinson, G., *J. Chem. Soc.* **1961**, 4854 – 4859.
- [98] Threkel; R. S., Bercaw; J. E., *J. Organomet, Chem.* **1977**, 136, 1 – 5.
- [99] Robbins; J. L., Edelstein; N., Spencer; B., Smart; J. C., *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, 104, 1882 – 1893.
- [100] Fjeldberg; T., Hope; H., Lappert; M. F., Power; P. P., Thorne; A. J., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1983**, 639 – 641 und darin zitierte Literaturstellen.