

# **Synthesen und Reaktionen ferrocenylsubstituierter Amidostannanide und -plumbanide**

**Dissertation**

zur Erlangung des Grades

„Doktor der Naturwissenschaften“

im Promotionsfach Chemie

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

**Elena Gringer**

geb. in Nowokusnezsk (Russland)

**Mainz, 2018**

1. Berichterstatter:

2. Berichterstatter:

Tag der mündlichen Prüfung: 21.06.2018

„Die Erforschung grundlegender Zusammenhänge der Natur ist ein wichtiger Baustein der Zukunftsvorsorge in unserer technologisch hoch entwickelten Gesellschaft“

*Prof. Dr. Johanna Wanka*



# Inhaltsverzeichnis

<b>E1. Einleitung</b> .....	7
1.1 Chemie des Ferrocens .....	7
1.1.1 Monolithioferrocen durch direkte Metallierung mit Alkylolithium .....	7
1.1.2 Ferrocenylsubstituierte Silane und Silanide.....	11
1.2 Tetrylene .....	14
1.3 Tetranide .....	17
1.4 Tetrane.....	18
1.5 Mößbauerspektroskopie .....	19
1.6 Gel-Permeations-Chromatographie (GPC).....	25
<b>2. Gang der Untersuchungen</b> .....	28
2.1 Zielsetzung und Motivation .....	28
2.2 Vorstufen.....	29
2.2.1 Hypersilan und seine Halogen-Derivate.....	29
2.2.2 Zinn(II)- und Blei(II)-bis[bis(trimethylsilyl)amid] ( <b>IV, V</b> ) .....	31
2.3 Ferrocenylsubstituierte Silane.....	32
2.3.1 Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid ( <b>1</b> ) .....	32
2.3.2 1,1'-Bis[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen ( <b>VII</b> ).....	39
2.3.3 Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen ( <b>2</b> ).....	45
2.4 Ferrocenylsubstituierte Kalium- und Cäsiumsilanide.....	59
2.5 Syntheseveruche zur Darstellung ferrocenylsubstituierter Stannylene und Plumbylene .....	67
2.6 Darstellung ferrocenylsubstituierter Amidotetranide .....	78
2.6.1 Das verbrückte Kalium-amidostannanid ( <b>7</b> ).....	83
2.6.2 Das verbrückte Cäsium-amidostannanid ( <b>8</b> ).....	90
2.6.3 Das Kalium-amidostannanid ( <b>9</b> ) .....	91
2.6.4 Das Cäsium-amidostannanid ( <b>10</b> ) .....	95
2.6.5 Das Cäsium-amidoplumbanid ( <b>11</b> ).....	98
2.6.6 NMR-spektroskopische Untersuchung der Tetranide <b>7</b> bis <b>11</b> . .....	101
2.7 Reaktionen von Tetraniden mit Trialkylsilylchloriden.....	103
2.7.1 Das Chlorostannan ( <b>12</b> ).....	108
<b>3. Experimenteller Teil</b> .....	114
3.1 Allgemeines.....	114
3.2 Synthesen und spektroskopische Daten .....	117
3.2.1 Darstellung der Vorstufen .....	117

3.2.2	Synthese von ferrocenylmodifizierten Silanen .....	123
3.2.3	Synthese von ferrocenylsubstituierten Silaniden .....	125
3.2.4	Synthese von Amidostannaniden und Amidoplumbaniden .....	128
3.2.5	Synthese von Chloro-bis[bis(trimethylsilyl)silylferrocenyl]stannan ( <b>12</b> ) .....	133
<b>4.</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b> .....	<b>134</b>
4.1	Zusammenfassung .....	134
4.2	Ausblick.....	143
<b>5.</b>	<b>Anhang</b> .....	<b>144</b>
5.1	Liste der nummerierten Verbindungen.....	144
5.2	Abkürzungsverzeichnis .....	147
5.3	Röntgendiffraktometrische Daten .....	148
5.3.1	Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid ( <b>1</b> ) .....	148
5.3.2	Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen ( <b>2</b> ).....	166
5.3.3	Kalium-1,1'-ansa-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-amidostannanid ( <b>7</b> )... 178	
5.3.4	Kalium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid ( <b>9</b> ) .....	200
5.3.5	Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid ( <b>10</b> ) .....	211
5.3.6	Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidoplumbanid ( <b>11</b> ) .....	223
5.3.7	Chloro-bis[bis(trimethylsilyl)silylferrocenyl]stannan( <b>12</b> ) .....	234
5.4	Literaturverzeichnis .....	242

# E1. Einleitung

## 1.1 Chemie des Ferrocens

Nach der Entdeckung<sup>a</sup> von sandwichartig aufgebautem Ferrocen vor über 60 Jahren entwickelte sich die Forschung auf dem Gebiet der Metallocene in hohem Tempo. Bedingt durch den aromatischen Charakter der Cyclopentadienid-Liganden und die damit verbundene elektronenliefernde Wirkung des Ferrocenylrests, sind Ferrocen und seine Derivate der elektrophilen Substitution zugänglich. Außergewöhnliche chemische Stabilität der Verbindungen und leichte reversible Oxidierbarkeit zu dem tiefblauen, paramagnetischen Ferrocenium-Ion ( $[\text{C}_5\text{R}_5]_2\text{Fe}$ ), 17 Valenzelektronenkomplex) eröffnen zudem eine Fülle an Reaktions- und Anwendungsmöglichkeiten. So bleibt die Ferrocenchemie ein bedeutendes Feld der aktuellen Forschung. Das Einsatzgebiet erstreckt sich auf die Kunststoff- und Automobilindustrie, Mineralölproduktion, Pflanzenschutzmittelforschung und Medizin<sup>[1-3]</sup>.

### 1.1.1 Monolithioferrocen durch direkte Metallierung mit Alkylolithium

Aromaten weisen im Vergleich zu Alkanen eine höhere Acidität auf, folglich sind Metallalkyle auch stärkere Basen<sup>[4]</sup>. So wird eine direkte Metallierung der C-H-Bindung an Cyclopentadienidgruppen des Ferrocens mit Lithiumalkylen möglich. Ein erster Versuch zur Darstellung der wertvollen Ausgangsverbindung Monolithioferrocen wurde Mitte der 1950er-Jahre von *Nesmejanova*<sup>[5]</sup> und unabhängig davon von *Benkeser*<sup>[6]</sup> vorgestellt. Gezielte Einfachmetallierung mit zweifacher Menge an *n*-Buthyllithium in Diethylether bei Raumtemperatur war allerdings mit dem Problem der gleichzeitigen Bildung des disubstituierten Derivats behaftet. Darüber hinaus blieb ein großer Anteil an unsubstituierten Ferrocen im Produkt erhalten. *Golberg*<sup>[7]</sup> gelang 1963 Synthese von

---

<sup>a</sup> Dezember 1951 von Paulson und Kealy, im Februar 1952 von Miller, Tebboth und Tremaine. Für die Strukturaufklärung bekamen 1973 Fischer und Wilkinson den Nobelpreis der Chemie<sup>[1]</sup>.

## 1. Einleitung

Monolithioferrocen<sup>b</sup> in Abwesenheit von der dilithiierten Spezies. Er erzielte jedoch nur eine geringe Ausbeute an der monolithiierten Verbindung von 26 %.

Forscher erkannten die Ineffizienz der direkten Metallierung und waren in den Folgejahren auf die Umwege über andere monosubstituierte Ferrocenreagenzien angewiesen:

- Transmetallierungsreaktion zwischen Chlorquecksilber(II)-ferrocen und *n*-Butyllithium in Diethylether<sup>[8]</sup>:

Das reine Monolithioferrocen wird mit 65 %-iger Ausbeute erhalten (Abbildung 1.1a), allerdings ist die Toxizität des Quecksilberacetats, das zur Herstellung von Chlorquecksilber(II)-ferrocen verwendet wird, zu bedenken.

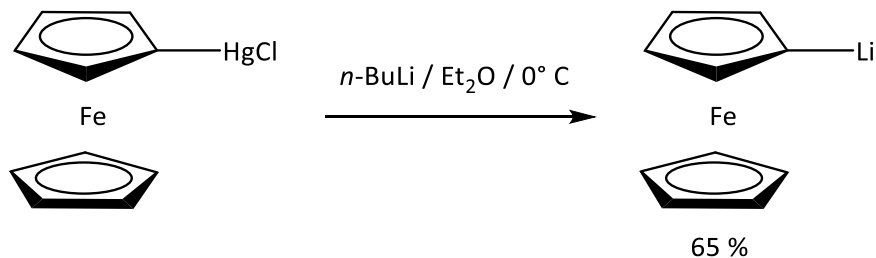


Abbildung 1.1a: Darstellung von Monolithioferrocen ausgehend von *Fc-HgCl*.

- Metall-Halogen-Austausch zwischen Brom- oder Iodferrocen und stöchiometrischen Mengen an *n*-Butyllithium (Abbildung 1.1b):

Hierbei wurde das entsprechende Halogenderivat des Ferrocens bei  $-70^\circ\text{C}$  in Diethylether mit *n*-BuLi umgesetzt<sup>[9]</sup>. Die Ausbeuten betragen 85 %. Obwohl auch bei dieser Syntheseroute kein Dilithioferrocen entstanden ist, stellte sich heraus, dass die Abtrennung vom unsubstituierten Ferrocen und weiteren Nebenprodukten sehr zeitaufwendig ist<sup>[10]</sup>.

---

<sup>b</sup> Hergestellt nach Nesmejanova, aber mit äquimolarer Menge an *n*-BuLi.



## 1. Einleitung

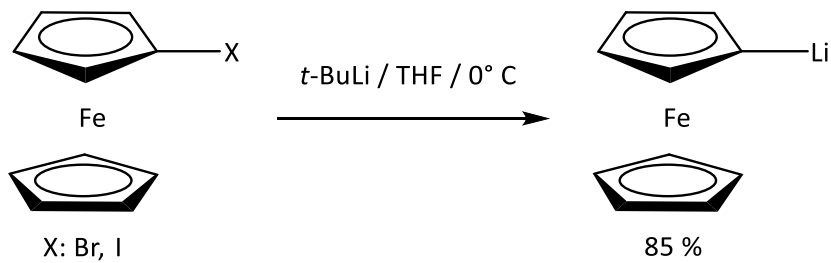


Abbildung 1.1b: Darstellung von Monolithioferrocen ausgehend von halogenierten Ferrocenen.

Beim Einsetzen des Chloroferrocens als Ausgangsmaterial wurden zusätzlich zu den herkömmlichen Nebenprodukten noch *n*-Butylferrocen und Biferrocenyl erhalten<sup>[11]</sup>.

Die Gruppe *Kagan*<sup>[12]</sup> präsentierte 1990 eine verbesserte Methode zur Direktmetallierung: Die Umsetzung von Ferrocen mit *t*-Butyllithium im leichten Überschuss erfolgte in THF bei 0 °C und brachte eine 70 %-ige Ausbeute an der gewünschten Verbindung. Es erfolgte aber keine Isolierung des Produkts. Den ersten Vorschlag zur Isolierung machte *Schottenberger*,<sup>[13]</sup> indem er das nach *Kagan* hergestellte Monolithioferrocen mit *n*-Hexan zunächst gefällt und anschließend durch das wiederholte Waschen mit *n*-Hexan von Verunreinigungen befreit und mit 40 %-iger Ausbeute erhalten, aber nicht charakterisiert hatte. Die Effizienz dieser Methode konnte durch *Müller-Westernhof*<sup>[14]</sup> gesteigert werden: Alle Faktoren, die den Reaktionsverlauf beeinflussen könnten, wurden unter die Lupe genommen und bis zur Optimierung variiert.

Dazu gehörten:

- Wahl des Lithierungs- und Lösungsmittels,
- Verhältnis der eingesetzten Edukte,
- Reaktionstemperatur und Reaktionsdauer,
- Geschwindigkeit der Zugabe des Lithierungsreagenzes.

Es hat sich herausgestellt, dass *n*-BuLi nur nach Aktivierung durch TMEDA das gewünschte Produkt liefert. Gleichzeitig fördert TMEDA jedoch die Entstehung des Dilithioferrocens. Dementsprechend wurde *t*-BuLi als besser geeignetes Lithierungsmittel eingestuft. Bei niedrigeren Temperaturen (−74 °C) verlängerte sich die Reaktionszeit zur vollständigen Lithierung, aber die Höchsttemperatur sollte −20 °C betragen, da oberhalb dieser das als Lösungsmittel am besten geeignete THF von *t*-BuLi angegriffen wurde. Langsame Zugabe von

## 1. Einleitung

letzterem begünstigte die Bildung der monolithiierten Spezies. Die höchsten Ausbeuten wurden erzielt als die Autoren das Ferrocen mit doppeltem Überschuss an *t*-BuLi umsetzten. Darüber hinaus wurde postuliert, dass die Selektivität der Monolithiierung durch Zugabe von substöchiometrischen Mengen an  $K^t\text{OBu}$  zur Aktivierung von *t*-Butyllithium, dessen oligomeren Einheiten dabei zu Monomeren abgebaut werden, gesteigert wird. *Müller-Westernhof et al.* isolierten das Monolithioferrocen allerdings nicht, sondern unterwarfen es unmittelbar weiteren Reaktionen. *Bildstein*<sup>[15]</sup> isolierte 1999 das Monolithioferrocen, hat dieses aber wegen seiner außerordentlichen Luft- und Feuchtigkeitsempfindlichkeit nicht analytisch oder spektroskopisch charakterisieren können.

Die Arbeitsgruppe von *Heinze*<sup>[16]</sup> stellte im Jahr 2015 Monolithioferrocen in einer zweistufigen Synthese über Iodferrocen als Zwischenstufe, basierend auf die Synthesevorschriften von *Müller-Westernhof*, *Rosenberg*<sup>[17]</sup> und *Bildstein*, her. Anschließend kristallisierte die Verbindung in Tetrahydrofuran bei Raumtemperatur mit drei unabhängigen Einheiten der Zusammensetzung  $[\text{Fe}(\eta^5\text{-C}_5\text{H}_4)(\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5)]_2\text{Li}_2(\text{THF})_4$  in der Einheitszelle aus. In der Abbildung 1.1c ist eine dieser Einheiten dargestellt. Als Grundbaustein lässt sich das bekannte viergliedrige, fast planare Strukturmotiv  $\text{Li}_2\text{C}_2$  definieren. Jedes Li-Kation ist annähernd tetraedrisch von zwei *ipso*-C-Atomen und zwei THF-Molekülen koordiniert.

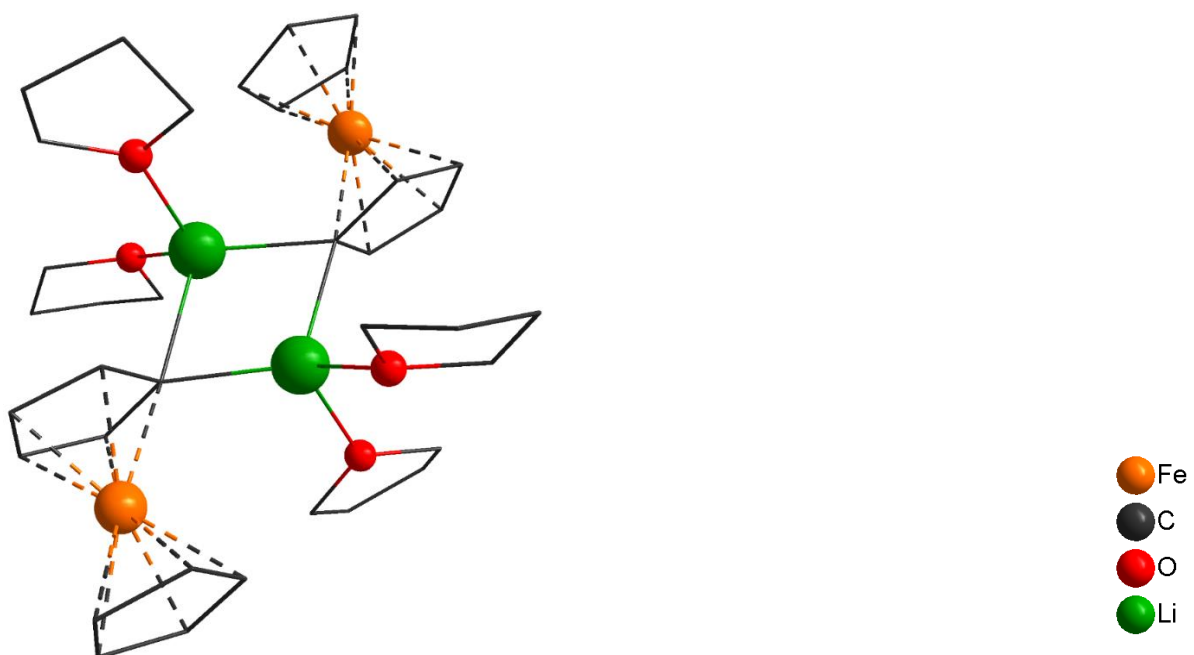


Abbildung 1.1c: Kristallstruktur<sup>[16]</sup> von Monolithioferrocen in THF.

Diese durch Monofunktionalisierung des Ferrocens erhaltene Verbindung lässt sich einfach mittels Angriff elektrophiler Reagenzien derivatisieren (vgl. Kapitel 1.1.2).

### 1.1.2 Ferrocenylsubstituierte Silane und Silanide

Die ersten substituierten Polysilane sind seit den Arbeiten von Kipping in den frühen 1920er Jahren bekannt. Da die Möglichkeiten zur Charakterisierung solcher unlöslichen Substanzen zu dieser Zeit sehr beschränkt waren, entwickelte sich das wissenschaftliche Interesse an diesen Verbindungen erst Jahrzehnte später. Im Jahr 1964 berichtete die Arbeitsgruppe von Gilman, dass permethylierte Organosilane im Gegensatz zu den entsprechenden Kohlenstoffanaloga stärker im UV-Bereich absorbieren und ihre elektronischen Spektren ungewöhnliche Substituenteneffekte zeigen<sup>[18]</sup>. Es wurde erkannt, dass Polysilane durch  $\sigma$ - oder  $\sigma$ - $\pi$ -Konjugation entlang des Grundgerüsts gekennzeichnet sind. In weiteren Experimenten nahmen viele Forscher die nicht linearen optischen Eigenschaften der Oligo- und Polysilane unter die Lupe und untersuchten die faszinierenden Eigenschaften wie Leitfähigkeit, photoelektrischen Effekt und Thermochromie. Die Tatsache, dass ferrocenylhaltige Verbindungen ebenfalls elektronische Leitfähigkeit aufweisen, machte die Einführung der Ferrocenyleinheit in die Organosilylketten interessant<sup>[19]</sup>. *Kumada*<sup>[20]</sup> präsentierte im Jahr 1965 die ersten oligosilylsubstituierten Ferrocene: Pentamethyldisilanyl- und 1,1'-bis(pentamethyldisilanyl)ferrocen (Abbildung 1.1d). Pannell<sup>[21]</sup> hat 1993 über signifikante Wechselwirkungen zwischen den Oligosilyl- und den Ferrocenyleinheiten berichtet.

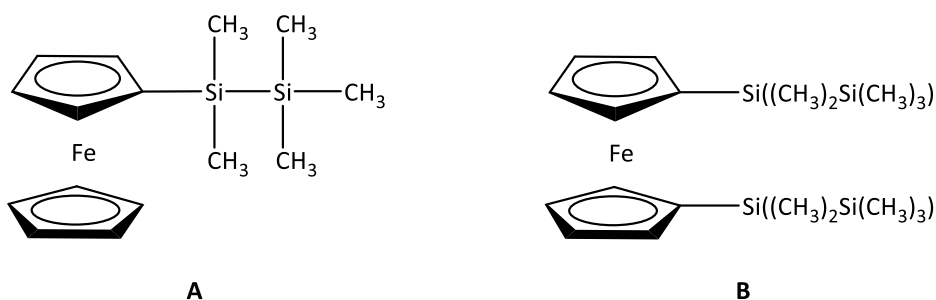


Abbildung 1.1d: Polysilylsubstituierten Ferrocene: **A**: Pentamethyldisilanyl- und **B**: 1,1'-bis(pentamethyldisilanyl)ferrocen.

## 1. Einleitung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden mono- und bis-hypersilylsubstituierten Ferrocene als Präkursoren für die Synthesen niedervalente Zinn- und Blei- Verbindungen eingesetzt. Im Folgenden wird als erstes die Hypersilylgruppierung näher betrachtet.

Der voluminöse Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituent, im Folgendem auch Hypersilyl- oder abgekürzt Hyp- genannt<sup>[22]</sup>, ist seit der Entdeckung von *Gilman*<sup>[23]</sup> bekannt und wird seitdem in der metallorganischen Synthese breit genutzt. Der Hypersilylrest und von ihm abgeleitete Derivate zeichnen sich durch besondere sterische und elektronische Eigenschaften aus und legen so deren Verwendung als Liganden zur kinetischen Stabilisierung reaktiver Intermediate oder Metallzentren in unüblichen Oxidationsstufen<sup>[24][25]</sup> nahe.

Zur elektrophilen Einführung der Hypersilylgruppe werden entsprechende Halogensilane benötigt. Die gezielte Darstellung sowie die ausführliche schwingungsspektroskopische Charakterisierung aller Hypersilylhalogenide wurde von *Bürger*<sup>[26]</sup> präsentiert. Außer bei der Herstellung von Fluoriden erfolgt die Umsetzung (Abbildung 1.1e) unter Wasserstoff-Halogen-Austausch ausgehend von leicht zugänglichem Hypersilan<sup>[27]</sup> mit halogenierten Kohlenwasserstoffen der Zusammensetzung  $\text{HCX}_3$  ( $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ ). Die farblosen Substanzen lassen sich durch anschließende Sublimation in reiner Form synthetisieren.

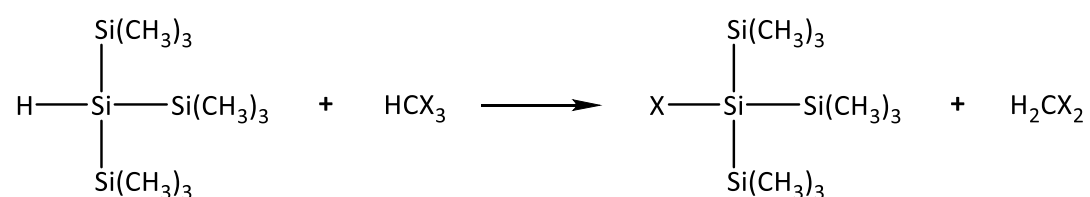


Abbildung 1.1e: Reaktionsgleichung zur Synthese von Hypersilylhalogeniden nach Bürger.

Eine Strukturaufklärung über Kristallografie gelang bislang lediglich vom Chlorderivat und wurde 2009 von Schulz veröffentlicht<sup>[28]</sup> (Abbildung 1.1f).

Angesichts der genannten Vorzüge der Hypersilylgruppe, wird das große Interesse der Forscher an einer Modifizierung und der daraus folgenden Veränderung elektronischer und sterischer Eigenschaften verständlich. Vorteile der Einführung einer Ferrocenyleinheit wurden bereits oben beschrieben. Eine weiterführende Umgestaltung der mono- und bis-

## 1. Einleitung

hypersilylsubstituierten Ferrocene lässt sich schließlich über die hieraus darstellbaren Alkalimetallsilanide realisieren.

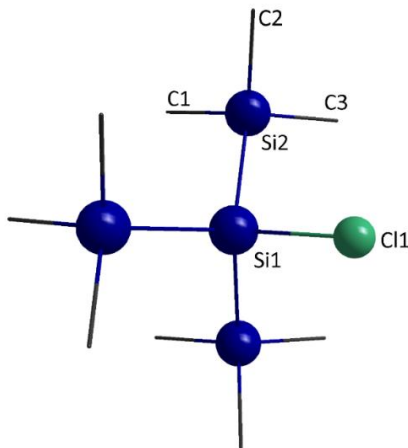
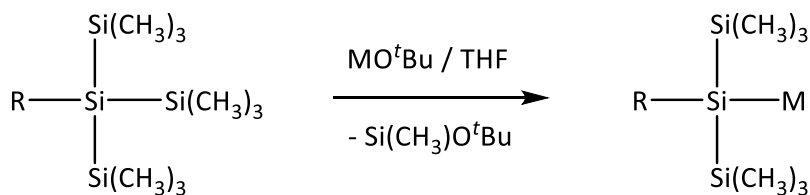


Abbildung 1.1f: Kristallstruktur<sup>[28]</sup> von Tris(trimethylsilyl)silyl-chlorid.

Die Synthese der Kalium- und Cäsium-Derivate gelingt meist durch eine Umsetzung des entsprechenden Silans mit Kalium- bzw. Cäsium-*tert*-butanolat bei Raumtemperatur in THF als Lösungsmittel (Abbildung 1.1g).



R = Alkyl, Silyl, Phenyl, Ferrocenyl

M = K, Cs

Abbildung 1.1g: Selektive Abspaltung der Trimethylsilylgruppe.

Die Wahl des Transmetallierungsreagenzes spielt dabei eine entscheidende Rolle in Bezug auf die Regioselektivität. Die Arbeiten von Marschner<sup>[29]</sup> machten deutlich, dass im Gegensatz zur Verwendung von Alkylolithium, beim Einsatz von einem der oben genannten *tert*-Butoxiden selektiv eine Trimethylsilylgruppe abgespalten wird, unabhängig von der Beschaffenheit der am zentralen Siliziumatom noch vorhandenen Substituenten.

## 1. Einleitung

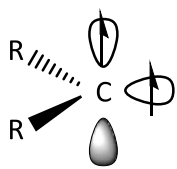
Ausgehend von Hypersilaniden lassen sich Hypersilylderivate anderer Hauptgruppenelemente bspw. der schweren Homologen der vierten Hauptgruppe Zinn und Blei synthetisieren. Deren Synthese gelingt in aliphatischen Kohlenwasserstoffen über das Bis[bis(trimethylsilyl)amid] des entsprechenden Tetrele  $E[N(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]_2$ . Die zweiwertigen Halogenide der Tetrele sind zur Einführung der schweren Tetrelatome wenig geeignet, da diese in den unpolaren Lösungsmitteln unlöslich sind und somit keine homogene Reaktionsführung gewährleistet werden kann. Zudem bringt der Einsatz der Halogenide bekannterweise<sup>[30]</sup> unerwünschte Redox- und andere Folgereaktionen (z.B.  $\pi$ -Komplexbildung) mit sich. Ein zusätzlicher Vorteil der Verwendung solcher Amide ist deren Stabilität in Bezug auf  $\beta$ -Eliminierung, da es für diese Zersetzungsart kein  $\beta$ -Wasserstoffatom zur Verfügung steht<sup>[31]</sup>. Im folgenden Kapitel 1.2 wird auf die Verbindungsklasse der Tetrylene (u. a. auf Stannylene und Plumbylene), zu der auch die obengenannten Amide gehören, eingegangen.

## 1.2 Tetrylene

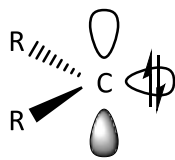
Carbene sind in viele Reaktionen in der organischen und metallorganischen Chemie involviert. In letzten Jahrzehnten wurde erkannt, dass Carbene nicht nur als sehr reaktive Intermediate auftreten, sondern dass auch thermisch beständige Spezies des zweiwertigen Kohlenstoffs synthetisiert werden können<sup>[32]</sup>. Diese Entdeckung führte zur vielseitigen Nutzung von Carbenen in der Komplexchemie und hauptsächlich in der Katalyse<sup>[37]</sup>. Darauf basierend wurde das Interesse der Forscher an analogen zweiwertigen Verbindungen der schweren Elemente der vierten Hauptgruppe  $\text{ER}_2$  ( $\text{E} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}, \text{Pb}$ ;  $\text{R} =$  bspw. Silyl-, Amid-, Organylrest) geweckt. Dabei sind sowohl homoleptische Spezies mit zwei gleichen Substituenten als auch heteroleptische mit zwei unterschiedlichen Resten bekannt. Diese Carbenhomologe enthalten zweifach substituierte Tetrelatome mit einem freien Elektronenpaar und weisen formale die Oxidationszahl +II auf. Die schweren Homologen (Silylene, Germylene, Stannylene und Plumbylene) unterscheiden sich allerdings angesichts ihres Grundzustandes von den Carbenen, woraus sich andere Eigenschaften und abweichendes Reaktionsverhalten ergeben, sie liegen nicht wie viele Carbene im Triplett-Grundzustand, sondern im Singulett-Grundzustand mit einem leeren p-Orbital und einem

## 1. Einleitung

doppelt besetzten s-Orbital vor, da diese Valenzorbitale bei den schweren Elementen stärker energetisch und räumlich separiert sind und verschiedene radiale Ausdehnung besitzen (Abbildung 1.2a). Folglich ist die s-p-Hybridisierungstendenz nur schwach ausgeprägt. Aus diesen elektronischen Gegebenheiten ergibt sich eine Lewis-amphotere Verhaltensweise: das energetisch niedrig liegende HOMO mit hohem s-Charakter und einem freien Elektronenpaar entfaltet Lewis-basische Eigenschaften und das energetisch hoch liegende unbesetzte p-ähnliche LUMO erlaubt es diesen Verbindungen als Lewis-Säure zu fungieren<sup>[33]</sup>.



Triplett- oder Singulett-Grundzustand  
der Carbene



Singulett-Grundzustand  
der schweren Tetrylene

Abbildung 1.2a: Unterschiede hinsichtlich des elektronischen Grundzustandes zwischen Carbenen und schweren Tetrylenen.

Allen schweren Tetrylenen gemeinsam sind, durch den nahezu reinen p-Charakter der an den Bindungen zum Substituenten beteiligten Valenzorbitale, vergleichsweise kleine R-E-R-Bindungswinkel, die deutlich unter dem idealen Tetraederwinkel von  $109,5^\circ$  liegen, z.B.  $97^\circ$  in  $\text{Sn}[\text{CH}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ <sup>[34]</sup>;  $98,3^\circ$  in  $\text{Sn}(2,4,6\text{-}(\text{CF}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2)_2$ <sup>[38]</sup>;  $94,5^\circ$  in  $\text{Pb}(2,4,6\text{-}(\text{CF}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2)_2$ <sup>[39]</sup> und  $97,4^\circ$  in  $\text{Pb}(2,4,6\text{-Me}_3\text{C}_6\text{H}_2)_2$ <sup>[34]</sup>. Darüberhinaus verfügen diese Spezies über die längeren R-E-Bindungsabstände verglichen mit den Verbindungen mit vierfach substituierten Tetrelatomen, was die Folge des weniger gerichteten Valenzorbitals im Vergleich zum  $\text{sp}^n$ -Hybridorbital ist<sup>[34]</sup>.

Bedingt durch ihre hohe Reaktivität ist es nicht einfach, Tetrylene unter Normalbedingungen zu isolieren. In Abwesenheit von Fremdstoffen wird aufgrund des Lewis-amphoteren Charakters häufig die Bildung von Oligomeren beobachtet. Eine Dimerisierung führt so bspw. zu „formalen“ Alkenhomologen Ditetrenen. Die Doppelbindung in den aus zwei Lewis-amphoterer Tetrylenen gebildeten Ditetrenen kann meist besser als eine doppelte Donor-

## 1. Einleitung

Akzeptor-Bindung<sup>c</sup> beschrieben werden. Die Entstehung der klassischen planaren Doppelbindung – analog der Dimerisierung von zwei Triplett-Carbenen unter Ausbildung einer  $\sigma$ - und einer  $\pi$ -Bindung ist aber aufgrund der erschwerten Anregung in den Triplett-Zustand, bedingt durch die hohe Singulett-Triplett-Promotionsenergie – meist nicht möglich. Nur durch die „Neigung“ der beiden Tetrylene zueinander wird die Überlappung des freien Elektronenpaares des einen mit dem leeren p-Orbital des anderen ermöglicht, wodurch die Reste zwangsläufig eine *trans*-Abwinkelung<sup>[30]</sup> erfahren und eine nicht-planare sogenannte *trans*-bent-Struktur (trans-bipyramidale Geometrie) entsteht<sup>[37]</sup>. (Abbildung 1.2b).

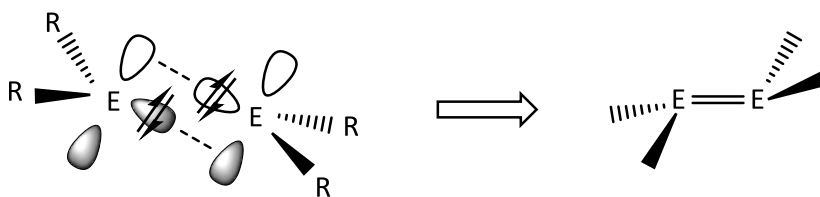


Abbildung 1.2b: Doppelte Donor-Akzeptor-Bindung zwischen zwei Tetrylenen.

Wird die relative Stabilität der monomeren Spezies  $ER_2$  mit der des entsprechenden Dimers verglichen, so kann festgestellt werden, dass diese in der homologen Reihe mit zunehmender Ordnungszahl der Elemente ansteigt. Dieser Sachverhalt korreliert mit dem Wissen über den Inertpaar-Effekt: Aufgrund der relativistischen Effekte (gemäß *Einsteins* spezieller Relativitätstheorie) erfahren Valenz-s-Elektronen schwerer Elemente einen Massenanstieg, der in der Orbitalkontraktion resultiert. Daraus folgen höhere Ionisierungsenergien für die 6s-Elektronen (im Fall von Blei) und dementsprechend eine höhere Stabilität der elektronisch ungesättigten Bindungssituation<sup>[2][37]</sup>. So wird erwartungsgemäß das Bis(hypersilyl)blei  $PbHyp_2$  in monomerer Form erhalten. Im Gegensatz dazu liegt das leichtere Homolog Bis(hypersilyl)zinn  $SnHyp_2$  nur in der Gasphase monomer vor. In Lösung besteht ein Monomer-Dimer-Gleichgewicht und im Festkörper ist ausschließlich eine dimere Struktur vorhanden. Darüber hinaus wäre anzunehmen, dass Plumbylene als stabile Spezies isoliert werden könnten. Dennoch ist auch deren Reaktivität gegenüber anderer Moleküle wie beispielsweise Wasser und Sauerstoff sehr hoch, so dass die Lagerung und Handhabung unter Schutzgasatmosphäre erfolgen muss. Plumbylene sind

<sup>c</sup> doppelt dative Bindung, erstmals 1976 von Lappert<sup>[35]</sup> anhand des untersuchten Stannylens  $Sn[CH(SiMe_3)_2]_2$  sowie des vergleichbaren Germylens und Plumbylens postuliert.



## 1. Einleitung

zudem lichtempfindlich sowie thermisch instabil und gehen leicht Disproportionierungsreaktionen ein, die zu elementarem Blei und tetravalenten Organobleiverbindungen führen<sup>[36]</sup>.

Um Tetrylene zu isolieren, ist folglich eine thermodynamische und/oder kinetische Stabilisierung erforderlich. Eine intramolekulare Stabilisierung kann beispielsweise durch die Lewis-saure/Lewis-basische Wechselwirkung zwischen freien Elektronenpaaren des Substituenten, wie etwa die Amino-Gruppe in  $[2,6-(\text{Me}_2\text{N})_2\text{C}_6\text{H}_3]_2\text{Sn}$ <sup>[34]</sup> und dem leeren p-Orbital des Tetrylens erreicht werden. Kinetische Stabilisierung lässt sich mittels Einführung sterisch anspruchsvoller Substituenten, wie der Hypersilylreste sowie der im Kapitel 1.1.2 beschriebenen und in der vorliegenden Arbeit näher untersuchten ferrocenyl-substituierten Silylreste, realisieren, sodass isolierbare Verbindungen erhältlich sind. Solche voluminösen Substituenten führen zu einer Aufweitung der R-E-R-Bindungswinkel (ca.  $114^\circ$  beträgt der Si-Pb-Si-Winkel im  $\text{PbHyp}_2$  und  $120,5^\circ$  im  $\text{SnHyp}_2$ )<sup>[30]</sup> und/oder einer Verkürzung der R-E-Bindungslängen.

Tetrylene sind wichtige Ausgangsverbindungen zur Synthese von weiteren elementorganischen Derivaten der Tetrele: von Tetraniden (Kapitel 1.3) und Tetranen (Kapitel 1.4) Im Folgenden beschränkt sich die Betrachtung auf die entsprechenden Verbindungen des Zinns und Bleis, da diese Vertreter einen der Schwerpunkte der vorliegenden Arbeit darstellen.

### 1.3 Tetranide

Stannanide und Plumbanide enthalten dreifach substituierte einfach negativ geladene Tetrelatome mit einem freien Elektronenpaar und weisen die formale Oxidationszahl +II auf. Als Gegenion tritt gewöhnlich ein Alkalimetallkation auf, dass meist von Lösungsmittelmolekülen koordiniert vorliegt  $[\text{ML}_n][\text{ER}_3]$  (M = Metallkation,  $L_n$  = Solvensmoleküle (n = Anzahl)). Das  $\text{ER}_3^-$ -Anion ist pyramidal gebaut. Die salzartigen Verbindungen liegen im Festkörper in Abhängigkeit von vorhandenem Kation, Substituenten R und vor allem von der Solvatationskraft des Lösungsmittels entweder als Kontaktionenpaar

## 1. Einleitung

oder als dissoziierte Ionen vor. So lässt sich der Abstand zwischen den Ionen vergrößern, in dem stark koordinierende Solvensmoleküle, wie bspw. Kronenether eingesetzt werden.

In literaturbekannten Tetraniden werden vergleichsweise kleine Winkel zwischen den Substituenten, bedingt durch den erhöhten Raumbedarf des freien Elektronenpaares am Tetrel gegenüber bindenden Elektronenpaaren, gefunden, die nahe 90° liegen. Beispiele hierfür sind 96,1° (Mittelwert) in  $[\text{Ph}_3\text{SnLi}(\text{PMDETA})]$  mit  $\text{PMDETA} = (\text{Me}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NMe}^{[41]}$  und 94,3° (Mittelwert) im entsprechenden Bleiderivat<sup>[42]</sup>. Die verringerten Winkel erfahren eine Aufweitung bis auf ca. 110°, falls Substituenten mit hohem Raumbedarf wie Hyp-Gruppen z.B. in homoleptischen Tetraniden  $[\text{Na}(\text{Toluol})][\text{SnHyp}_3]^{[30]}$  und  $[\text{K}(\text{OEt}_2)_2][\text{PbHyp}_3]^{[40]}$  eingeführt werden. Die Ursache dafür ist in erster Linie die sterische Abstoßung der voluminösen Reste.

Die erste Synthese und strukturelle Charakterisierung derartiger Verbindungen (Stannanid  $[\text{Li}(\text{Dioxan})_4][\text{Sn}(\alpha\text{-Furyl})_3\text{Li}(\alpha\text{-Furyl})_3\text{Sn}]$ ) gelang *Veith et al.* im Jahr 1988<sup>[43]</sup>. Über das erste Plumbanid  $[\text{Ph}_3\text{SnLi}(\text{PMDETA})]$  berichteten *Wright et al.* im Jahr 1992<sup>[42]</sup>. Über hypersilylsubstituierte homo- und heteroleptische Tetranide haben *Klinkhammer*<sup>[33]</sup>, *Franzen*<sup>[44]</sup> und *Förster*<sup>[45]</sup> berichtet. Die heteroleptisch aufgebauten Alkalimetall-Amidostannanide und -plumbanide, in denen zwei ferrocenysubstituierte Silylgruppen und eine  $\text{NH}_2$ -Gruppe als Reste vorliegen, wurden in dieser Studie synthetisiert und spektroskopisch sowie teilweise röntgenographisch untersucht. Parallel dazu wurde in der gleichen Arbeitsgruppe von *Klinkhammer* eine Serie von hypersilylsubstituierten Amidotetraniden von *Peters*<sup>[46]</sup> und *Damm*<sup>[47]</sup> beschrieben.

## 1.4 Tetrane

Die Erhöhung der Anzahl der Substituenten führt zu einer formalen Oxidation der Tetranide zu Tetranen, in denen das Zentralatom vierfach koordiniert mit einer formalen Oxidationszahl +IV vorliegt ( $\text{ER}_4$ ). In der Literatur existieren zahlreiche symmetrische Vertreter dieser Verbindungsklasse mit vier identischen Substituenten wie Wasserstoff-, Alkyl-, Aryl-, Halogenid- und Organylresten sowie auch gemischtsubstituierte

## 1. Einleitung

unsymmetrische Tetrane. Symmetrisch substituierte Spezies weisen erwartungsgemäß R-E-R-Winkel, die nah am idealen Tetraederwinkel liegen, auf<sup>[48]</sup>. Der Aufbau der unsymmetrischen Vertreter ist stark vom sterischen Anspruch der Substituenten abhängig und weicht zuweilen deutlich vom tetraedrischen Bau ab. Dies kann am Beispiel vom Stannan  $\text{SnHyp}_2\text{Cl}_2$  verdeutlicht werden, bei dem ein stark aufgeweiteter Si-Sn-Si-Bindungswinkel von  $142,5^\circ$  und ein gestauchter Cl-Sn-Cl-Winkel von  $99,1^\circ$  gefunden werden<sup>[49]</sup>. Weitere Repräsentanten der Organozinn- und bleihalogenide mit zwei sperrigen Hypersilylresten der Form  $\text{EHyp}_2\text{R}'\text{X}$  (E = Sn, Pb; X = Cl, Br, I; R' = Alkyl<sup>[50][51]</sup>, Phenyl<sup>[50][51]</sup>, Ferrocenyl<sup>[10]</sup>) wurden in Anlehnung an die Ergebnisse von *Slide et al.*<sup>[52]</sup> und *West et al.*<sup>[53]</sup> in der Arbeitsgruppe Klinkhammer weitgehend untersucht. Darüber hinaus wurden gemischte Bis(hypersilyl)tetrane, die Hydrid ( $\text{ClSn(H)Hyp}_2$ ), Amido- und/oder Ethoxygruppe ( $\text{MeSnHyp}_2\text{NH}_2$ ;  $\text{(EtO)Sn(H)Hyp}_2$ ) als Reste tragen, von *Damm*<sup>[47]</sup> hergestellt, sowie das in dieser Arbeit erhaltene Chlorostannan (s. Kapitel 2.7.1) mit einem Hydrid und zwei ferrocenylsubstituierten Silylresten.

Zinnorganyle finden ihre Anwendung in vielen technischen Bereichen z.B. als PVC-Stabilisatoren, Biozide und werden sogar für spezielle Zwecke in der Medizin (Antitumorforschung)<sup>[2]</sup> eingesetzt. Der Gebrauch von Bleiorganylen ist hingegen aufgrund der hohen Toxizität stark eingeschränkt<sup>[48]</sup>.

## 1.5 Mößbauerspektroskopie<sup>[54][55][56][57]</sup>

Die rückstoßfreie Resonanzabsorption von Gammastrahlung durch geeignete Atomkerne wurde von Rudolf Ludwig Mößbauer 1957 experimentell nachgewiesen und theoretisch aufgeklärt. Die Anwendungsmöglichkeiten des Mößbauereffekts in der Festkörperchemie sind breit gefächert: Es können die Bindungsverhältnisse aufgeklärt werden, Molekülsymmetrie und magnetische Eigenschaften untersucht werden. Ungefähr ein Drittel der Elemente des Periodensystems besitzen die geeigneten kernphysikalischen Eigenschaften und ermöglichen so die Durchführung des Mößbauerexperiments. Das Hauptgebiet der Untersuchungen konzentriert sich auf  $^{57}\text{Fe}$ ,  $^{119}\text{Sn}$  und  $^{122}\text{Sb}$ .

## 1. Einleitung

Aufgrund des Impulserhaltungsgesetzes erfährt ein Atomkern, das ein  $\gamma$ -Quant emittiert (Quelle), einen Rückstoß, der die Energie des Quants vermindert. Auch der absorbierende Kern (Absorber, beinhaltet Atomkerne des gleichen Nuklids wie die Quelle) ist von dem Erhaltungsgesetz betroffen. Die wichtigste Voraussetzung dafür, dass Emission und Absorption ohne Energieverlust erfolgen, ist die Unterdrückung des Rückstoßeffekts. Mößbauer stellte fest, dass eine rückstoßfreie Kernresonanzabsorption nur dann erfolgt, wenn ein Atomkern in ein Kristallgitter eingebaut ist. In diesem Fall wird der Rückstoßimpuls vom Kristallverband als Ganzes aufgenommen. Die Emissions- und Absorptionslinie überlappen vollständig und werden dann als unverschoben bezeichnet. Je stärker die Bindungen der Atome im Kristallgitter sind und je tiefer die Messtemperatur, desto wahrscheinlicher sind die rückstoßfreien Übergänge. Der erste Kern, an dem das Resonanzphänomen nachgewiesen werden konnte, war  $^{191}\text{Ir}$ .

Geeignete Nuklide für Mößbauer-Quellen werden im Allgemeinen über die Kernreaktionen produziert. Das Isotop  $^{57}\text{Co}$ , das als Quelle zur Messung eines  $^{57}\text{Fe}$ -Mößbauerspektrums verwendet wird, zerfällt beispielsweise durch K-Einfang. Die Halbwertszeit dieses Mutterisotops ist mit  $t_{1/2} = 270$  Tage genügend lang, um die Durchführung der Messungen ohne häufiges Wechseln der Quelle zu ermöglichen. Die zur Aufnahme des  $^{119}\text{Sn}$ -Spektrums benötigte Quelle entsteht in einem Reaktor bei Neutronenbestrahlung von  $^{118}\text{Sn}$ . Die Halbwertszeit ist mit  $t_{1/2} = 245$  Tage ausreichend lang.

Um den Mößbauereffekt experimentell nachzuweisen, wird hinter dem Absorber ein Detektor angebracht. Dieser registriert die Abschwächung der durchgehenden  $\gamma$ -Strahlung (Transmission). Wird die Quelle mit konstanter Geschwindigkeit  $v$  relativ zum Absorber auf- und abbewegt, variiert die Energie der emittierten  $\gamma$ -Quanten infolge des Dopplereffekts je nach Bewegungsrichtung. Der Überlappingsgrad der Emissions- und Absorptionslinie verringert sich. Durch die Auftragung der Transmission als Funktion der Relativgeschwindigkeit wird ein Mößbauer-Spektrum erhalten (Abbildung 1.5a). Da die Resonanzanregung bei  $v = 0$  maximal ist, besitzt die Resonanzlinie bei der unbewegten Quelle ein Minimum.

## 1. Einleitung

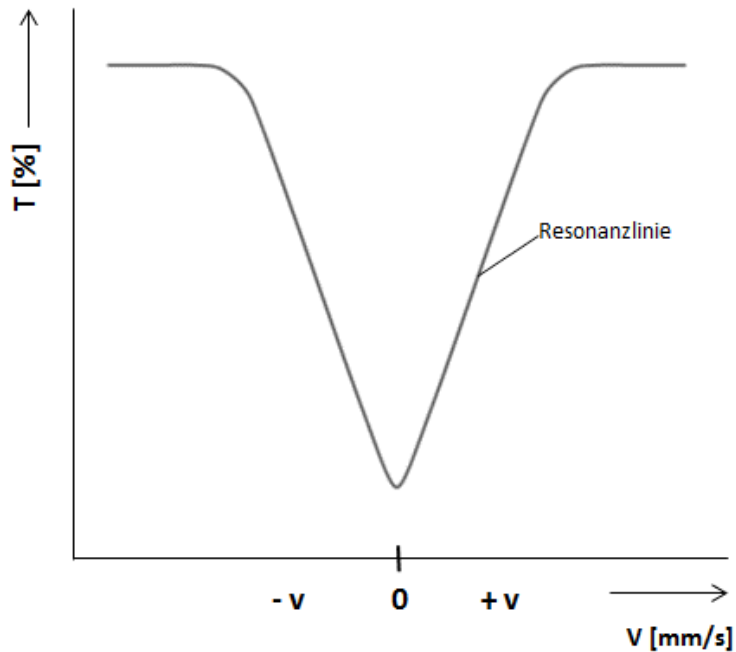


Abbildung 1.5a Mößbauerspektrum (ohne Berücksichtigung von Kernwechselwirkungen). Relative Transmission  $T$  ist definiert als Zählrate im Resonanzbereich dividiert durch Zählrate im Nicht-Resonanzbereich der Relativgeschwindigkeit  $v$ , anschließend multipliziert mit 100.

Werden die Wechselwirkungen zwischen den Atomkernen und elektrischen Feldern am Kernort berücksichtigt, verändert sich die Lage und die Anzahl der Resonanzlinien. Die wichtigsten Parameter, die diese Wechselwirkungen beschreiben, werden im Folgenden geschildert.

### Isomerieverschiebung $\delta$

Als elektrische Monopolwechselwirkung wird die Coulomb-Wechselwirkung zwischen den an der chemischen Bindung beteiligten s-Elektronen und dem positiv geladenen Atomkern bezeichnet. Die Kernradien (räumliche Ausdehnung) der Atomkerne im angeregten und im Grundzustand weichen voneinander ab, somit unterscheiden sich auch die elektrischen Monopolwechselwirkungen. Infolgedessen ist auch die Verschiebung der Energieniveaus im Grundzustand und im angeregten Zustand different (Abbildung 1.5b).

Die Elektronendichte am Kernort hängt von der chemischen Umgebung des Atoms ab. Da Quelle und Absorber verschiedene Substanzen sind, ergeben sich unterschiedliche Energiedichten am Kernort, folglich sind die Energiedifferenzen  $\Delta E(Q)$  und  $\Delta E(A)$

## 1. Einleitung

verschieden. Die resultierende Energiedifferenz  $\delta = \Delta E(A) - \Delta E(Q) = E_A - E_Q$  kann im Mößbauerexperiment als Isomerieverschiebung (auch chemische Verschiebung genannt) gemessen werden.

Isomerieverschiebung ist eine Relativgröße und wird immer gegenüber einer normierten Bezugssubstanz ( $\delta = 0,00 \text{ mm/s}$ ) angegeben. Sie impliziert eine Verschiebung des gesamten Mößbauerspektrums.

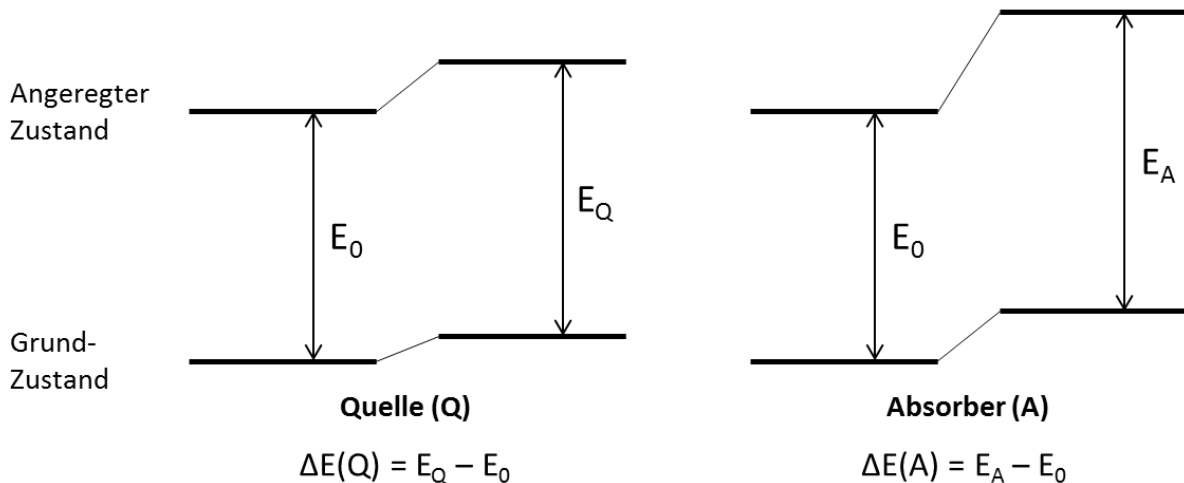


Abbildung 1.5b: Energiediagramm zur Veränderung der Übergangsenergie von Quelle und Absorber.

Die Isomerieverschiebung liefert wichtige Informationen zur Charakterisierung der untersuchten Verbindung. Es können Aussagen über den Oxidationszustand des Mößbauerkerns, die Bindungsverhältnisse in Komplexverbindungen und die Elektronegativität von Liganden getroffen werden.

### Elektrische Quadrupolaufspaltung $\Delta$

Wird die Homogenität des elektrischen Feldes am Kernort durch beispielsweise unterschiedliche Liganden, die am Zentralatom einer Komplexverbindung gebunden sind oder infolge der nichtkugelsymmetrischen Kernladungsdichte aufgehoben, kommt es zur Wechselwirkung zwischen dem elektrischen Feldgradienten und dem Quadrupolmoment eines Kerns (tritt bei Atomkernen mit einem Kernspin  $\geq \frac{1}{2}$  auf). Aufgrund der sogenannten elektrischen Quadrupolwechselwirkung spalten die Kernenergieniveaus mit halbzahligen Kernspin I in  $(I + \frac{1}{2})$  Zustände auf. Der Abstand zwischen den aufgespaltenen Energieniveaus

## 1. Einleitung

entspricht der elektrischen Quadrupolaufspaltung  $\Delta$  (Abbildung 1.5c). Beispielsweise ist in den  $^{57}\text{Fe}$ - bzw.  $^{119}\text{Sn}$ -Spektren ein Dublett zu erwarten.

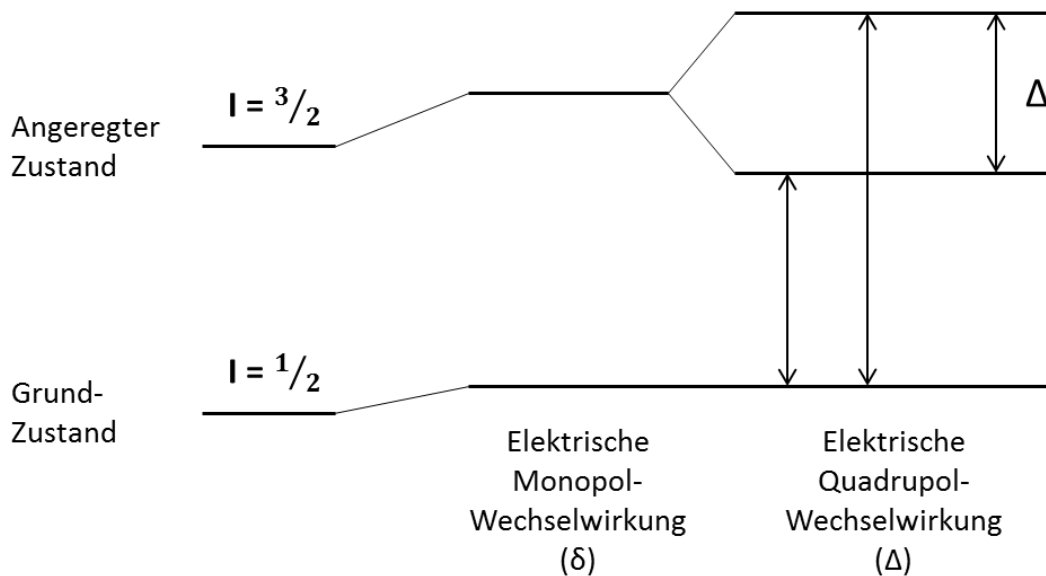


Abbildung 1.5c: Elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta$  am Beispiel von  $^{57}\text{Fe}$  bzw.  $^{119}\text{Sn}$ .

Gleichermaßen wie die Isomerieverschiebung schafft die Quadrupolaufspaltung die Informationen über die Wertigkeit und Bildungseigenschaften herbei. Außerdem können mit ihrer Hilfe Fragen der Molekülsymmetrie aufgeklärt werden.

### Mößbauereffekt an Ferrocenderivaten

Leisikar<sup>[58]</sup> hat 1964 in seinen Mößbauermessungen an Ferrocenderivaten einen allgemeinen Trend in Werten der Isomerieverschiebung und Quadrupolaufspaltung für die high-spin-Komplexe feststellen können. Es wurden nur eine geringe Abnahme (max. 10%) der  $\Delta$ -Werte und nahezu konstante  $\delta$ -Werte bei Ferrocenderivaten mit elektronegativen Substituenten beobachtet. Das unsubstituierte Ferrocen besitzt (gemessen bei 78 K) mit  $\delta = 0,66$  mm/s und  $\Delta = 2,38$  mm/s die größten Parameter im Vergleich zur substituierten Spezies. Elektrophile Substituenten entziehen die Elektronendichte am Eisenkern, so wird dort der elektrische Feldgradient reduziert. Daraus folgend ist die Quadrupolaufspaltung der disubstituierten Derivate geringer als die der entsprechenden monosubstituierten Verbindungen. Der wenig ausgeprägte Einfluss der Substituenten legt nahe, dass der Beitrag der  $\pi$ -Orbitale der

## 1. Einleitung

Cyclopentadienid-Liganden zum elektrischen Feldgradienten am Eisenkern, nicht von den Veränderungen in  $\sigma$ -Orbitalen der Bindung des jeweiligen Substituenten an den Cp-Ring beeinträchtigt ist. Im verbrückten Derivat 1,1'-Trimethylenferrocen wurde die größte Abnahme der  $\Delta$  ermittelt. Dies ist weniger der Verzerrung der Geometrie durch die Neigung der Ringe zueinander zuzuschreiben, sondern der dadurch erzeugten Verschiebung der Elektronendichte am Kern hin zur elektrophilen Acetylgruppe.

### *Mößbauereffekt an zinnhaltigen Verbindungen*

Alle zinnhaltigen Verbindungen werden relativ zu  $\text{SnO}_2$ , das in der Oxidationsstufe +IV mit der Elektronenkonfiguration  $5s^0$  vorliegt, vermessen. Besitzt ein  $^{119}\text{Sn}$ -Atomkern in der zu untersuchenden Substanz eine höhere Elektronendichte als  $\text{SnO}_2$ , ergibt sich ein höherer Wert für die Isomerieverschiebung. Die größten positiven  $\delta$ -Werte werden bei Verbindungen mit Zinn im Oxidationszustand +II beobachtet, da der Anteil an 5s-Valenzelektronen ( $5s^2$ ) verhältnismäßig am höchsten ist. Durch den Vergleich der Isomerieverschiebung der gemessenen unbekannteren Verbindungen mit den  $\delta$ -Werten der Substanzen mit bekanntem Oxidationszustand, lässt sich die Wertigkeit in neuen Verbindungen feststellen. Außerdem verändert sich die Isomerieverschiebung in Abhängigkeit von der Elektronegativität der Bindungspartner und dem daraus resultierenden Bindungscharakter (vorwiegend kovalent oder ionisch) der Zinn-Verbindung. Handelt es sich um eine Organylzinnverbindung mit kovalentem Bindungscharakter, wird angenommen, dass das Zinnatom  $sp^3$ -hybridisiert vorliegt. Folglich herrscht am Kernort eine höhere Elektronendichte als bei einer vierwertigen salzartig aufgebauten Zinnverbindung und somit werden größere Isomerieverschiebungen beobachtet. In der Tabelle 1.5a sind ungefähre Wertebereiche für die Isomerieverschiebung verschiedener zinnhaltiger Verbindungen angezeigt.



Tabelle 1.5a: Isomerieverschiebung  $\delta$  in zinnhaltigen Verbindungen (relativ zu  $\text{SnO}_2$ ).

Oxidationszustand	$\delta$ in mm/s	Beispiel
$\text{Sn}^{+4}$ – ionisch	$\approx 0,5$	$\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
$\text{Sn(IV)}$ – kovalent	$\approx 1,3$	$(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{Sn}$
$\text{Sn(0)}$	$\approx 2,1$	$\alpha$ -Zinn
$\text{Sn(II)}$ – kovalent	$\approx 3,5$	$\text{SnO}$
$\text{Sn}^{+2}$ – ionisch	$> 3,7$	$\text{SnCl}_2$

Allerdings darf der Einfluss der Valenzelektronen, die sich im 5p-Orbital befinden, nicht außer Acht gelassen werden. Diese schirmen die Ladung des Atomkerns etwas ab, sodass die Elektronendichte am Kern und somit die Isomerieverschiebung verringert wird.

Eine Quadrupolaufspaltung tritt immer dann auf, wenn sich am Zinnatom mindestens zwei verschiedenen Reste befinden (sogenannter Ligandenbeitrag). Allerdings werden auch in Verbindungen mit vier gleichen Liganden (z.B. Tetracyclohexylzinn), in denen die Bindungswinkel von dem idealen Tetraederwinkel abweichen, geringe Quadrupolaufspaltungen beobachtet, da in diesem Fall die Homogenität des elektrischen Feldes am Kernort nicht mehr gegeben ist. Einen weiteren Einfluss auf die Quadrupolaufspaltung übt die Elektronenkonfiguration des Mößbauer-Atoms aus (Valenzbeitrag). Bei den vierwertigen Zinn-Verbindungen bleibt der Valenzbeitrag aufgrund der fehlenden Elektronen in den Valenzschalen aus. Verhältnismäßig große  $\Delta$ -Werte werden bei den Verbindungen erwartet, in denen sowohl der Liganden- als auch der Valenzbeitrag eine Rolle spielen.

## 1.6 Gel-Permeations-Chromatographie (GPC)<sup>[59][60][61]</sup>

Aufgrund der ähnlichen chemischen Zusammensetzung besitzen verschiedene Moleküle oft vergleichbare Siedepunkte, Schmelzpunkte und Polaritäten bzw. Löslichkeitsverhalten. Die Trennung solcher Verbindungen erfolgt in diesem Fall auf Basis der Molekulargewichtsunterschiede. Gel-Permeations-Chromatographie, auch Größenausschlusschromatographie genannt, ist eine oft verwendete Trennmethode in der makromolekularen Chemie.

## 1. Einleitung

Als Säulenmaterial eignen sich neutrale poröse Gele, deren Porengröße je nach Trennproblem variiert werden kann. Die Wechselwirkungen mit den zu trennenden Substanzen sollten möglichst gering sein. Die Affinität der Gelphase zu den gelösten Stoffen kann durch die Wahl von geeigneten Elutionsmitteln reduziert werden. Für die schnelle Einstellung des Diffusionsgleichgewichts soll die Körnung des Gels möglichst klein und kugelförmig sein. Für die Separation von Substanzen mit eher niedrigem Molekulargewicht wird oft Polystyrol, das mit Divinylbenzol vernetzt ist, eingesetzt. Durch die Veränderung des Vernetzungsgrades wird die Porengröße angepasst und so der Fraktionierungsbereich – Bereich der Molekulargewichte, die getrennt werden können – bestimmt.

Bevor die Säule gepackt werden kann, wird das Gel in nicht polaren aromatischen Lösungsmitteln (bspw. Benzol, Toluol, Xylol, Tetrachlorkohlenstoff und deren Mischungen) über Nacht vollständig gequollen. So wird sichergestellt, dass die benötigte maximale Porengröße erreicht ist. Das für die Quellung ausgesuchte Lösungsmittel ist mit dem Fließmittel identisch und wird auch zum Lösen der Probe benutzt, um das Schrumpfen des Harzes während der Trennung zu vermeiden.

In der Säule wird das Stoffgemisch mit dem Elutionsmittel durch das Gelbett hindurchgewaschen und folglich aufgetrennt. Der Trennprozess beruht auf unterschiedlichen Diffusionsvolumina für unterschiedlich große Moleküle (hydrodynamisches Volumen). Die kleineren Moleküle sind in der Lage in die Poren des Gels einzudringen und halten sich dort eine Zeit lang auf, wodurch sich ihre Retentionszeit verlängert. Moleküle mit einem großen hydrodynamischen Volumen können nicht in die Poren eindiffundieren, halten sich dementsprechend nur in den Lücken auf und eluieren somit früher (Abbildung 1.6a).

# 1. Einleitung

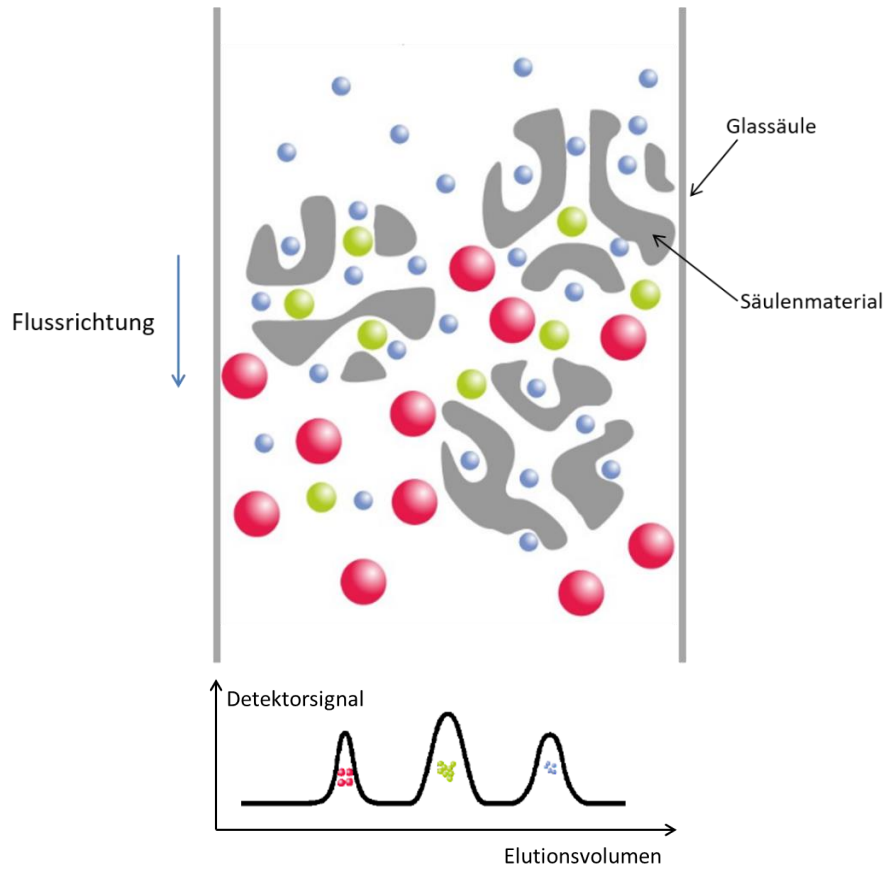


Abbildung 1.6a: Schematische Darstellung des Größenausschlusses in der GPC (oben) und Elugramm (unten)<sup>[60]</sup>.

## 2. Gang der Untersuchungen

### 2.1 Zielsetzung und Motivation

Grundlagenforschung<sup>[62]</sup> bildet eine Basis für die Erweiterung der Grenzen der menschlichen Erkenntnis. Aus der naturwissenschaftlichen Grundlagenforschung hervorgegangene Entdeckungen leisten einen Beitrag zur Entwicklung neuer Produkte, Wirtschaftszweige und Technologien. Der grundsätzliche Erkenntnisfortschritt liefert zwar keine konkreten sofort verwertbaren Ergebnisse, langfristig gesehen münden aber die gewonnenen Basisinnovationen in neuen Anwendungen. Daraus ergibt sich der Anreiz das Wissen über die vorher noch wenig erforschten Verbindungsklassen zu erweitern, um so den nützlichen Teil zur Forschung und Entwicklung beizusteuern.

Das Forschungsgegenstand der vorliegenden Doktorarbeit gehört zur Grundlagenforschung im Bereich der anorganischen Chemie, der sich mit den homoleptisch substituierten Stannylenen und Plumbylenen beschäftigt. Um die kinetische Stabilität dieser niedervalenten Verbindungsklasse zu gewährleisten, hat sich im Arbeitskreis *Klinkhammer* die Einführung des sterisch anspruchsvollen, elektronenliefernden Hypersilylsubstituenten etabliert (Kapitel 1.1.2). Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es ferrocenylmodifizierte Hypersilyl-substituenten zugänglich zu machen, um hieraus Stannylene und Plumbylene mit ferrocenylsubstituierten Silylliganden herzustellen und zu charakterisieren. Vorteile der Einführung einer Ferrocenyleinheit ergeben sich aus den ausgeprägten elektrochemischen Eigenschaften, die neuartige Verbindungen auf besondere Weise beeinflussen könnten.

Im Laufe der Untersuchungen hat sich das flüssige Ammoniak als günstiges Reaktionsmedium zur Synthese der gewünschten Verbindungen herauskristallisiert. Die erhaltenen Substanzen gehörten aber zur Verbindungsklasse der Tetranide, da es sich hierbei nicht um Tetrylene, sondern um Alkalimetallderivate ihres Ammoniak-Addukts handelte. Als neu entdecktes Ziel sollte nun die Herstellung und Charakterisierung der Alkalimetall-amidostannanide und -plumbanide ausgehend von mono- und bis-hypersilylsubstituierten Ferrocenen und deren anschließende Überführung in die zugrundeliegenden Stannylene und Plumbylene im Vordergrund stehen.

## 2.2 Vorstufen

### 2.2.1 Hypersilan und seine Halogen-Derivate

Das zur Synthese ferrocenylsubstituierter Silane benötigte Chlorhypersilan (Cl-Hyp; **II**) bzw. Bromhypersilan (Br-Hyp; **III**) wurden ausgehend von Hypersilan (H-Hyp; **I**) hergestellt (Abbildung 1.1e im Kapitel 1.1.2). Hypersilan (**I**) seinerseits ist ein gut isolierbares Nebenprodukt einer Synthese von Tetrakis(trimethylsilyl)silan, das eine wichtige Ausgangsverbindung in der Arbeitsgruppe *Klinkhammer* ist. Die Verbindung **I** wird nach der Vorschrift von *Bürger*<sup>[27]</sup> mit einer 30 %-iger Ausbeute erhalten, ist aber vorerst mit dem Lösungsmittel (THF) und kleinen Mengen des Hauptprodukts verunreinigt. Eine destillative Aufreinigung im dynamischen Vakuum ist stets unvollständig, da die Siedepunkte im Gemisch vorhandener Substanzen nah bei einander liegen. Es besteht aber die Möglichkeit einen Vakuumcontroller zwischen der Destillationsapparatur und der Vakuumpumpe einzubauen, um so einen konstanten Druck (hier: 2,3 mbar) einzustellen. Das aufgereinigte Produkt **I** wurde wiederum – nach einer vom *Wochele*<sup>[25]</sup> modifizierten Variante des Reaktionsvorschrifts von *Bürger* – mit einem Überschuss an Tetrachlormethan fünf Stunden unter Rückfluss erhitzt und nach anschließender Rührzeit von 19 h einer Kälte-destillation unterworfen, bei der das als Nebenprodukt gebildete Chloroform und das überschüssige Tetrachlormethan abgetrennt werden konnten. Nach anschließender Sublimation wurde **II** mit einer 89 %-iger Ausbeute erhalten. Die Verbindung **III** wurde in Anlehnung an die Reaktionsvorschrift von *Marschner*<sup>[63]</sup> (verbesserte Version von *Bürger*) dargestellt. Die Reaktionsmischung aus **I** und einem Überschuss an Bromoform musste zur vollständigen Umsetzung – im Gegensatz zum *Marschners* Vorschlag – länger unter Rückfluss erhitzt werden.

#### *NMR-spektroskopische Untersuchung von I, II und III.*

Die Trimethylsilylgruppen im Hypersilylrest sind aufgrund der niedrigen Rotationsbarriere frei drehbar und folglich chemisch und magnetisch äquivalent. Die Zuordnung der Resonanzen in den <sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C- und <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren erweist sich deshalb als einfach. Zudem wurden bei Heterokernen breitband-entkoppelte Spektren aufgenommen, so dass die Hauptsignale als Singuletts erschienen. *Wochele*<sup>[25]</sup> hat in seiner Dissertation die chemischen

## 2. Gang der Untersuchungen

Verschiebungen und Kopplungskonstanten der Hypersilyl-derivate umfassend diskutiert. Das Signal des zentralen Siliziumatoms im  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum ist im Vergleich zu dem des peripheren wie erwartet von geringer Intensität und seine Lage wird viel stärker Substituenten abhängig beeinflusst. Mit der Erhöhung der Polarität der  $\alpha^{29}\text{Si}$ -X-Bindung (X = H, Br, Cl) und dementsprechend mit der Vergrößerung des Elektronegativitätsunterschieds tritt eine Verschiebung der Resonanzlage zu höheren Frequenzen auf. Wie oben erwähnt sind die  $\delta$ -Werte der endständigen Si-Atome nur geringfügig und manchmal sogar in umgekehrter Weise von der  $\alpha^{29}\text{Si}$ -X-Bindungspolarität abhängig. Insgesamt erscheinen deren Signale mit größerer Intensität und zu höheren Frequenzen verschoben als die des zentralen Siliziumatoms.

Resonanzen der Methylkohlenstoffatome der Hypersilylgruppierung im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum verhalten sich in gleicher Weise wie die Resonanzen der  $\beta^{29}\text{Si}$ -Atome. Deren Lage ist demzufolge nur unbedeutend Substituenten-abhängig. Die entsprechenden Signale der halogenierten Derivate sind bei kleineren  $\delta$ -Werten zu finden. Der Einfluss der Bindungspolarität der  $\alpha^{29}\text{Si}$ -X-Bindung auf die Signallage der Protonen der  $\text{CH}_3$ -Gruppen im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum ist nicht beachtenswert. In der Tabelle 2.2a sind im Rahmen dieser Arbeit gefundenen Resonanzlagen und Kopplungskonstanten im Hypersilan (I), Hypersilylchlorid (II) und Hypersilylbromid (III) aufgelistet. Diese sind mit den von *Wochele*<sup>[25]</sup> publizierten Werten vergleichbar.

Tabelle 2.2a Chemische Verschiebungen in ppm und Kopplungskonstanten in Hz von Verbindungen I, II und III, gemessen in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(\alpha^{29}\text{Si})$	$\delta(\beta^{29}\text{Si})$	$^1J_{\text{Si,Si}}$	$^1J_{\text{Si,C}}$	$^1J_{\text{C,H}}$
H-Hyp	0,23	2,2	-115,9	-11,7	60	45,1	120,5
Br-Hyp	0,24	-0,6	-23,7	-12,5	56	46,1	119,7
Cl-Hyp	0,23	-0,6	-12,3	-11,7	-	45,7	118,9

### 2.2.2 Zinn-(II)-bis[bis(trimethylsilyl)amid] (IV) und Blei-(II)-bis[bis(trimethylsilyl)amid] (V)

Zur Darstellung der im Kapitel 1.2 betrachteten Stannylene und Plumpylene werden entsprechende Bis[bis(trimethylsilyl)amide]  $E[N(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]_2$  benötigt. Diese Dialkylamide **IV** und **V** wurden in Anlehnung an die Synthesvorschrift von Lappert<sup>[64]</sup> in guten Ausbeuten um die 90 % gewonnen. Zu der beigefarbenen Suspension von Lithiumbis(trimethylsilyl)-amid in Diethylether werden Zinn-(II)-Chlorid  $\text{SnCl}_2$  bzw. Blei-(II)-Chlorid  $\text{PbCl}_2$  bei  $-20^\circ\text{C}$  portionsweise zugegeben (Abbildung 2.2a). Dabei findet eine nukleophile Substitution der Chloridionen durch das Bis(trimethylsilyl)amid statt. Die Kühlung dient der Kompensation der Koordinationswärme, die bei der Suspendierung des Lithiumbis(trimethylsilyl)-amids entsteht. Dieser liegt im Feststoff nämlich als Dimer vor und wird im Folge der Koordination des Diethylethers an die Lithiumionen aufgehoben. Zur vollständigen Umsetzung wird über Nacht bei Raumtemperatur gerührt und nach der Filtration des gebildeten Lithiumchlorids werden die Produkte einer Reinigung mittels Vakuumdestillation unterworfen. Das erzielte zähflüssige orange Zinn-Amid **IV** bleibt bei RT flüssig, lässt sich allerdings unter Kühlung in den festen Aggregatzustand überführen. Das gelbe Blei-Amid **V** wird als Feststoff erhalten.

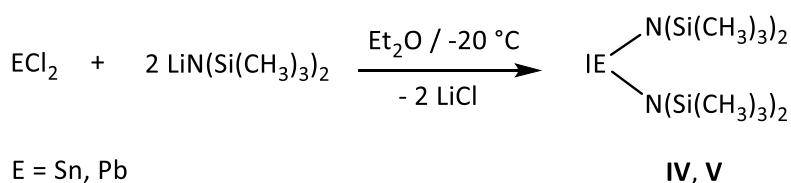
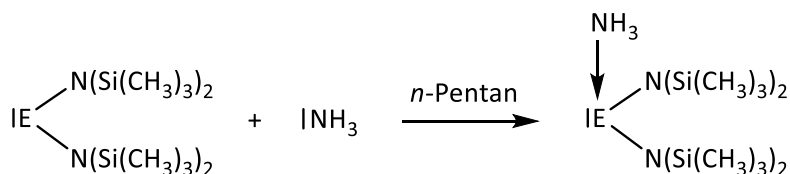


Abbildung 2.2a: Reaktionsgleichung zur Darstellung der Dialkylamide **IV** und **V**.

In den Kapiteln 2.5 und 2.6 wird ausführlich auf die Reaktionen eingegangen, in denen die Verbindungen **IV** und **V** als Transmetallierungsreagenzien eingesetzt werden. An dieser Stelle soll bereits erwähnt werden, dass es speziell bei den Umsetzungen in flüssigen Ammoniak sehr genau darauf geachtet werden soll, dass die *n*-Pentan-Lösungen von monomeren **IV** und **V** vor der eigentlichen Reaktion nicht mit dem gasförmigen Ammoniak kontaktieren. Schon eine geringe Konzentration diesen reicht aus, um Ammoniakate gemäß Abbildung 2.2b auszubilden. Optisch ändert sich dabei die Farbe der Pentanlösung von orange nach tiefrot beim Zinnderivat **IV** und von gelb nach rot beim Bleiderivat **V**. Das Ammoniak-Addukt des letzteren ist in *n*-Pentan schwerlöslich und fällt deshalb als roter flockiger Niederschlag

## 2. Gang der Untersuchungen

aus und ist mit dem vom Förster<sup>[45]</sup> gezielt hergestellten Ammoniak-Addukt vom Dihypersilylplumbylen PbHyp<sub>2</sub> vergleichbar.



E = Sn, Pb

Abbildung 2.2b: Bildung der Ammoniakate der Verbindungen IV und V.

## 2.3 Ferrocenylsubstituierte Silane

Die Umsetzung vom Dilithioferrocen mit Hypersilylchlorid bietet sich an zur Herstellung von 1,1'-Bis[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (**VII**). Laut Marschner<sup>[65]</sup> bringt diese Syntheseroute leider mehrere Nebenprodukte mit sich. Diese Erkenntnis hat dazu veranlasst in dieser Arbeit die Darstellung von **VII** ausgehend von Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid (**1**) vorzunehmen.

### 2.3.1 Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid (**1**)

In der Literatur sind zwei verschiedene Methoden zur Herstellung der Verbindung **1** beschrieben. Nach der Vorschrift von Bochmann<sup>[66]</sup> wird als erstes frisch destilliertes Cyclopentadien mit *n*-Butyllithium in THF lithiiert und nach der Zugabe von Brom-tris(trimethylsilyl)silan die Zwischenverbindung Tris(trimethylsilyl)silylcyclopentadien als gelber, wachsartiger Feststoff isoliert. Dieser wird anschließend mit *n*-Butyllithium lithiiert (Abbildung 2.3a). Da das gewünschte Endprodukt **1** auf diesem Wege nicht isoliert und charakterisiert wurde, wurde die Syntheseroute von Harder<sup>[67]</sup> gewählt. Als vorteilhaft erwies sich außerdem die Möglichkeit – im Gegensatz zur Bochmanns Variante – alle Reaktionsschritte bei Raumtemperatur durchführen zu können.



## 2. Gang der Untersuchungen

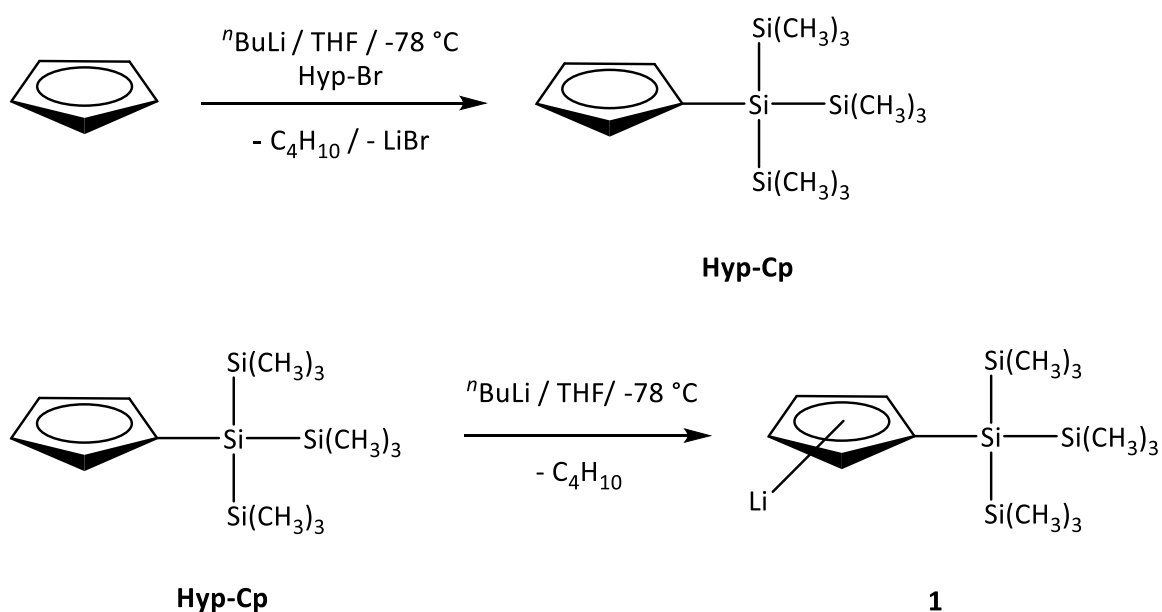


Abbildung 2.3a: Reaktionsweg zur Synthese von **1** nach Bochmann<sup>[66]</sup>.

Nach der Vorschrift von Harder, der ein Kaliumderivat (K-Hyp-Cp) der Verbindung **1** synthetisierte, wird Natriumcyclopentadienid mit Chlor-tris(trimethylsilyl)silan (**II**) umgesetzt und das Zwischenprodukt ohne Isolierung mit Lithium-bis(trimethylsilyl)-amid lithiiert (siehe Abbildung 2.3b).

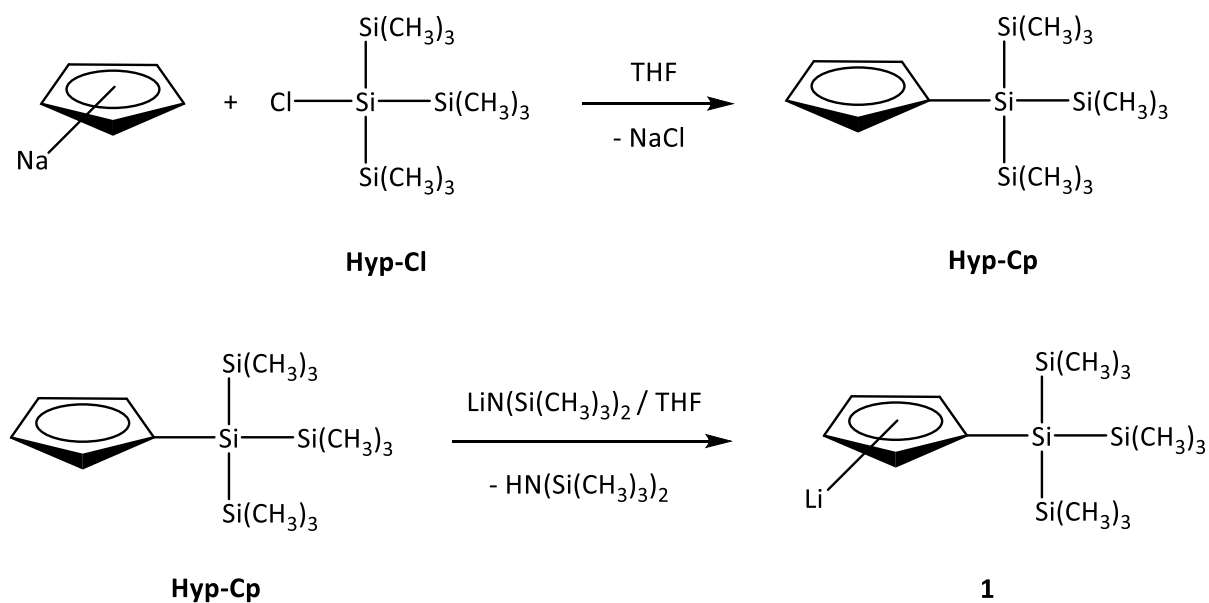


Abbildung 2.3b: Syntheseroute zur Herstellung von Verbindung **1**.

## 2. Gang der Untersuchungen

Dementsprechend wurde Natriumcyclopentadienid in THF bei Raumtemperatur mit leichtem Überschuss an II zur Reaktion gebracht. Es bildete sich innerhalb kurzer Zeit ein farbloser Niederschlag von Natriumchlorid. Nach der Abtrennung des Niederschlags wurde das Zwischenprodukt Tris(trimethylsilyl)silylcyclopentadien (Hyp-Cp) mit Lithiumbis(trimethylsilyl)-amid in THF umgesetzt. Abweichend von der Vorschrift von Harder, färbte sich die hellbraune Reaktionslösung über Nacht dunkelbraun. Erst nachdem das Lösungsmittel entfernt und der Niederschlag aus *n*-Pentan umkristallisiert worden war, konnten bei  $-60^{\circ}\text{C}$  farblosen stäbchenförmigen Kristalle erhalten werden. Diese wurden röntgenkristallographisch und NMR-spektroskopisch vermessen.

### *NMR-spektroskopische Untersuchung*

Wie erwartet ähneln die gefundenen chemischen Verschiebungen in den  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren stark der Kaliumverbindung von *Harder*. Das Signal im Protonenspektrum bei 5,90 ppm stammt von den vier Protonen des Cyclopentadienidrings. Erwartet wurden zunächst zwei unterschiedliche Resonanzen, da die Protonen, die näher am Substitutionsort liegen, eine andere chemische Umgebung aufweisen. Allerdings sind die beiden Signale überlagert. Der Grund dafür, dass die Protonen eher im olefinischen Bereich statt im aromatischen registriert werden, ist das Vorhandensein der negativen Ladung, die in der Verschiebung der Resonanz zu kleineren  $\delta$ -Werten resultiert und somit die typische Verschiebung des aromatischen Zustandes zu höheren Frequenzen wieder kompensiert.

Im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum sind dagegen alle drei dazugehörigen Signale zu finden, die im Vergleich zum Kaliumderivat etwas zu minderen Frequenzen verschoben sind (Tabelle 2.3a).

Die Resonanzen der Hypersilylgruppe in  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum sind zu niedrigeren Frequenzen verschoben, da sich die Si-Atome in einer elektronenreicheren Umgebung befinden als bspw. im Hypersilyl-Chlorid mit seinem elektronenziehenden Chloratom. Insbesondere gilt dieser Sachverhalt für die Resonanz des zentralen Siliziumatoms (Tabelle 2.3b).

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.3a: Chemischen Verschiebungen des Cyclopentadienidrings in ppm von Verbindung **1** und K-Hyp-Cp.

Cyclopentadienidring			
Verbindung <b>1</b>		K-Hyp-Cp	
$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$
5,90	115,1	5,88	116,6
	107,3	5,89	109,0
	95,7		98,8

Tabelle 2.3b: Chemischen Verschiebungen der Silylsubstituenten in ppm von Verbindung **1**.

SiMe <sub>3</sub> -Gruppen			Zentrales Si
$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(^{29}\text{Si})$	$\delta(^{29}\text{Si})$
0,17	2,0	-15,9	-91,2

### Einkristallstrukturanalyse

Im Jahr 2003 wurden von Harder<sup>[67]</sup> die Komplexe Hypersilyl-fluorenyl-Lithium [Li(Hyp-Flu)(THF)<sub>2</sub>] und Hypersilyl-fluorenyl-Kalium [K(Hyp-Flu)(THF)(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>)], die im Vergleich zur Verbindung **1** einen ähnlichen Aufbau aufweisen weitgehend untersucht.

Der Kaliumkomplex ist polymer aufgebaut. Die sich wiederholenden K(Hyp-Flu)-Einheiten (Abbildung 2.3c, **B**) bilden eine Polymerkette. Das Kaliumion ist sandwichartig von den Sechsringen der zwei Fluorenyl-Anionen umgeben. Zusätzliche Koordination von einem THF-Molekül ergibt insgesamt eine trigonal planare Geometrie mit der Winkelsumme zwischen Sauerstoffatom und den beiden Sechsringcentren von 359,4°. Die schwachen agostischen Wechselwirkungen zwischen dem Kaliumkation und den Methylgruppen des Hypersilylrests (SiCH<sub>3</sub>...K<sup>+</sup>) begründen die relativ kurzen C-K-Atomabstände (C15'...K 3,80(1) Å und C20...K 3,40(1) Å) und verdeutlichen so die Sperrigkeit der Hypersilylgruppen, die den Raum für die Koordination von nur einem THF-Molekül lassen.

Der Lithiumkomplex (Abbildung 2.3c, **A**) ist monomer aufgebaut. Das Lithiumion ist trigonal planar von den zwei THF-Molekülen und dem Fünfring des Fluorenylliganden koordiniert.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die Winkelsumme (zwischen den zwei Sauerstoffatomen und dem Ringcenter) beträgt  $357,2^\circ$ . Der voluminöse Hypersilylrest verringert die Anzahl an Koordinierten THF-Molekülen, obwohl in diesem Fall keine agostischen Wechselwirkungen zwischen dem Lithiumion und den Methylgruppen des Hypersilylrests ( $\text{SiCH}_3 \cdots \text{Li}^+$ ) festgestellt werden konnten (der kürzeste C-Li-Abstand beträgt  $3,97 \text{ \AA}$ ).

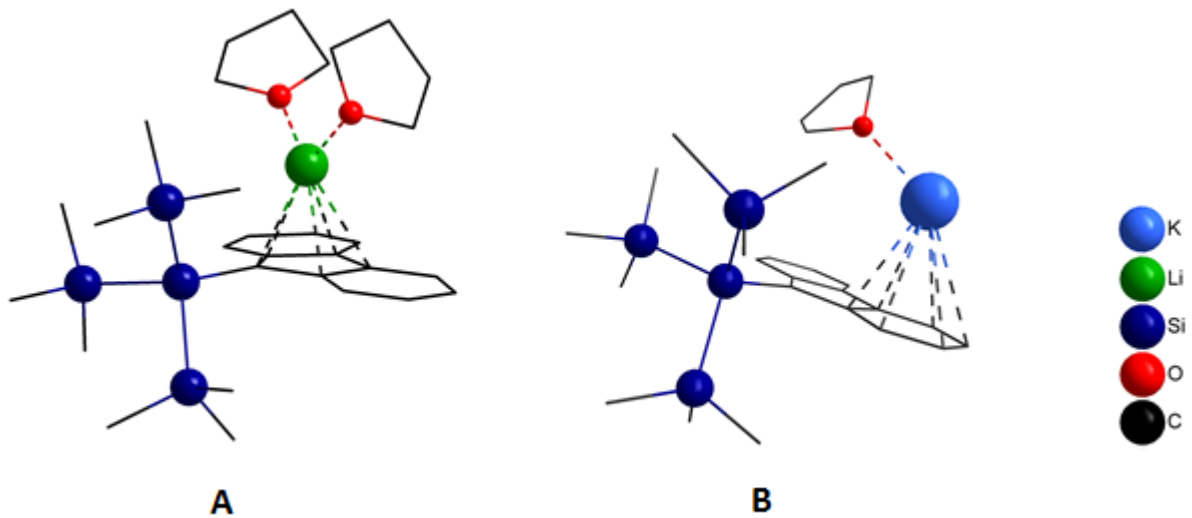
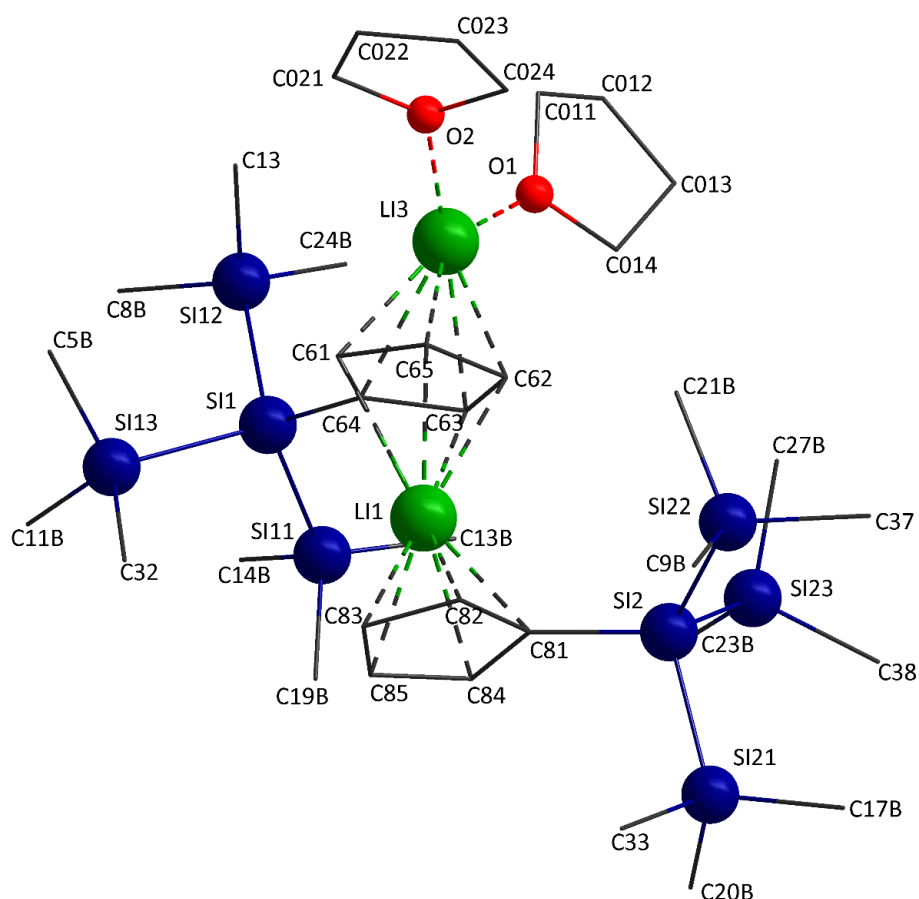


Abbildung 2.3c: Hypersilyl-Fluorenyl-Lithium- (A) und -Kalium-Komplex (B) vom Harder.

Das Kristallsystem von **1** ist triklin. In der Elementarzelle von **1** mit acht Formeleinheiten befinden sich zwei symmetrieunabhängige Moleküle. In einem der beiden weisen die Trimethylsilylgruppen, die über das Siliziumatom  $\text{Si}_4$  an das Cyclopentadienidring gebunden sind, eine einfache Lagefehlordnung auf (28,2 %). Die Kristallstruktur des nicht fehlgeordneten Moleküls und ausgewählte Bindungslängen und -winkel sind in der Abbildung 2.3d veranschaulicht. Eine Darstellung beider symmetrieunabhängiger Moleküle und die vollständigen Strukturdaten befinden sich im Anhang (siehe Kapitel 5.3.1), eine Zusammenfassung ist in der Tabelle 2.3c zu sehen. Die Diskussion der Bindungswinkel und -abstände beschränkt sich auf den nicht fehlgeordneten Teil.

## 2. Gang der Untersuchungen



Li(1)-C(61 – 65)	2,259(5) – 2,560(4)	O(1)-Li(3)-O(2)	98,91(2)
Li(1)-C(81 – 85)	2,228(5) – 2,278(4)	O(1)-Li(3)-Cp	132,45(6)
Li(3)-C(61 – 65)	2,258(5) – 2,392(4)	O(2)-Li(3)-Cp	125,56(7)
Li(3)-O(1)	1,972(4)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	108,05(4)
Li(3)-O(2)	1,954(4)	Si(11)-Si(1)-Si(13)	109,62(4)
Li(3)-Cp	1,999(2)	Si(13)-Si(1)-Si(12)	106,64(4)
Li(1)-Cp	1,906(2); 2,088(2)	Si(21)-Si(2)-Si(23)	108,93(4)
Si(1)-C(64)	1,880(2)	Si(22)-Si(2)-Si(21)	106,84(4)
Si(2)-C(81)	1,867(2)	Si(22)-Si(2)-Si(23)	108,90(4)
Si(1)-Si(11 – 13)	2,3486(9) – 2,3617(9)		
Si(2)-Si(21 – 23)	2,3454(10) – 2,3540(10)		

Abbildung 2.3d: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **1**.

Eines der beiden Lithiumionen ist sandwichartig von den beiden hypersilylsubstituierten Cyclopentadienylringen umgeben. Sterische Hinderung wird durch die Ausrichtung der beiden Hypersilylsubstituenten in verschiedene Richtungen vermieden. Ein weiteres Lithiumion weist, wie die Kationen in den Verbindungen von *Harder*, eine trigonal planare Geometrie auf. Es ist von den zwei THF-Molekülen und dem substituierten Cyclopenta-

## 2. Gang der Untersuchungen

dienylring koordiniert. Die Winkelsumme zwischen den Sauerstoffatomen und dem Ringcenter des Cyclopentadienylrings beträgt 356,91°.

Tabelle 2.3c: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung 1.

<b>Summenformel</b>	C <sub>18</sub> H <sub>39</sub> LiOSi <sub>4</sub>	
<b>Molmasse</b>	390,79 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	triklin	
<b>Raumgruppe</b>	P $\bar{1}$	
<b>Metrik</b>	a = 15,9492(12) Å	$\alpha$ = 90,414(2)°
	b = 18,044(1) Å	$\beta$ = 108,440(2)°
	c = 20,420(2) Å	$\gamma$ = 110,483(2)°
<b>Formeleinheiten</b>	8	
<b>Daten / Parameter</b>	24593 / 929	
<b>GOF</b>	0,989	
<b>R1</b>	0,0522 / 0,0936	
<b>wR2</b>	0,1348 / 0,1496	

Schwache agostische Wechselwirkungen zwischen den Methylgruppen des sperrigen Hypersilylrests und dem Lithiumzentrum kennzeichnen sich auch hier in den relativ kurzen Li-C-Atomabständen (Li3-C31-Abstand: 3,48(3) Å). Folglich verringert sich die Anzahl der koordinierenden THF-Molekülen. Bedingt durch die leichte sterische Abstoßung zwischen dem Hypersilylrest und dem Cyclopentadienylring sind die dazugehörigen Si-C-Bindungslängen (1,87(2) Å und 1,88(2) Å) etwas vergrößert im Vergleich zur typischen (sp<sup>2</sup>)C-Si-Bindungslänge von 1,84(1) Å<sup>[67]</sup>.

Die Bindungsverhältnisse im Hypersilylrest selbst sind unverändert: Die Si-Si-Bindungen entsprechen mit den Längen von 2,35(10) Å bis 2,36(9) Å dem normalen Si-Si-Abstand von 2,34 Å<sup>[68]</sup>. Die Si-C-Bindungslängen variieren von 1,87(4) Å bis 1,89(4) Å und liegen ebenfalls nahe an der mittleren (sp<sup>3</sup>)C-Si-Bindungslänge von 1,87(8) Å<sup>[67]</sup>. Wie erwartet liegen die Si-Si-

## 2. Gang der Untersuchungen

Si-, Si-Si-C- und C-Si-C-Winkel zwischen  $106,61(2)^\circ$  und  $113,92(10)^\circ$  nahe am idealen Tetraederwinkel von  $109,5^\circ$ .

### 2.3.2 1,1'-Bis[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (VII)

Zur Verknüpfung der lithiierten Hyp-Cp-Ringe zur sandwichartigen Struktur **VII** wurde die Verbindung **1** bei  $-78^\circ\text{C}$  mit Eisen(II)-bromid umgesetzt (Abbildung 2.3e). Die tiefe Starttemperatur und die Zugabe des Eisen(II)-bromids in kleinen Portionen bedingen die größtmögliche Selektivität. Im Laufe der 19-stündigen Reaktionszeit wurde langsam auf Raumtemperatur erwärmt. Nach der Isolierung des orangefarben, ferrocenähnlichen Produkts, sind in *n*-Pentan bei Raumtemperatur Kristalle in Form sechseckiger Plättchen entstanden. Diese sind eine Zeit lang luft- und feuchtigkeitsstabil. Die Aufbewahrung erfolgte trotzdem unter Argonatmosphäre, um die leichte Si-Si-Bindungsspaltung durch Luftsauerstoff zu vermeiden<sup>[65]</sup>. Die Strukturbestimmung konnte leider nicht vollständig durchgeführt werden, da die Kristalle stark verzwillingt waren.

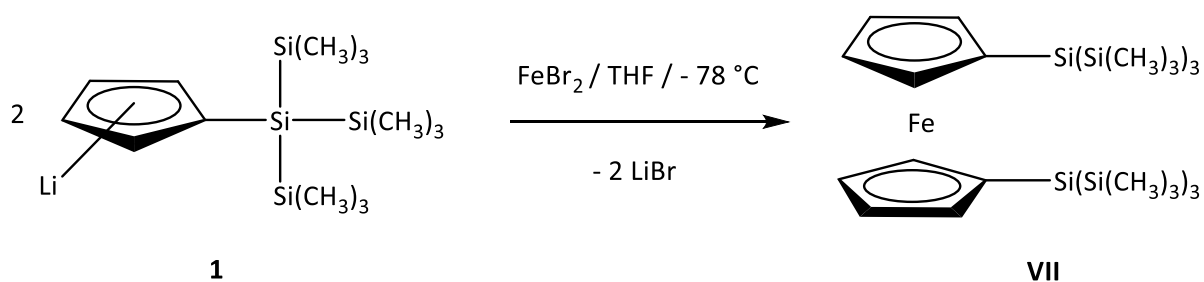


Abbildung 2.3e: Syntheseweg zur Herstellung von **VII**.

Die Reinheit der Verbindung **VII** wurde (vor dem Einsatz, nach dem die Kristallisation erfolgte), mittels NMR-Spektroskopie bestätigt. Überraschenderweise sind im nächsten Syntheseschritt (Herstellung des Kaliumsilanids **VIII**), der im Normalfall problemlos verlaufen ist, viele Nebenprodukte aufgetreten.

Die Verbindung **1** wurde in kristalliner Form eingesetzt und somit stand ihre Sauberkeit nicht zur Debatte. Das erste Indiz auf die Verunreinigung des Eisen(II)-bromids gab es schon, als nach der 19-stündigen Reaktionszeit ein dunkler Niederschlag zu sehen war und am

## 2. Gang der Untersuchungen

Rührfisch schwarze Nadeln klebten, die von einer magnetischen Eisenverbindung oder elementarem Eisen stammen könnten. Diese Beobachtung deutet auf Redoxprozesse hin, die im Laufe der Synthese stattgefunden haben könnten. Um den Reinheitsgrad von  $\text{FeBr}_2$  zu überprüfen, wurde Gebrauch von der Mößbauerspektroskopie gemacht. Die Mößbauermessung hat die Vermutung bestätigt<sup>[69]</sup>: Die eingesetzte Verbindung war kontaminiert. Sie setzte sich zusammen aus 82 % Eisen(II)-bromid und aus 18 % Eisen(III)-oxidhydroxid ( $\text{FeO}(\text{OH})$  bzw.  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Folglich beinhaltete das synthetisierte Bis-Hypersilylferrocen (**VII**) eine Fe(III)-Verbindung, die im NMR-Spektrum nicht sichtbar war. So wurde ein neues  $\text{FeBr}_2$  gekauft, das sich auch schon optisch von dem alten unterschied: Die neue Verbindung war ein gelbes Pulver, im Gegensatz dazu war die alte Verbindung orange. Vor der nochmaligen Umsetzung wurde die Reinheit abermals mit Hilfe der Mößbauerspektroskopie kontrolliert. Nun bestand die Substanz aus reinem Eisen(II)-bromid.

Die Endverbindung **VII** wurde, um alle Zweifel bezüglich der Reinheit zu beseitigen, auch mößbauerspektroskopisch vermessen. Das Ergebnis war zufriedenstellend. Das bei 100 K aufgenommene Spektrum (Abbildung 2.3f) zeigt nur die Anwesenheit von Eisen(II)-Ionen im high-spin Zustand mit einer Isomerieverschiebung  $\delta = 0,538(1)$  mm/s und einer Quadrupolaufspaltung  $\Delta = 2,292(2)$  mm/s. Die erhaltenen Werte sind wie im Kapitel 1.5 beschrieben typisch für Ferrocenderivate und im Vergleich zum unsubstituierten Ferrocen etwas nach niedrigeren Geschwindigkeiten verschoben. Die Hypersilylgruppe hat im Allgemeinen zwar eine elektronenschiebende Wirkung, aufgrund der Ladungsverteilungseffekte mit dem Cyclopentadienidring, wird aber eine Erniedrigung der Elektronendichte am Eisen beobachtet.



## 2. Gang der Untersuchungen

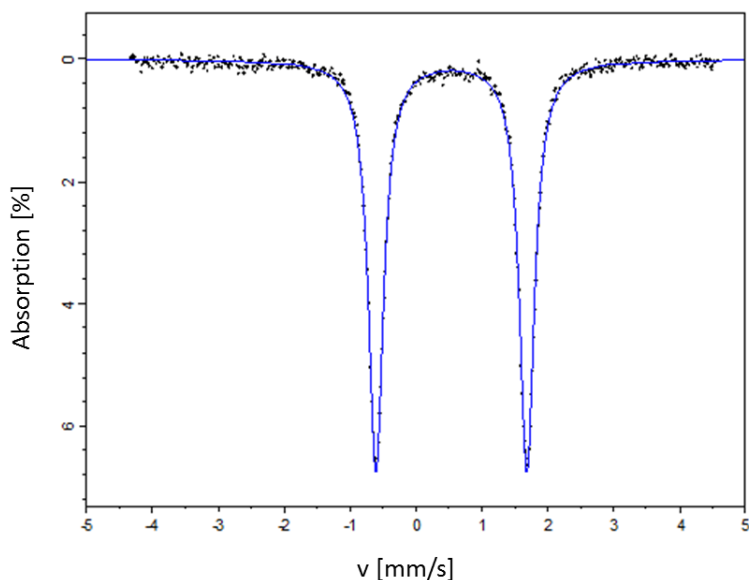


Abbildung 2.3f: Mößbauerspektrum von Verbindung VII.

### NMR-spektroskopische Untersuchung

Marschner<sup>[65]</sup> hat die Lage der in den  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ - und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren gefundenen Signale ausführlich diskutiert. Vergleichbare Daten wurden hier auch erhalten, nur das Protonenspektrum war nicht so gut aufgelöst und die von Marschner gefundenen Pseudotriplets der jeweils viel äquivalenten  $\alpha$ - und  $\beta$ -Protonen erschienen hier als Singulets. Ferner wurde die  $^1J_{\text{C,H}}$ -Kopplungskonstante in den Methylgruppen des Hypersilylrests mit 120,5 Hz bestimmt. Das Ergebnis stimmt mit der vom Bürger<sup>[27]</sup> festgestellten  $^1J_{\text{C,H}}$ -Kopplung im Hypersilan überein. Silizium verringert als elektropositiver Substituent den typischen Wert von 125 Hz der direkten Kopplungskonstanten im  $\text{sp}^3$ -hybridisierten Kohlenstoffatom der  $\text{CH}_3$ -Gruppe.

Zusätzlich zu den literaturbekannten Untersuchungen im Hexadeuterobenzol wurden in dieser Arbeit NMR-Spektren im deuterierten THF aufgenommen, um analytische Daten mit denen der in  $\text{C}_6\text{D}_6$  unlöslichen Folgeverbindungen vergleichen zu können (Tabelle 2.3d und 2.3e). Im aromatischen Lösungsmittel  $\text{C}_6\text{D}_6$  werden die chemischen Verschiebungen insofern beeinflusst, dass starke intermolekulare Anisotropieeffekte auftreten, die zur Ausbildung der Stoßkomplexe bei der Solvataion führen. Folglich werden abweichende  $\delta$ -Werte im Vergleich zu den im THF- $\text{d}_8$  gemessenen beobachtet.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.3d: Chemischen Verschiebungen der Cyclopentadienidringe in ppm von Verbindung VII in  $C_6D_6$  und THF- $d_8$ .

Cyclopentadienidringe			
$C_6D_6$		THF- $d_8$	
$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$	$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$
4,05	74,9	3,95	75,5
4,38	72,0	4,31	72,4
	67,6		68,3

Tabelle 2.3e: Chemischen Verschiebungen der Silylsubstituenten in ppm von Verbindung VII in  $C_6D_6$  und THF- $d_8$ .

	SiMe <sub>3</sub> -Gruppen			Zentrales Si
	$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$	$\delta(^{29}Si)$	$\delta(^{29}Si)$
$C_6D_6$	0,31	1,7	-13,0	-81,9
THF- $d_8$	0,24	1,9	-14,8	-83,9

Darüber hinaus wurden zweidimensionale Spektren benötigt, um die Verschiebungen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Protonen, sowie der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Kohlenstoffatome unterscheiden zu können und diese eindeutig zuzuordnen. Die Zugehörigkeit ließ sich mittels Aufnahme von  $^1H$ - $^{13}C$ -HMBC,  $^1H$ - $^{13}C$ -HSQC und  $^1H$ - $^{29}Si$ -HMBC-Spektren zweifelsfrei festlegen. Dem in der Abbildung 2.3g wiedergegebenen Konturdiagramm lässt sich entnehmen, dass an  $^{13}C$ -Kernen mit  $\delta = 72,4$  ppm Protonen sitzen, die bei  $\delta = 4,38$  ppm absorbieren und die bei  $\delta = 74,2$  ppm absorbierenden  $^{13}C$ -Kerne Protonen enthalten, die die chemische Verschiebung  $\delta = 4,08$  besitzen. Im  $^1H$ - $^{13}C$ -HMBC-Spektrum sind Verschiebungskorrelationen über mehrere Bindungen bestimmbar, so sind in der Abbildung 2.3h die Korrelationen mit den quartären C-Atomen sichtbar. Außerdem ermöglichte diese Aufnahme die Ermittlung der  $^1J_{C,H}$ -Kopplungskonstanten im Cp-Ring mit 173,2 Hz, welche in den  $^1H$ -breitbandentkoppelten eindimensionalen  $^{13}C$ -NMR-Spektren nicht abzulesen sind. Dieser Wert ist gegenüber dem der  $^1J_{C,H}$ -Kopplung in der Hypersilylgruppe aufgrund des erhöhten s-Charakter der Bindungshybridorbitale vom koppelnden C-Atom vergrößert.

## 2. Gang der Untersuchungen

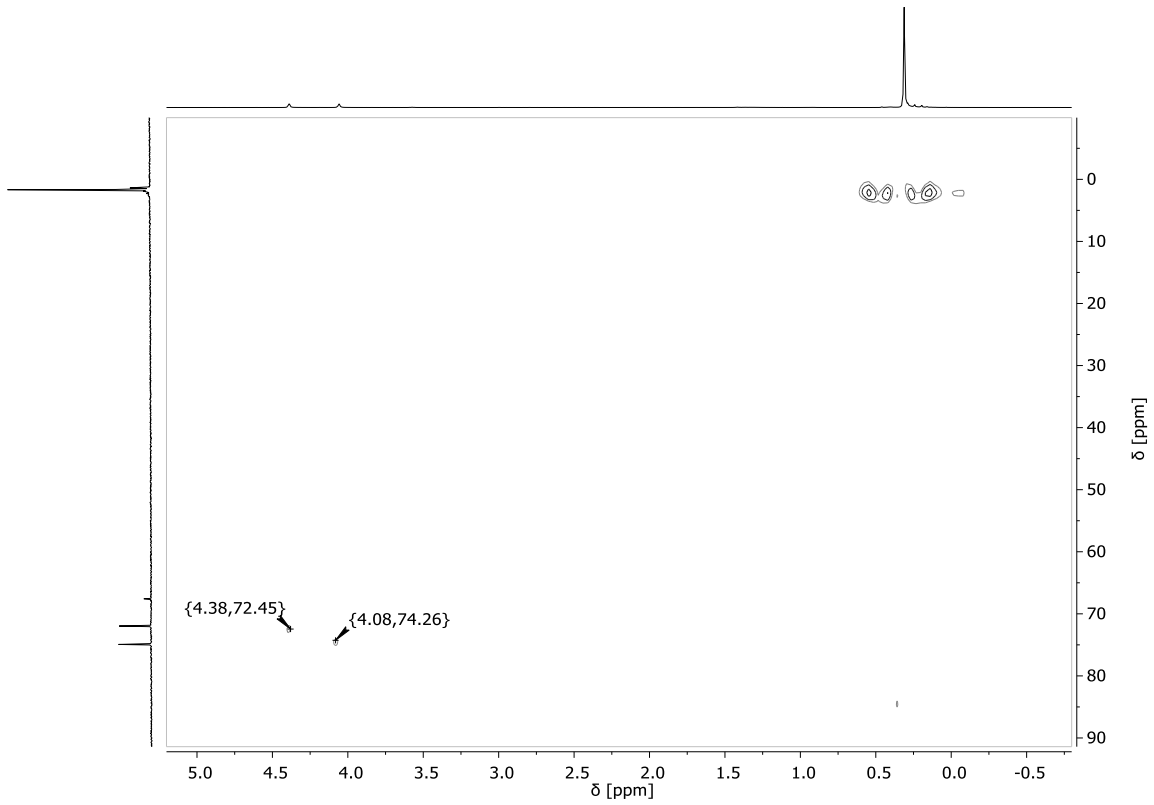


Abbildung 2.3g:  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ -HSQC-NMR-Spektrum von Verbindung **VII** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

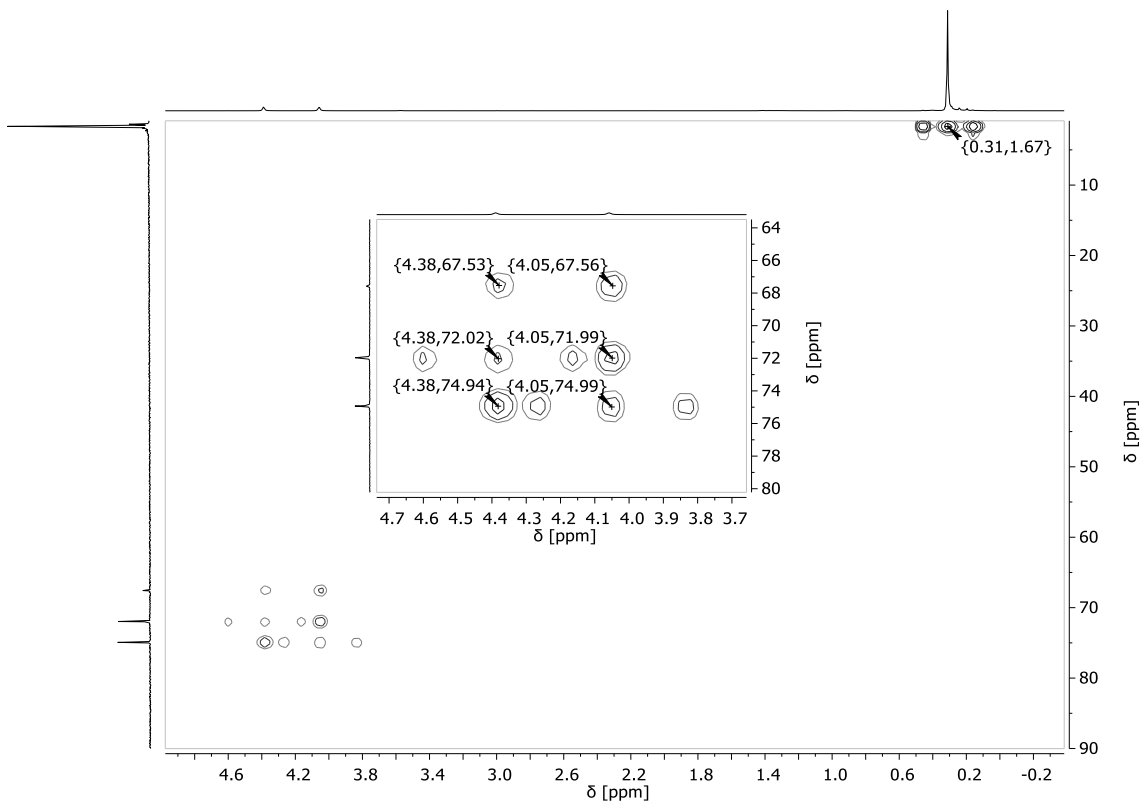


Abbildung 2.3h:  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ -HMBC-NMR-Spektrum von Verbindung **VII** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

## 2. Gang der Untersuchungen

Die genaue Zuordnung der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Verschiebungen ist mit der Aufnahme des  $^1\text{H}$ - $^{29}\text{Si}$ -HMBC-Spektrums gelungen. Die zentralen Si-Atome der Hypersilylgruppe korrelieren über drei Bindungen nur mit den  $\alpha$ -ständigen Protonen, die eine chemische Verschiebung bei  $\delta = 4,05$  ppm aufweisen (Abbildung 2.3i). Es wird ersichtlich, dass die Verschiebung im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum bei  $\delta = 74,2$  ppm den  $\alpha$ -Kohlenstoffatomen zugehörig ist.

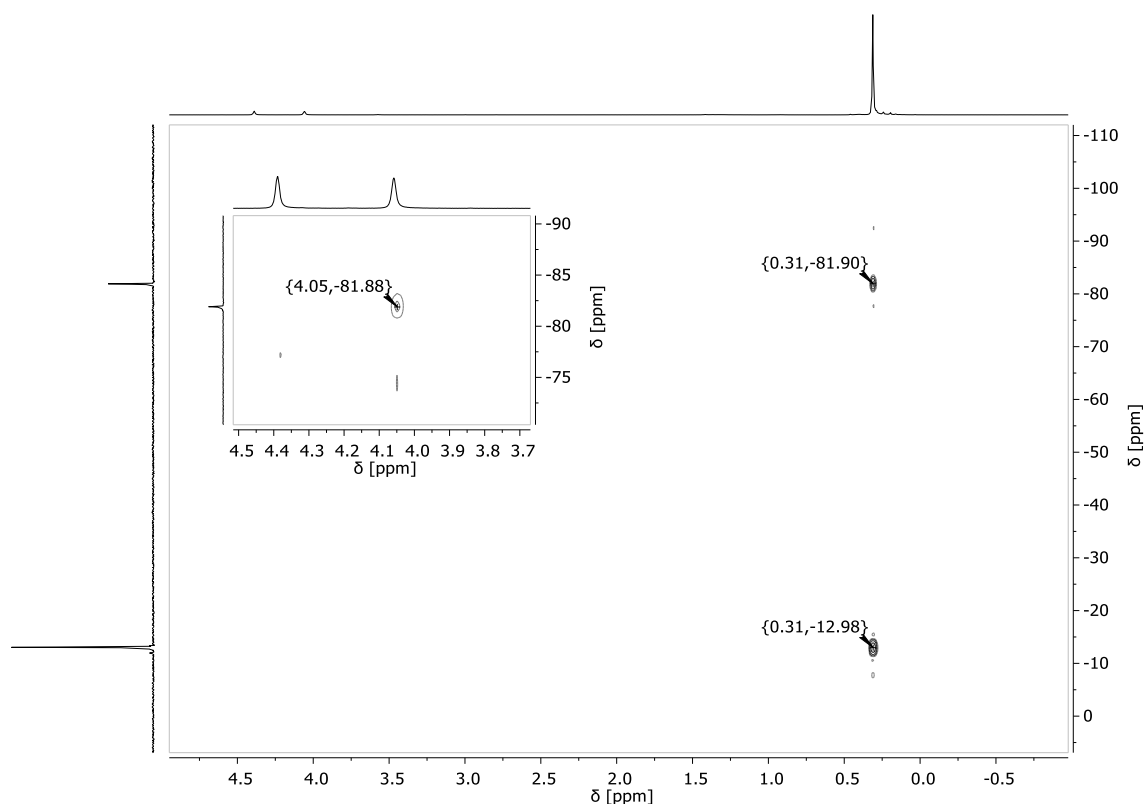


Abbildung 2.3i:  $^1\text{H}^{29}\text{Si}$ -HMBC-NMR-Spektrum von Verbindung **VII** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

### Infrarot-spektroskopische Untersuchung

Da das IR-Spektrum im Bereich von  $4000\text{ cm}^{-1}$  bis  $580\text{ cm}^{-1}$  aufgenommen wurde, sind die  $\text{Si}_3\text{-Si}$ -Schwingungsbanden, die unter  $450\text{ cm}^{-1}$  liegen, nicht sichtbar. In der Tabelle 2.3f sind die gefundenen IR-aktiven Schwingungen den jeweiligen Gruppen zugeordnet.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.3f: Zuordnung der IR-Banden der Verbindung VII.

Wellenzahlen [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Schwingungstyp und zugeordnete Gruppe	Intensität
2957,30	$\nu_s(\text{CH}_3) + \nu_{\text{as}}(\text{CH}_3)$	w
1451,17	$\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3)$	vw
1330,64	$\nu_s(\text{SiC}_3) + \nu_{\text{as}}(\text{SiC}_3)$	vw
1243,86	$\delta_s(\text{CH}_3)$	m
1151,29	$\delta(\text{Cp}_{(\text{C-H})})$	vw
1051,98	$\delta(\text{Cp}_{(\text{C-H})})$	br, m
832,13	$\rho_{\text{as}}(\text{CH}_3)$	vs
754,99	$\rho_s(\text{CH}_3)$	m
686,53	$\nu_{\text{as}}(\text{SiC}_3)$	m
624,82	$\nu_s(\text{SiC}_3)$	w
602,65	$\delta(\text{Cp}_{(\text{C-C})})$	vw
585,29	$\text{Fe-Cp}$	w

### 2.3.3 Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (2)

Präparativ sehr wichtig sind Metathesen von lithiumorganischen Verbindungen mit den Halogeniden anderer Elemente zu den entsprechenden elementorganischen Verbindungen. Diese Transmetallierungsreaktionen ermöglichen unter anderem auch die Darstellung von Organosiliziumverbindungen. Organolithiumverbindungen reagieren leicht mit elektrophilen Reagenzien unter Substitution des Metallatoms. Der Grund für diesen Sachverhalt ist die ausgeprägte Polarität der Kohlenstoff-Metallbindung und die daraus resultierende starke Basizität und Nukleophilie am partial negativ geladenen Kohlenstoff-Atom.

Die Einfachmetallierung von Ferrocen ist ausgehend von einem Ferrocenylhalogenid durch Halogen-Metall-Austausch oder ausgehend von dem unsubstituierten Ferrocen durch Wasserstoff-Metallaustausch möglich. Die erste Synthesevariante ist insofern problematisch, da stets Produktgemische erhalten werden, die mit großem Aufwand getrennt werden müssen. Dies bringt zudem einen erheblichen Ausbeuteverlust. Diese Schwierigkeit lässt sich durch die direkte Metallierung von Ferrocen mit Lithiumalkylen vermeiden.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die aus der Literatur bekannten Lithiumderivate des Ferrocens werden – bedingt durch die äußerste Luft- und Feuchtigkeitssensibilität – zumeist nicht in Substanz isoliert, sondern in situ weiterverarbeitet. So wurde in einem ersten Ansatz Ferrocen in THF mit *tert*-Butyllithium ( $t\text{BuLi}$ ) zur Reaktion gebracht und die so erhaltene Lösung ohne vorherige Aufarbeitung mit Hypersilylchlorid (**II**) umgesetzt (Abbildung 2.3j).

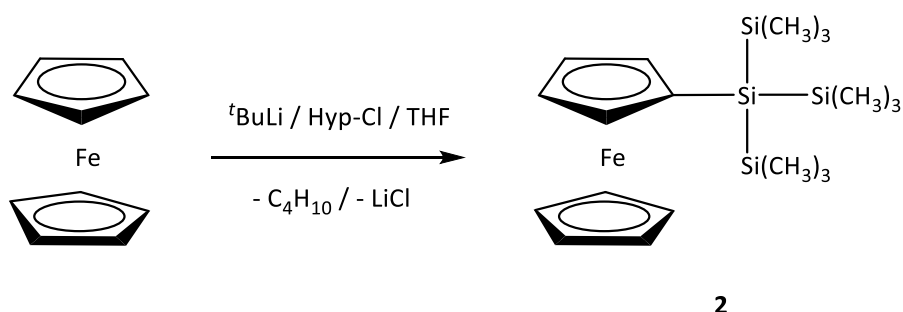


Abbildung 2.3j: Syntheseversuch zur Darstellung von **2** ausgehend vom Ferrocen.

Die Reaktivität des Lithiumalkyls wurde zuvor durch Zugabe von 0,1 Äquivalenten an Kalium-*tert*-butanolat ( $\text{KO}^t\text{Bu}$ ) erhöht<sup>[14]</sup>. Das Zutropfen von  $t\text{BuLi}$  zu der orangefarbenen Ferrocen/ $\text{KO}^t\text{Bu}$ -Lösung startete bei  $-40^\circ\text{C}$ . Die Reaktionslösung färbte sich allmählich rot. Es wurde darauf geachtet, dass eine Temperatur von  $-5^\circ\text{C}$  nicht überschritten wird. Vor der Zugabe von Hyp-Cl wurde erneut auf  $-20^\circ\text{C}$  gekühlt. Das Kältebad wurde nach einer Reaktionszeit von 45 min entfernt, die orangefarbene Reaktionslösung für weitere 2 h bei Raumtemperatur gerührt und anschließend wässrig-sauer aufgearbeitet. Die NMR-spektroskopische Untersuchung zeigte die Entstehung komplexer Produktgemische, die nur zu einem eher geringen Anteil das gewünschte Produkt, sowie in großen Mengen das unsubstituierte Ferrocen erhielten. Der Auftrennungsversuch mittels Sublimation erwies sich als ineffizient. Es konnte lediglich ein Teil des unsubstituierten Ferrocens abgetrennt werden, die restlichen Verunreinigungen blieben im Produktgemisch erhalten. So schien die Isolierung von Monolithioferrocen unumgänglich zu sein.

Synthese von Monolithioferrocen (VI)

Es wurde ein Vergleich aller zum heutigen Zeitpunkt gefundenen Literaturstellen vollzogen, die Monolithioferrocen durch direkte Metallierung mit Alkylolithium behandeln. Nach Gegenüberstellung der Reaktionsbedingungen, der eingesetzten Reagenzien und erzielten Ausbeuten wurde versucht, das reine Monolithioferrocen (Tabelle 2.3g) in Anlehnung an die vereinigten Synthesemethoden von Schottenberger<sup>[13]</sup> und Mueller-Westerhoff<sup>[14]</sup> zu isolieren.

Tabelle 2.3g: Vergleich der Synthesevorschriften zur Herstellung von VI.

Alkylolithium	Menge an Alkylolithium	Lösungsmittel	T	Ausbeute	Lit. Stelle
<i>n</i> -BuLi	1 Äq.	Et <sub>2</sub> O	RT	Ca. 25 %	[5]
<i>n</i> -BuLi	2 Äq.	Et <sub>2</sub> O	RT	26 %	[6]
<i>t</i> -BuLi	0,8 Äq.	THF	0°C	70 %	[12]
<i>t</i> -BuLi	1,1 Äq.	THF / <i>n</i> -Hexan	0°C	40 %	[13]
<i>t</i> -BuLi	2 Äq. + 0,1 Äq. KO <sup>t</sup> Bu	THF	-74°C	90 %	[14]
<i>t</i> -BuLi	1,1 Äq.	THF / <i>n</i> -Hexan	0°C / -80°C	77 %	[15]

Ferrocen und substöchiometrische Mengen an Kalium-*tert*-butanolat wurden im leichten Vakuum vorgetrocknet und bei -15°C mit 1,1 Äquivalenten an vorgekühltem *tert*-Butyllithium umgesetzt (Abbildung 2.3k). Der erhaltene Niederschlag wurde entgegen dem Vorschlag von Schottenberger nicht mit *n*-Hexan, sondern mit *n*-Pentan gefällt, schnell abfiltriert und so lange mit kaltem *n*-Pentan nachgewaschen, bis das Filtrat weitgehend farblos war. Die NMR-spektroskopische Analyse hat gezeigt, dass die Dilithierung vollständig zurückgedrängt werden konnte. Das Produkt VI wurde mit 43 %-iger Ausbeute erhalten.

## 2. Gang der Untersuchungen

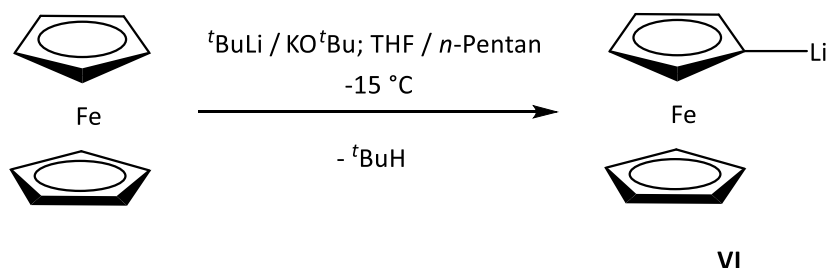


Abbildung 2.3k: Syntheseweg zur Darstellung von Monolithioferrocen (VI).

Die entstandene Verbindung **VI** ist in unpolaren Lösungsmitteln sehr schlecht löslich. Aus diesem Grund wurden die NMR-spektroskopischen Untersuchungen im deuterierten THF durchgeführt. Die gefundenen chemischen Verschiebungen in den  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren stimmen mit denen von *Heinze*<sup>[16]</sup> publizierten überein. Der Wert für das quartäre C-Atom wurde übernommen, da es im aufgenommenen  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum nicht sichtbar war. Dieser Sachverhalt ist keine Seltenheit und wird dadurch begründet, dass die quartären C-Atome die längsten Spin-Gitter-Relaxationszeiten  $T_1$  aufweisen, wodurch ihre Signalintensität stark gemindert wird. Im  $^7\text{Li}$ -NMR-Spektrum wurde ein abweichender Wert für die chemische Verschiebung des Lithium-Atoms erhalten, der im Vergleich zu dem von *Heinze* um 1,91 ppm zu niedrigeren Frequenzen verschoben ist.

Durch das Trocknen des orangefarbenen Produkts im dynamischen Hochvakuum konnte das koordinierende Lösungsmittel THF fast vollständig abgetrennt werden. Im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum überlagern sich teilweise die Resonanzen des deuterierten und nicht deuterierten Tetrahydrofurans, so konnte die nahezu vollständige Entfernung des koordinierenden THFs nur mittels Aufnahme eines  $^{13}\text{C}$ -DEPT 135-NMR-Spektrums, in dem die CH-Gruppen und  $\text{CH}_2$ -Gruppen mit verschiedenen Phasen auftreten, nachgewiesen werden. Anfänglich wurde angenommen, dass im Laufe des Trocknungsvorganges auch das unsubstituierte Ferrocen absublimiert und so entfernt werden kann. Leider wurde diese Annahme nicht bestätigt. Es wurde festgestellt, dass der Anteil an Ferrocen sogar zugenommen hatte (Abbildung 2.3l). Dies ist ein Indiz dafür, dass sich **VI** bei Raumtemperatur langsam zersetzt. Die gleiche Erfahrung machte *Ehrhart*<sup>[10]</sup>, in dem sie beim Trocknungsprozess bei Raumtemperatur eine Zersetzung des Monolithioferrocens unter der kontinuierlichen Zunahme an Ferrocenmenge feststellte.



## 2. Gang der Untersuchungen

Die Umsetzung wurde daraufhin wiederholt und auf die Trocknung des Produkts verzichtet. Die Substanz wurde bei  $-30^{\circ}\text{C}$  gelagert und alle weiteren Umsetzungen wurden mit dem verunreinigten Monolithioferrocen (**VI**) durchgeführt.

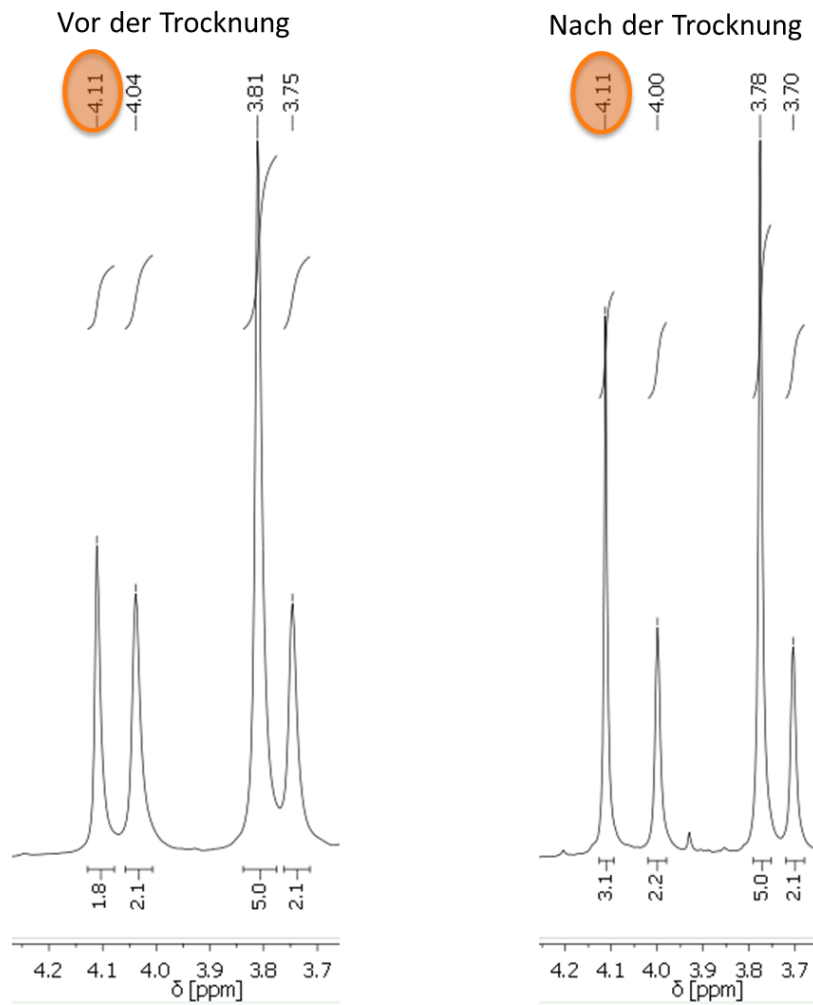


Abbildung 2.3l:  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von Monolithioferrocen (**VI**) vor und nach der Trocknung.

Ein zweiter Syntheseversuch zur Herstellung von **2** wurde gestartet: Monolithioferrocen (**VI**) wurde mit Brom-tris(trimethylsilyl)silan (**III**) im Verhältnis 1:1 in THF bei  $-15^{\circ}\text{C}$  umgesetzt (Abbildung 2.3m).

## 2. Gang der Untersuchungen

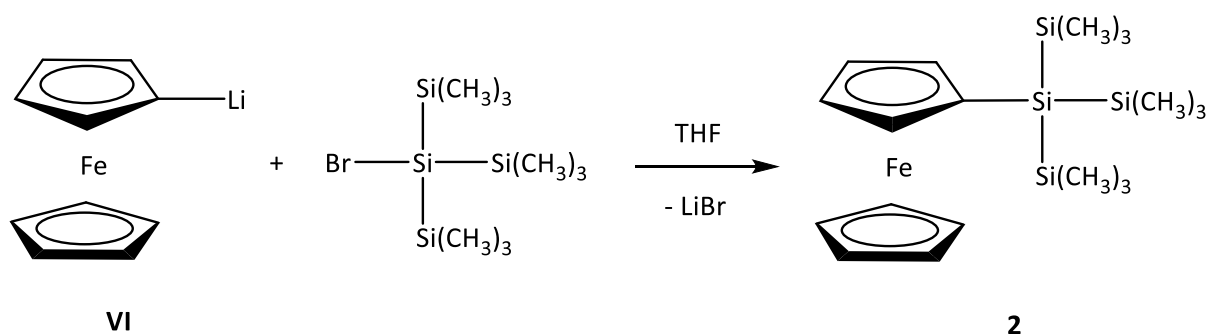


Abbildung 2.3m: Syntheseweg zur Herstellung von 2.

Nach 19-stündiger Reaktionszeit bei Raumtemperatur folgte eine wässrig-saure Aufarbeitung. Die wässrige Phase färbte sich intensiv blau, höchstwahrscheinlich ist diese Färbung durch die Oxidation des unsubstituierten Ferrocens zu Ferroceniumkation bedingt. Auf diese Weise konnte ein Teil des Ferrocens abgetrennt werden, aber laut dem gemessenen Protonen-NMR-Spektrum blieben noch ca. 30 % im Endprodukt enthalten (Abbildung 2.3n).

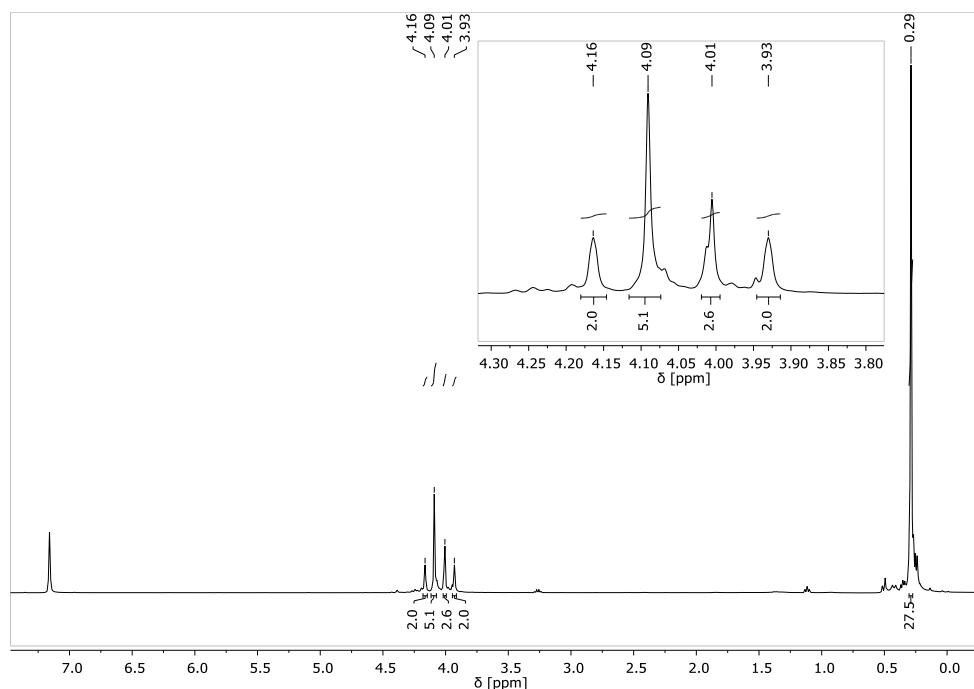


Abbildung 2.3n:  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum von 2, gemessen in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

Durch die Verwendung der gängigsten Trennmethode wie Sublimation oder fraktionierte Kristallisation konnte keine zufriedenstellende Auftrennung erzielt werden, da sich die Verbindungen in Löslichkeitseigenschaften und der Polarität sehr ähneln. Als alternative

## 2. Gang der Untersuchungen

Methode zur Abtrennung des Ferrocens bot sich die Säulenchromatographie an. Die meist verwendeten Materialien für die stationäre Phase wie Aluminiumoxid oder Siliziumdioxid sind allerdings ungeeignet, da diese in der Lage wären die Si-Si-Bindung im Hypersilylrest zu zerstören. Eine weitere Möglichkeit legte die Größenausschlusschromatographie nahe (GPC). Wie im Kapitel 1.6 beschrieben gibt es bei dieser Art der Chromatographie keine Wechselwirkungen zwischen den zu trennenden Substanzen und der stationären Phase. Tatsächlich gelang es Ehrhart<sup>[10]</sup> mit dieser Methode Dihypersilyl-ferrocenyl-Iodstannan vom anhaftenden Ferrocen zu befreien.

In dieser Arbeit wurden als Säulenmaterial Polystyrolkugeln (Bio-Beads der Firma Bio-Rad Laboratories Inc.<sup>[61]</sup>) mit einer Quervernetzung des Divinylbenzols von 12 % (S-X12) und der daraus resultierenden Ausschlussgrenze bis zu einer molaren Masse von 400 g/mol verwendet. Die kleineren Analyten wie Ferrocen (186,04 g/mol) können leichter in die Poren eindringen; somit verlängert sich ihre Retentionszeit. Im Gegensatz dazu, verbringen größere Analyten wie Hypersilylferrocen (432,68 g/mol) nur wenig oder gar keine Zeit in den Poren und eluieren dadurch schneller. Da beide Substanzen farbig sind, war in diesem Fall die visuelle Separation der Banden möglich

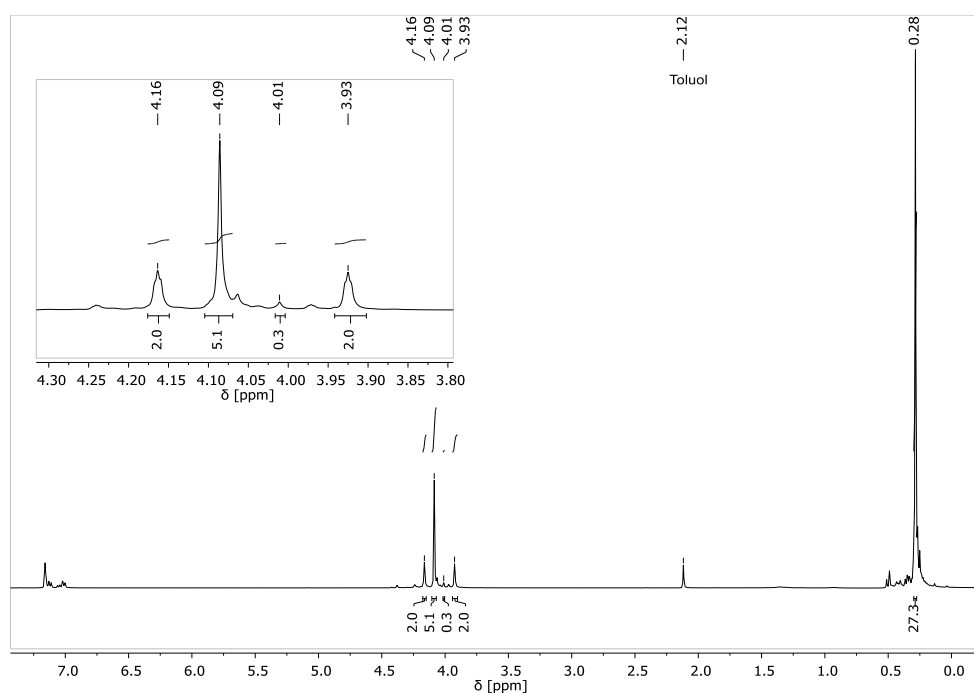


Abbildung 2.30: <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von **2** nach der Aufreinigung mittels GPC, gemessen in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die erfolgreiche Trennung konnte mittels Protonen-NMR-Spektroskopie nachgewiesen werden. In der ersten Fraktion betrug die Restmenge an Ferrocen ca. 3 % (Abbildung 2.3o). In der zweiten Fraktion war der Ferrocen-Anteil deutlich höher. Die dritte Fraktion enthielt nur reines Ferrocen.

### *NMR-spektroskopische Untersuchung*

In Analogie zu dem disubstituierten Derivat **VII** konnten die Resonanzen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Protonen, sowie  $\alpha$ - und  $\beta$ -Kohlenstoffatome des substituierten Cp-Rings von Verbindung **2** durch Aufnahme der zweidimensionalen Spektren (Abbildungen 2.3p, 2.3q und 2.3r) eindeutig zugeordnet werden. In den Tabellen 2.3h und 2.3i ist eine Gegenüberstellung der gemessenen chemischen Verschiebungen in den  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ - und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren der Verbindung **2** in  $\text{C}_6\text{D}_6$  und  $\text{THF-d}_8$  zu sehen. Zusätzlich zu den Signalen der  $\alpha$ -Protonen im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum, die im Vergleich zu den  $\beta$ -Protonen stärker abgeschirmt sind, ist eine Resonanz der chemisch äquivalenten H-Atome im unsubstituierten Cyclopentadienid vorzufinden, welche zwischen den beiden obengenannten Signalen liegt. Dagegen herrschen im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum andere Verhältnisse: Die Lage der Signale der  $\alpha$ -C-Atome ist bei höheren Frequenzen in Vergleich zu der Lage der  $\beta$ -C-Atome zu beobachten. Die Resonanz der Kohlenstoffatome im unsubstituierten Cp-Ring ist zu niedrigeren Frequenzen verschoben. Am stärksten ist das quartäre C-Atom abgeschirmt, da es direkt an das elektropositive Si-Atom gebunden ist und somit am stärksten durch den elektronenschiebenden Hypersilylrest beeinflusst ist. Die  $^1J_{\text{C,H}}$ -Kopplungskonstante in den Methylgruppen des Hyp-Restes mit 120,1 Hz und die  $^1J_{\text{C,H}}$ -Kopplungskonstante im Cp-Ring mit 173,8 Hz weichen nur minimal von den gemessenen Werten für das disubstituierte Derivat ab.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.3h: Chemischen Verschiebungen der Cyclopentadienidringe in ppm von Verbindung **2** in  $C_6D_6$  und THF- $d_8$ .

Cyclopentadienidringe			
$C_6D_6$		THF- $d_8$	
$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$	$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$
3,93	74,9	3,95	75,5
4,09	70,7	4,12	71,2
4,26	68,8	4,32	69,3
	67,0		67,6

Tabelle 2.3i: Chemischen Verschiebungen der Silylsubstituenten in ppm von Verbindung **2** in  $C_6D_6$  und THF- $d_8$ .

	SiMe <sub>3</sub> -Gruppen			Zentrales Si
	$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$	$\delta(^{29}Si)$	$\delta(^{29}Si)$
$C_6D_6$	0,29	1,6	-13,3	-82,4
THF- $d_8$	0,24	1,9	-12,9	-81,0

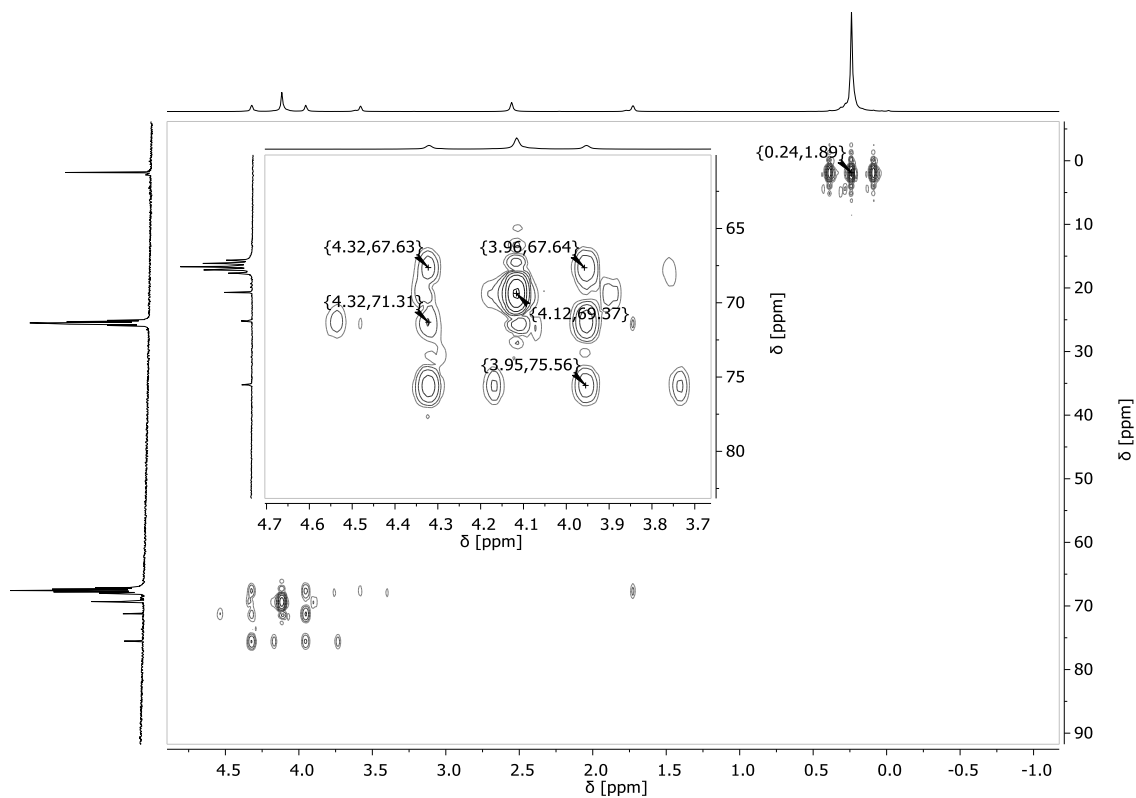


Abbildung 2.3p:  $^1H$ - $^{13}C$ -HMBC-NMR-Spektrum von Verbindung **2** in THF- $d_8$ .

## 2. Gang der Untersuchungen

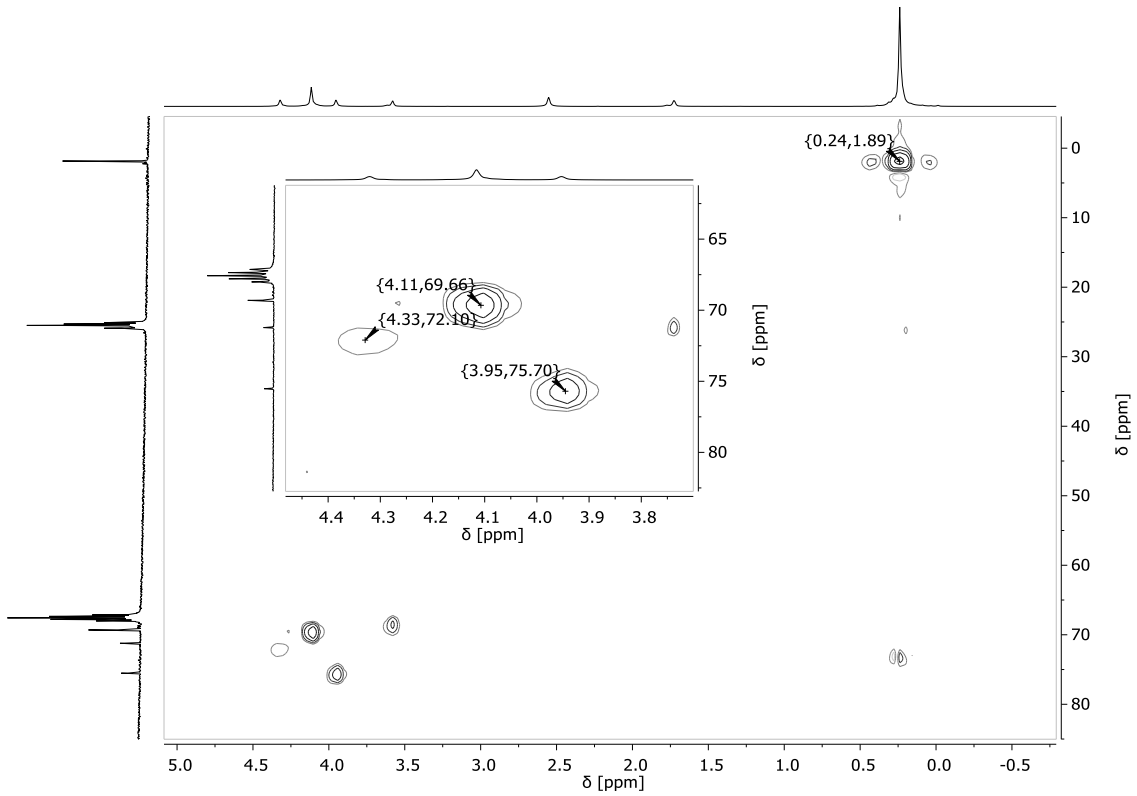


Abbildung 2.3q:  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ -HSQC-NMR-Spektrum von Verbindung **2** in  $\text{THF-d}_8$ .

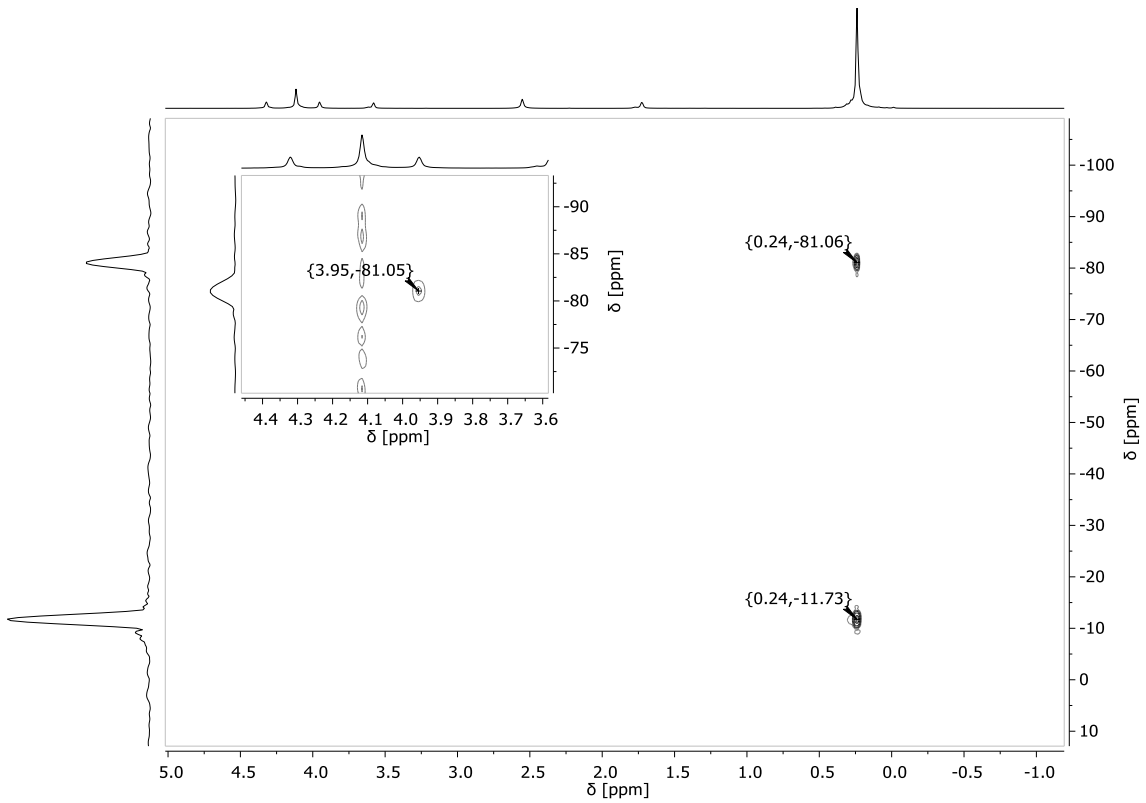
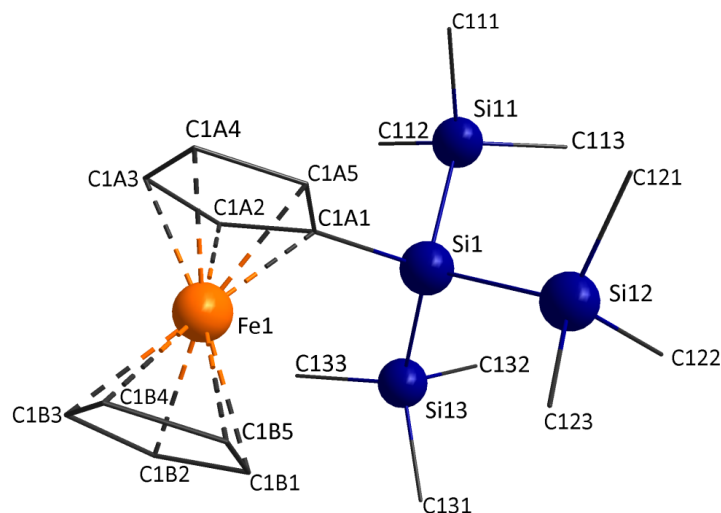


Abbildung 2.3r:  $^1\text{H}$ - $^{29}\text{Si}$ -HMBC-NMR-Spektrum von Verbindung **2** in  $\text{THF-d}_8$ .

## Einkristallstrukturanalyse

Das aufgereinigte Produkt **2** fällt als unterkühlte Flüssigkeit an, die durch das Schockgefrieren im flüssigen Stickstoff zur Kristallisation gebracht werden konnte. Die orangefarbenen Plättchen kristallisieren in der Raumgruppe  $P2_1/c$  des monoklinen Kristallsystems.



Fe(1)-C1(A1 – A5)	2,021(3) – 2,060(3)
Fe(1)-C1(B1 – B5)	2,027(3) – 2,044(4)
Fe(1)-Cp	1,647(5); 1,641(5)
Cp-Cp	3,287(2)
Si1-C1A1	1,889(3)
Si(1)-Si(11 – 13)	2,3477(14) – 2,3630(14)
Si(11)-C(111 – 113)	1,867(3) – 1,881(3)
Si(12)-C(121 – 123)	1,867(3) – 1,882(3)
Si(13)-C(131 – 133)	1,864(3) – 1,873(3)
Si(11)-Si(1)-Si(13)	108,40(5)
Si(12)-Si(1)-Si(11)	108,31(5)
Si(12)-Si(1)-Si(13)	111,20(6)

Abbildung 2.3s: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **2**.

In der Elementarzelle von **2** mit acht Moleküleinheiten befinden sich zwei symmetrie-unabhängige Moleküle. In einem der beiden weisen alle Atome, mit Ausnahme des Siliziumatoms Si2 und des Eisenatoms Fe2, eine Lagefehlordnung auf, wobei die erste Lage zu 58 % bzw. die zweite Lage zu 42 % besetzt ist. Die Molekülstruktur des nicht fehlgeordneten Moleküls und ausgewählte Bindungslängen und -winkel sind in der

## 2. Gang der Untersuchungen

Abbildung 2.3s zu sehen. Ein Bild mit beiden symmetrieunabhängigen Molekülen und die vollständigen Strukturdaten sind im Anhang (siehe Kapitel 5.3.2) zu finden. Im Folgendem wird lediglich auf die Struktur des nicht fehlgeordneten Moleküls eingegangen.

Tabelle 2.3j: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung 2.

<b>Summenformel</b>	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> FeSi <sub>4</sub>	
<b>Molmasse</b>	432,68 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	monoklin	
<b>Raumgruppe</b>	P2 <sub>1</sub> /c	
<b>Metrik</b>	a = 16,1938(14) Å	α = 90°
	b = 9,3847(8) Å	β = 92,761(2)°
	c = 32,830(3) Å	γ = 90°
<b>Formeleinheiten</b>	8	
<b>Daten / Parameter</b>	12015 / 632	
<b>GOF</b>	0,722	
<b>R1</b>	0,0442/ 0,1886	
<b>wR2</b>	0,0524/ 0,0718	

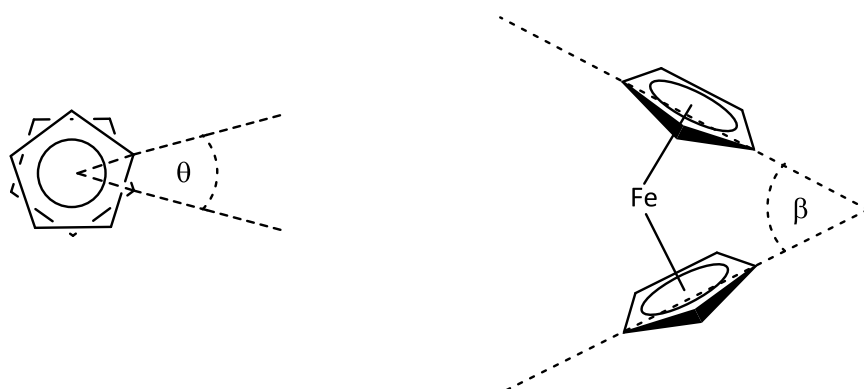


Abbildung 2.3t Der Torsionswinkel  $\theta$  und Neigungswinkel  $\beta$  im Ferrocengerüst.

Es wird allgemein angenommen, dass die Geometrie des Ferrocen-Grundgerüsts sehr flexibel in Bezug auf die sich ändernden Substituenten reagieren kann. Bekannterweise wird



## 2. Gang der Untersuchungen

es durch die Neigung der Cp-Ringe (Winkel  $\beta$ ) oder Erhöhung des Torsionswinkels  $\theta$  (entlang der Achse zwischen den beiden Cp-Ringzentren) realisiert<sup>[70]</sup> (Abbildung 2.3t).

Die verlängerte Bindung zwischen dem zentralen Siliziumatom Si der Hypersilylgruppe und dem Kohlenstoffatom C1A1 des Cyclopentadienidrestes (1,889(3) Å) im Vergleich zu der im Monosilylferrocenophan vom *Pannell*<sup>[21]</sup> (1,86(4) Å) um ca. 1,4 % veranschaulicht den sterischen Einfluss des Hypersilylrests. Dies äußert sich auch geringfügig in der leichten Neigung der beiden Cyclopentadienidringe um 3,76(2)° zueinander. Darüber hinaus weicht die Orientierung der Cp-Ringe um  $\theta = 4,35(3)^\circ$  von der ekliptischen Anordnung ab. Der Abstand vom Eisenatom zum substituententragenden Cp-Ring ist mit 1,64(5) Å etwas kleiner als der zum unsubstituierten Cp-Ring mit 1,65(5) Å. Diese Abweichung kann dem Vorhandensein des Substituenten zugeschrieben werden. Die Fe-C-Abstände liegen zwischen 2,02(3) Å und 2,06(3) Å, wobei der Abstand zum *ipso*-Kohlenstoffatom am längsten ausfällt. So verhält es sich auch mit den Bindungswinkeln  $C_{\text{Ring1}}\text{-Fe-C}_{\text{Ring2}}$ : Diese betragen zwischen 104,61(15)° und 110,06°, wobei der C1A1-Fe1-C1B1-Winkel am größten gerät. Es konnte kein einheitlicher Trend der Längen- und Winkelverteilung in monosubstituierten Ferrocenen festgestellt werden, höchstwahrscheinlich ist dieser stark substituentenabhängig.

Die Bindungslängen und -winkel im Hypersilylrest liegen im erwarteten Bereich und sind mit denen in Verbindung **1** vergleichbar.

Das Monohypersilylferrocen wurde, wie auch Dihypersilylferrocen, mößbauerspektroskopisch analysiert (Abbildung 2.3u). Den Erwartungen entsprechend sind die erhaltenen Werte für die Isomerieverschiebung  $\delta = 0,543(1)$  mm/s und Quadrupolaufspaltung  $\Delta = 2,340(2)$  mm/s bei Verbindung **2** etwas größer als die der entsprechenden disubstituierten Verbindung (Kapitel 1.5).

## 2. Gang der Untersuchungen

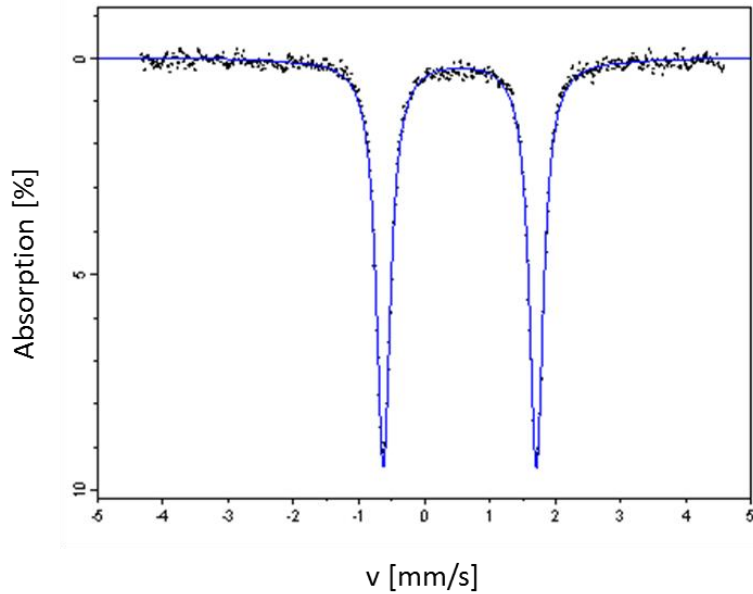


Abbildung 2.3u: Mößbauerspektrum von Verbindung 2.

### IR-Spektroskopische Untersuchung

Tabelle 2.3k: Zuordnung der IR-Banden der Verbindung 2.

Wellenzahlen [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Schwingungstyp und zugeordnete Gruppe	Intensität
2949,59	$\nu_{\text{as}}$ ( $\text{CH}_3$ )	w
2892,70	$\nu_{\text{s}}$ ( $\text{CH}_3$ )	vw
1395,25	$\delta_{\text{as}}$ ( $\text{CH}_3$ )	vw
1241,93	$\delta_{\text{s}}$ ( $\text{CH}_3$ )	s
1149,37	$\delta$ ( $\text{Cp}_{(\text{C-H})}$ )	w
1024,98	$\delta$ ( $\text{Cp}_{(\text{C-H})}$ )	w
826,35	$\rho_{\text{as}}$ ( $\text{CH}_3$ )	vs
744,39	$\rho_{\text{s}}$ ( $\text{CH}_3$ )	w
685,57	$\nu_{\text{as}}$ ( $\text{SiC}_3$ )	s
623,86	$\nu_{\text{s}}$ ( $\text{SiC}_3$ )	m
614,22	$\delta$ ( $\text{Cp}_{(\text{C=C})}$ )	m
588,18	$\text{Fe-Cp}$	vw

Da das IR-Spektrum im Bereich von  $4000\text{ cm}^{-1}$  bis  $580\text{ cm}^{-1}$  aufgenommen wurde, sind die  $\text{Si}_3\text{-Si}$ -Schwingungsbanden, die unter  $450\text{ cm}^{-1}$  liegen, nicht sichtbar. In der Tabelle 2.3k sind die gefundenen IR-aktiven Schwingungen den jeweiligen Gruppen zugeordnet.

## 2.4 Ferrocenylsubstituierte Kalium- und Cäsium-Silanide

Wie im Kapitel 1.1.2 geschildert lassen sich die dargestellten Verbindungen **VII** und **2** durch den nukleophilen Angriff eines Kalium- bzw. Cäsium-*tert*-butanols an die Trimethylsilylgruppe in die entsprechenden Oligosilylanionen überführen. Das erste Dianion des 1,1'-Oligosilylferrocens (**VIII**) wurde 2007 vom *Marschner*<sup>[65]</sup> beschrieben. Dieser wurde in Benzol unter Zugabe von zwei Äquivalenten an Kronenether ([18]-Krone-6) und 2,1 Äquivalenten an  $\text{KO}^t\text{Bu}$  in Form von dunkelroten Kristalle isoliert, in denen die Kaliumkationen vom Kronenether koordiniert vorlagen (Abbildung 2.4a).

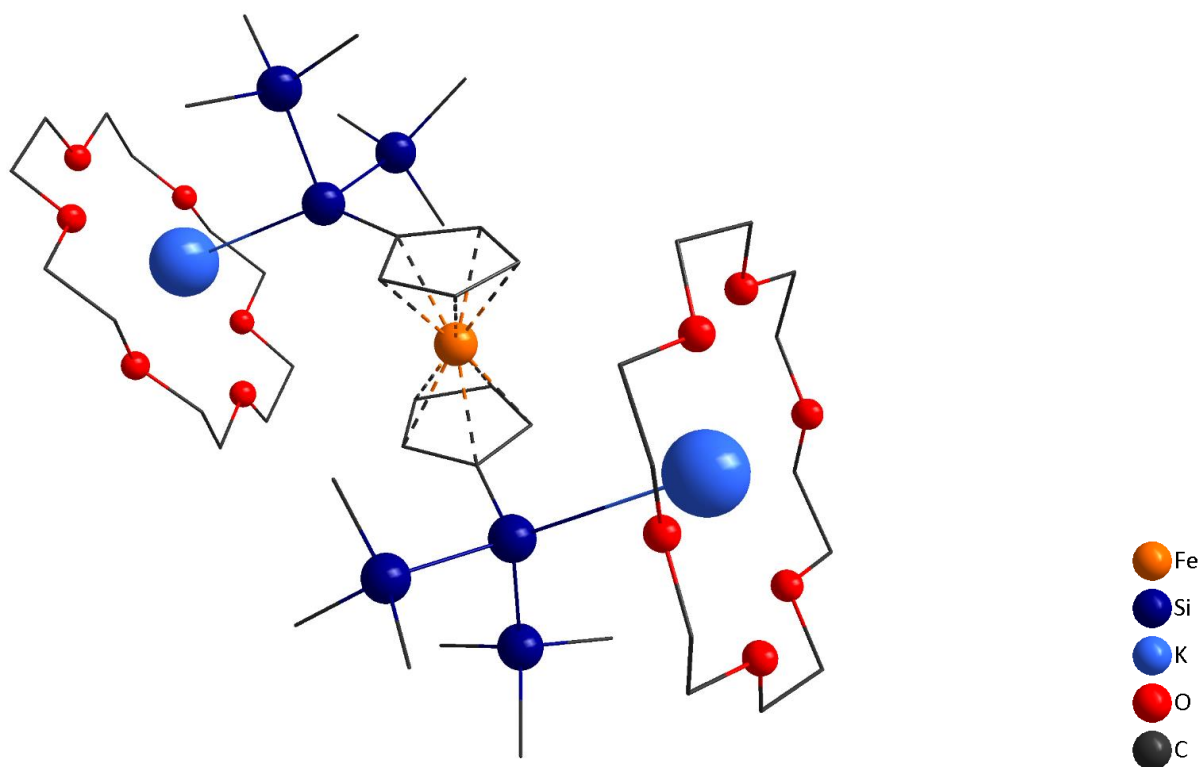


Abbildung 2.4a: Kaliumderivat des 1,1'-Oligosilylferrocens (**VIII**).

Da laut *Marschner* die Reaktionsführung auch in THF ohne Zugabe von Kronenether realisierbar ist, wurde auf die Verwendung des toxischen Benzols verzichtet. Die

## 2. Gang der Untersuchungen

Ausgangsverbindungen **VII** und **2** wurden in THF mit einem *tert*-Butoxid bei Raumtemperatur umgesetzt (Abbildung 2.4b). Die orangefarbene Lösung färbte sich über Nacht dunkelrot und nach dem Entfernen des Lösungsmittels blieb ein roter pulverförmiger Feststoff zurück. Eine Abnahme der Reaktionsgeschwindigkeit wurde bei der Herstellung von Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-kalium (**4**) festgestellt. In diesem Fall erhöhte sich die Reaktionszeit um zwei Tage, was auf eine merklich geringere Nucleophilie des Kaliumalkoholats hinweist. Analoges Sachverhalt wurde bei der Herstellung von Alkalimetall-tris(trimethylsilyl)silylen von *Klinkhammer*<sup>[30]</sup> beobachtet.

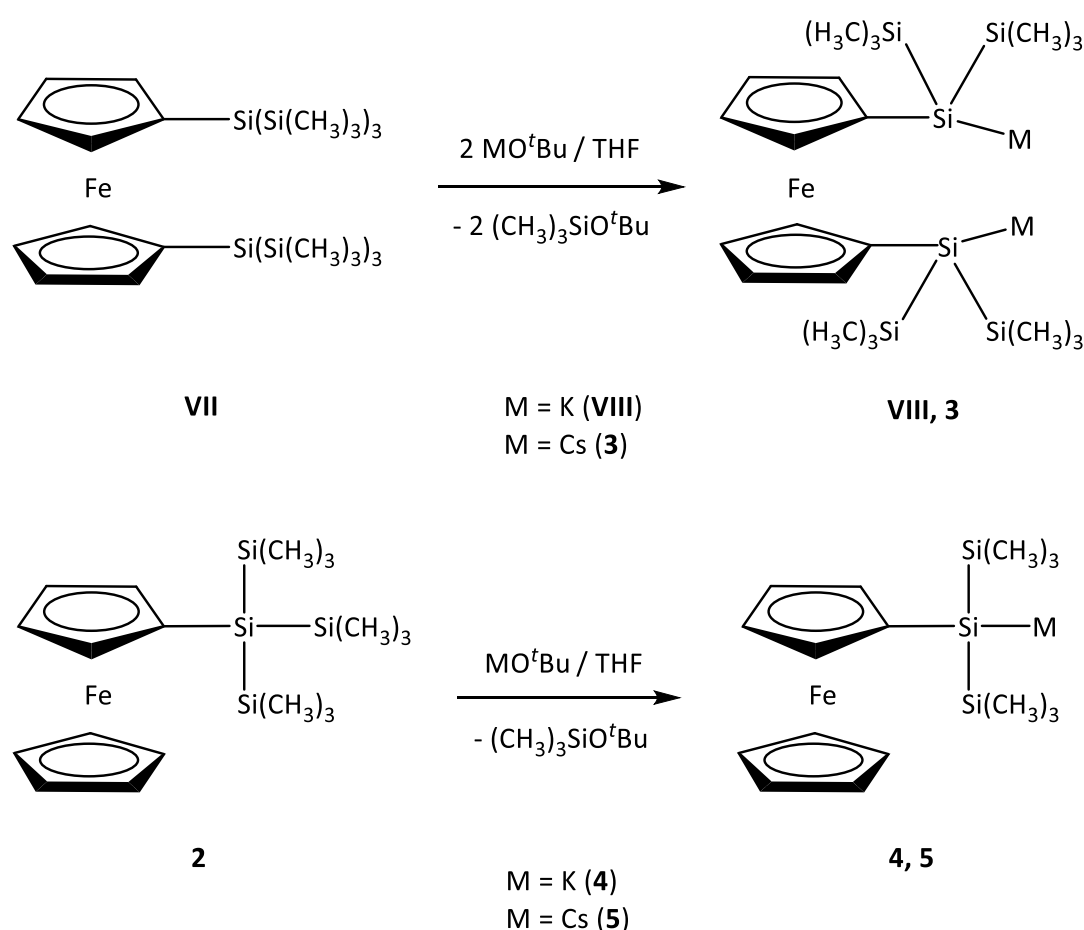


Abbildung 2.4b: Synthesen der ferrocenylsubstituierten Oligosilanide **VIII, 3, 4** und **5**.

Die erhaltenen Oligosilylferrocene **VIII, 3, 4** und **5** lassen sich durch das AufschlÄmmen im *n*-Pentan und anschließender Trocknung im dynamischen Hochvakuum bei 35°C in reiner Form darstellen. Die Verbindungen sind Äußerst luft- und feuchtigkeitsempfindlich. Im Besonderen betrifft dies die Monosilylderivate **4** und **5**, bei denen sogar unter Inertgasatmosphäre eine Zersetzung zu beobachten war, die sich in einer schnellen

## 2. Gang der Untersuchungen

Farbänderung von rot nach blass gelb äußerte. Die erzielten Ausbeuten der Verbindungen **VIII**, **3** und **5** lagen über 90 %, während die Verbindung **4** mit 70 %-iger Ausbeute erhalten wurde. Wie sich im Laufe der Untersuchungen herausstellte, wurden für die weiterführenden Reaktionen keine basenfreien Alkalimetallsilanide benötigt, sodass auf die aufwendige Abtrennung des koordinierten THF's verzichtet wurde.

### NMR-Spektroskopische Untersuchung

Die Verschiebungen der Signallagen in den untersuchten Verbindungen **VIII**, **3**, **4** und **5** im Vergleich zu den Ausgangssubstanzen **VII** und **2** sind in erster Linie durch die Präsenz einer negativen Partialladung am zentralen Siliziumatom bedingt, welche durch die Absenkung des Elektronegativitätswertes der Substituenten hervorgerufen wurde. Ein zweiter wichtiger Aspekt ist der Einfluss des deuterierten Lösungsmittels, in dem die Spektren aufgenommen worden sind. Die Cäsiumsalze waren in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> kaum löslich, deswegen wurde die Messung der <sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C- und <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren der Verbindung **3** und **5** in THF-d<sub>8</sub> durchgeführt. In der Tabelle 2.4a findet sich eine Gegenüberstellung der beobachteten chemischen Verschiebungen der Cyclopentadienidringe des Ferrocenrückgrats. Die Resonanzen des unsubstituierten Cp-Rings sind kursiv, die der quartären C-Atomen unterstrichen wiedergegeben.

Tabelle 2.4a: Chemischen Verschiebungen der Cyclopentadienidringe in ppm von Verbindungen **VII**, **2**, **VIII**, **3**, **4** und **5** in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> und THF-d<sub>8</sub>.

		Cyclopentadienidringe						
Verbindung		<sup>1</sup> H			<sup>13</sup> C			
C <sub>6</sub> D <sub>6</sub>	<b>VII</b>	4,05	4,38		74,9	72,0	<u>67,6</u>	
	<b>2</b>	3,93	4,09	4,26	74,9	70,7	68,8	<u>67,0</u>
	<b>VIII</b>	3,94	4,38		<u>82,2</u>	73,6	73,1	
	<b>4</b>	3,79	3,96	4,24	-	73,5	69,8	68,6
THF-d <sub>8</sub>	<b>VII</b>	3,95	4,31		75,5	72,4	<u>68,3</u>	
	<b>2</b>	3,95	4,12	4,32	75,5	71,2	69,3	<u>67,6</u>
	<b>3</b>	3,62	3,88		<u>85,9</u>	76,4	69,8	
	<b>5</b>	3,81	3,88	3,93	<u>89,6</u>	75,7	69,3	68,3

## 2. Gang der Untersuchungen

Es lässt sich ein allgemeiner Trend der Verschiebungen der Resonanzen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Protonen in den  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum unabhängig von dem deuterierten Lösungsmittel zu niedrigeren Frequenzen feststellen.

Im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum sind die extremen Verschiebungen der Resonanzen der *ipso*-C-Atome im Schnitt um 18 ppm zu höheren Frequenzen am auffälligsten. Dieser Befund verdeutlicht den überwiegend ionischen Charakter der M-Si-Bindung, der durch die Ladungsübertragung vom Alkalimetall auf das Siliziumatom hervorgerufen wird. Die Resonanz des quartären C-Atoms der Verbindung **4** konnte nicht erfasst werden. Dies ist vermutlich auf den negativen Kern-Overhauser-Effekt, der bei vielen analogen THF-Addukten in den breitbandentkoppelten Spektren auftritt, zurückzuführen<sup>[25]</sup>. Wie in den Kapiteln 2.3.2 und 2.2.3 aufgeführt, war eine genaue Zuordnung der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Protonen, sowie der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Kohlenstoffatome durch die Aufnahme diverse zweidimensionaler Spektren möglich. So wurde angenommen, dass diese Zuweisung auch auf die Alkalimetallsilanide übertragbar wäre, da die obengenannten Atome am weitesten von dem Substitutionsort entfernt vorliegen und folglich nur in geringem Maße beeinflusst werden sollten.

Entgegen den Erwartungen, wurde in den aufgenommenen  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -Spektren teilweise eine abweichende Signalabfolge registriert. In der Abbildung 2.4c ist dieser Sachverhalt an einem ausgewählten Beispiel dargestellt. Dementsprechend wären zeitaufwendige zweidimensionale NMR-spektroskopische Aufnahmen aller vier Verbindungen **VIII**, **3**, **4** und **5** notwendig, um die Signalzugehörigkeit zweifelsfrei definieren zu können. Hierauf wurde aber im Rahmen dieser Arbeit aus zeitlichen Gründen verzichtet.

## 2. Gang der Untersuchungen

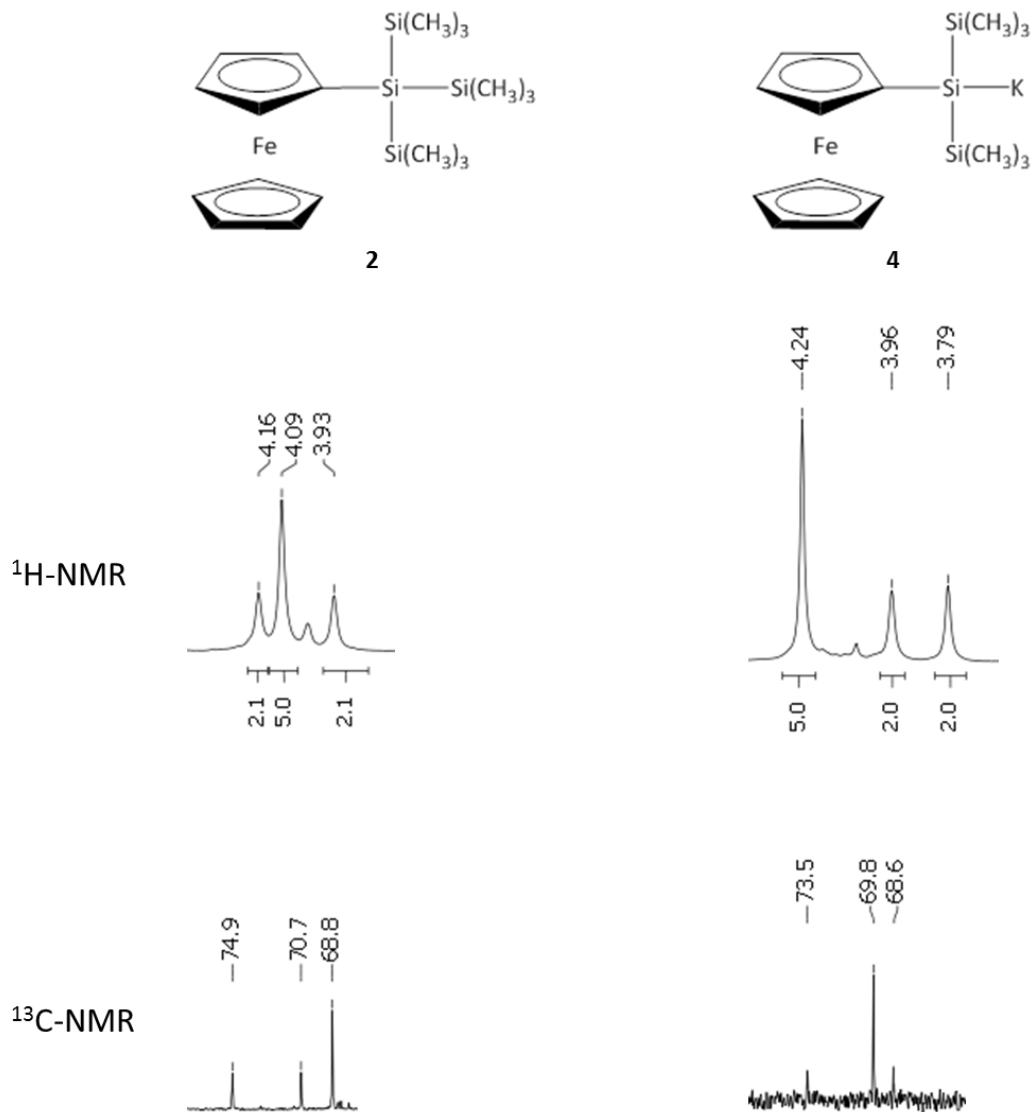


Abbildung 2.4c: Vergleich der Signalabfolge in den  $^1\text{H}$  und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren der Verbindungen **2** und **4** gemessen in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

In der Tabelle 2.4b sind die erfassten Resonanzen der Trimethylsilylgruppen der Alkalimetallsilanide den chemischen Verschiebungen der Edukte **VII** und **2** gegenübergestellt.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.4b

Chemischen Verschiebungen der Silylsubstituenten in ppm von Verbindungen VII, 2, VIII, 3, 4 und 5 in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> und THF-d<sub>8</sub>.

Verbindung		SiMe <sub>3</sub> -Gruppen			Zentrales Si
		$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(^{29}\text{Si})$	$\delta(^{29}\text{Si})$
C <sub>6</sub> D <sub>6</sub>	VII	0,31	1,7	-13,0	-81,9
	2	0,29	1,6	-13,3	-82,4
	VIII	0,60	5,8	-10,8	-109,4
	4	0,55	5,5	-10,6	-105,7
THF-d <sub>8</sub>	VII	0,24	1,9	-14,8	-83,9
	2	0,24	1,9	-12,9	-81,0
	3	0,05	5,8	-11,2	-112,2
	5	0,05	5,6	-9,5	-111,7

Während im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum die Protonen der Methylgruppen der Alkalimetallsilanide in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> bei höheren Frequenzen im Vergleich zu den Ausgangssubstanzen absorbieren, sind die Singulets der in THF-d<sub>8</sub> gemessenen Spezies, deutlich stärker abgeschirmt.

Die <sup>13</sup>C-NMR-Spektren zeigen die Signale der Trimethylsilylsubstituenten, die unabhängig von den verwendeten Solventien nur gering variieren und bei einer höheren Frequenz im Vergleich zu den Signalen der Edukte erscheinen.

Im einem eindimensionalen <sup>29</sup>Si-NMR-Spektrum waren die Resonanzen des Alkalimetallgebundenen Siliziumatoms nicht sichtbar. Erst durch die Aufnahme eines HSQC-<sup>1</sup>H-<sup>29</sup>Si-korrelierten zweidimensionalen NMR-Spektrums war es möglich diese Resonanzen zu beobachten, die erwartungsgemäß eine starke Verschiebung zu niedrigeren Frequenzen erfahren. Hingegen weisen die peripheren Siliziumatome eine Resonanz bei einer höheren Frequenz im Vergleich zu den Ausgangsverbindungen auf. Vergleichbare Verhältnisse werden oft bei Alkalimetallsilaniden beobachtet<sup>[25]</sup>. Allerdings sind die  $\delta$ -Werte des partial negativ geladenen zentralen Si-Atoms erheblich kleiner. Dies ist damit zu begründen, dass sich in den ferrocenylsubstituierten Silaniden die Anzahl der elektronenschiebenden Siliziumatome verringert hat. Zudem befindet sich die negative Ladung in direkter Nachbarschaft zum aromatischen Cyclopentadienidring und wird so teilweise kompensiert. Dies gilt auch für



## 2. Gang der Untersuchungen

Phenylbis(trimethylsilyl)silyl-Kalium ( $\text{PhSi}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2\text{K}$ ), das genauso ein aromatisches System als Substituenten trägt und eine vergleichbare Resonanz des zentralen Si-Atoms bei  $-99,3$  ppm aufweist.

Ein häufiger Aspekt, der in den NMR-Spektren beim Herstellen und bei den Umsetzungen mit Alkalimetallhypersilaniden auftritt, ist das Vorhanden des Hypersilans. Entsprechende Beobachtungen wurden auch bei der Darstellung und weiterführenden Reaktionen der Verbindungen **VIII**, **3**, **4** und **5** gemacht. In der Abbildung 2.4d sind die jeweils hydrolysierten Formen dieser Substanzen 1,1'-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (**IX**) und Bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilan (**6**) dargestellt. Die Verbindung **IX** ist bei Raumtemperatur ein rotes Öl und wurde von *Marschner*<sup>[65]</sup> durch saure Hydrolyse von **VIII** gezielt dargestellt und NMR-spektroskopisch sowie röntgenkristallographisch charakterisiert. Die in den NMR-Spektren dieser Arbeit aufgetretene Verbindung **6** konnte bis jetzt nicht isoliert werden.

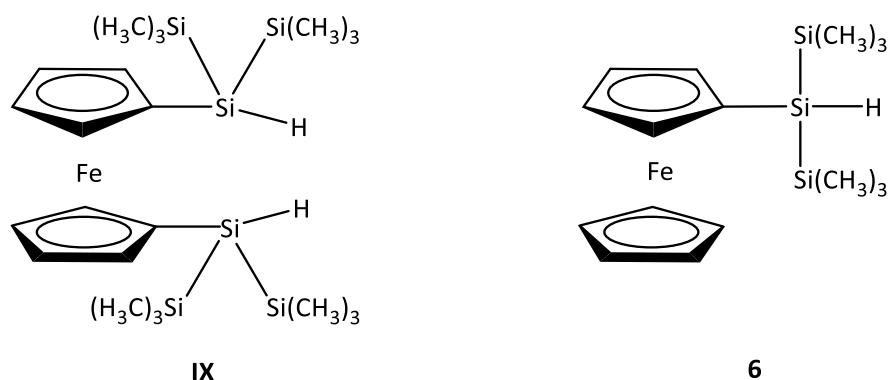


Abbildung 2.4d: Ferrocenylsubstituierte Hydrosilane **IX** und **6**.

Die Verbindung **VIII** erwies sich als ein wichtiges Ausgangsmaterial zur Synthese einer Vielzahl an *ansa*-Oligosilylferrocenen, die über intramolekulare, interannulare Verbrückung verfügen. So nutzten *Marschner et al.*<sup>[65]</sup> das Dianion **VIII**, um zahlreiche 1,1'-Oligosilyl-*ansa*-ferrocene mit diversen verbrückenden Elementen zu erzeugen. Es wurden sowohl etliche Derivate mit Siliziumbrückenatomen als auch mit anderen Atomen, wie Phosphor, Zink, Hafnium und Magnesium umfassend untersucht (Abbildung 2.4e und 2.4f).

## 2. Gang der Untersuchungen

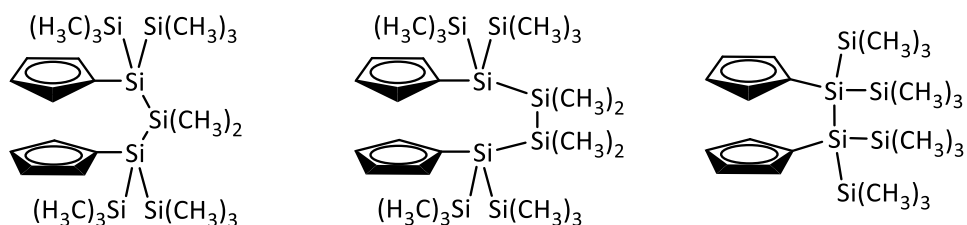


Abbildung 2.4e: 1,1'-Oligosilyl-ansa-ferrocene mit Siliziumbrückenatomen.

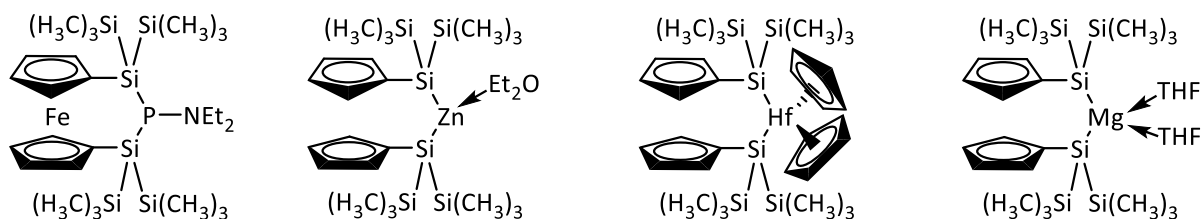
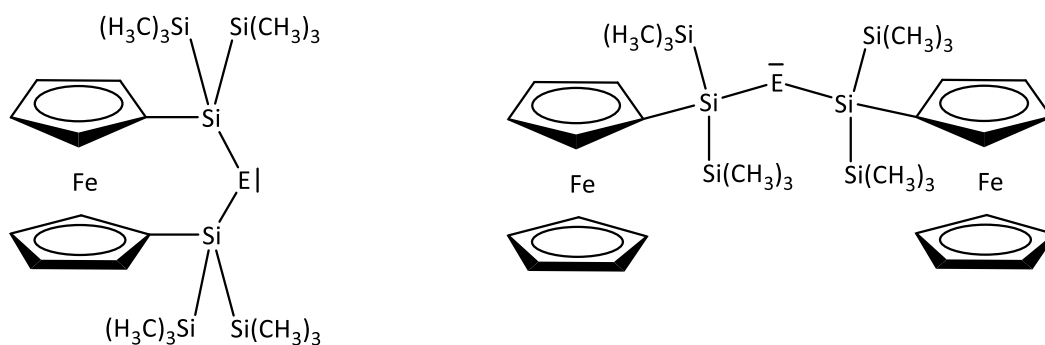


Abbildung 2.4f: 1,1'-Oligosilyl-ansa-ferrocene mit verschiedenen verbrückenden Elementen.

Im Rahmen dieser Doktorarbeit wurde erstmals versucht ferrocenylsubstituierte Derivate des zweiwertigen Zinns und Bleis zugänglich zu machen. Dabei wurden die in der Abbildung 2.4g dargestellten Zielverbindungen anvisiert. Es war besonders interessant zu erkunden, ob diese in monomerer Form erhalten werden können oder ob sie isomerisieren und/oder oligomerisieren (Abbildung 2.4h).



E = Sn, Pb

Abbildung 2.4g: Struktur der gewünschten ferrocenylsubstituierten Stannylene und Plumbylene.

## 2. Gang der Untersuchungen

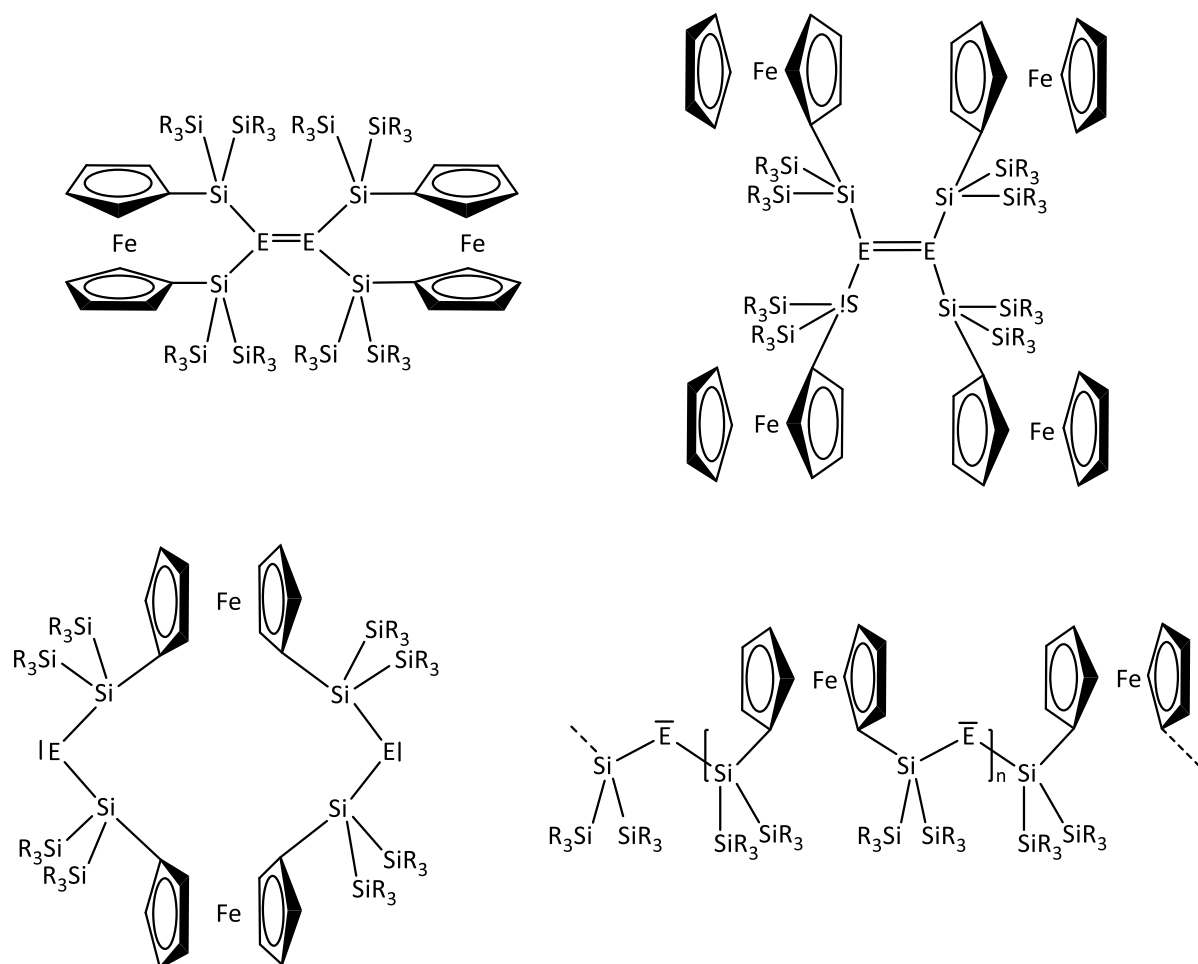


Abbildung 2.4h: Mögliche nicht monomere Formen der ferrocenylsubstituierten Stannylene und Plumbylene.

## 2.5 Syntheseveruche zur Darstellung ferrocenylsubstituierter Stannylene und Plumbylene

In Analogie zur Synthese von Dihypersilylstannylene ( $\text{SnHyp}_2$ ) bzw. -plumbylene ( $\text{PbHyp}_2$ )<sup>[71]</sup> wurde als erstes versucht die Verbindung **VIII** zur Synthese des gewünschten ferrocenylsubstituierten Stannylens zu nutzen (Abbildung 2.5a).



## 2. Gang der Untersuchungen

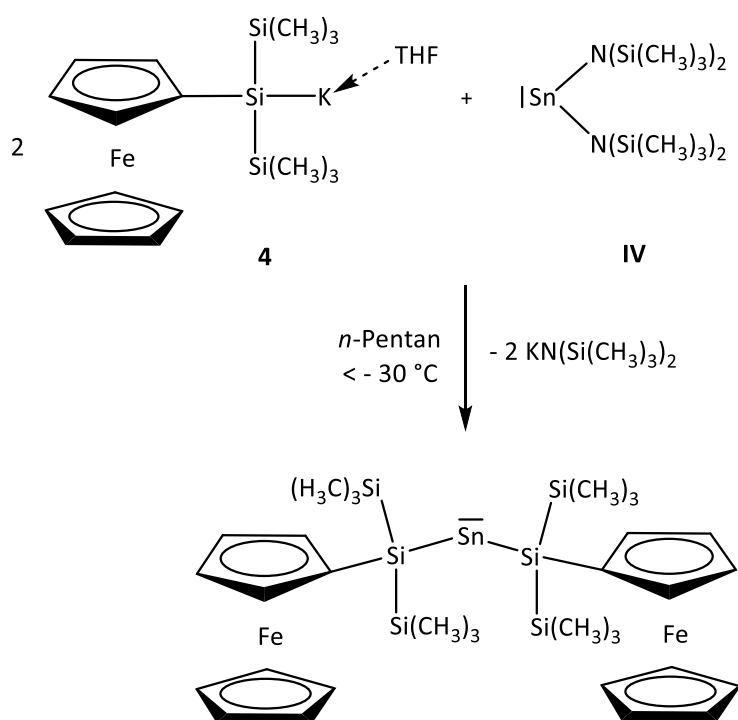


Abbildung 2.5b: Syntheseversuch zur Darstellung des ferrocenylsubstituierten Stannylen in *n*-Pentan.

Es wurde erhofft, dass die leicht erhöhte Löslichkeit des THF-Solvats der Verbindung **4** in *n*-Pentan, sich positiv auf die Reaktionsführung auswirken könnte. Zusätzlich wurde explizit darauf geachtet, dass **4** nicht im Überschuss vorliegt, sodass keine Addition seitens Silanidanion **4** an das im Laufe der Reaktion gebildete Stannylene stattfinden kann und somit kein Stannanid entstehen kann. Bekanntlich wird bei der Synthese von SnHyp<sub>2</sub> in Gegenwart eines Überschusses an Alkalimetallhypersilanid unterhalb von  $-40^{\circ}\text{C}$  Kalium-tri(hypersilyl)stannanid ( $\text{K}[\text{SnHyp}_3]$ ) gebildet<sup>[30]</sup>.

Im Verlauf der Reaktion konnte keine optische Veränderung der hellroten Lösung festgestellt werden. Auch die NMR-spektroskopische Untersuchung des Feststoffes nach dem Entfernen des Lösungsmittels *n*-Pentan zeigte, dass die Umsetzung nicht vollständig abgelaufen ist, da im Produktgemisch noch Resonanzen der Edukte mit hoher Intensität vorhanden waren. Zudem ist höchstwahrscheinlich Feuchtigkeit in den Reaktionskolben eingedrungen, da eine hohe Menge an protoniertem Monokaliumsalz **6** vorlag. Zwar ist auch Kalium-bis(trimethylsilyl)amid als erwartetes Nebenprodukt der Stannylen synthese entstanden, gleichzeitig war aber eine Vielzahl an intensitätsschwachen Signalen zu finden, von denen keines sicher dem gewünschten Stannylene zugeordnet werden konnte.

## 2. Gang der Untersuchungen

Um die Löslichkeit der Ausgangsverbindung **4** zu erhöhen, wurde im nächsten Reaktionsansatz – unter sonst gleichen Reaktionsbedingungen – dem Lösungsmittel *n*-Pentan eine geringe Menge an Toluol zugesetzt. Bei der Reaktionsführung wurde streng darauf geachtet werden, dass die Temperatur stets unterhalb von  $-30^{\circ}\text{C}$  lag, da oberhalb dieser Temperaturgrenze Nebenreaktionen mit dem Lösungsmittel Toluol ablaufen<sup>[30]</sup>.

Nach der Zugabe von Toluol war sofort ein Farbumschlag von hellrot nach grün-braun zu beobachten, der nach einer kurzen Zeit zu rotbraun gewechselt hat. Die NMR-spektroskopische Untersuchung, die nach dem Entfernen des Lösungsmittelgemisches vorgenommen wurde, zeigte neben den Signalen von Kalium-bis(trimethylsilyl)amid und Verbindung **6**, stark verbreitete Signale in Bereich von 0,4 ppm bis 0,6 ppm. Folglich wurde wieder wie nach dem ersten Syntheseversuch ein radikalischer Charakter der abgelaufenen Reaktion sowie der entstandenen Verbindung vermutet. Die ESR-spektroskopische Messung zeigte, dass im Produktgemisch paramagnetische Spezies vorhanden war.

Auf der Suche nach weiteren brauchbaren Lösungsmitteln zur Herstellung der erstrebten ferrocenylsubstituierten Stannylene und Plumbylene (Abbildung 2.4g) wurden mehrere Ansätze in unterschiedlichen Konstellationen (s. Tabelle 2.5a) in deuteriertem Benzol im NMR-Röhrchen-Maßstab durchgeführt. So konnten erste Hinweise auf die Eignung des Benzols als Lösungsmittels gewonnen werden.

Tabelle 2.5a: Übersicht der Zusammensetzung der durchgeführten Umsetzungen im NMR-Röhrchen Maßstab.

<b>Ansatz</b>	<b>Edukte</b>
<b>1</b>	<b>3 + IV</b>
<b>2</b>	<b>4 + IV</b>
<b>3</b>	<b>5 + IV</b>
<b>4</b>	<b>5 + V</b>
<b>5</b>	<b>4 + V</b>

Das jeweilige Alkalimetallsilanid wurde unter Lichtausschluss im deuterierten Benzol bei  $+10^{\circ}\text{C}$  vorgelegt. Aufgrund der mäßigen bis schlechten Löslichkeit der Edukte **3** – **5** enthielt die hell rot gefärbte Lösung immer einen Bodensatz. Nach der Zugabe von **IV** wurde die Reaktionslösung allmählich dunkler, der Niederschlag löste sich auf und es entstand eine

## 2. Gang der Untersuchungen

weinrote Lösung. Nur im ersten Ansatz blieb der Bodensatz bestehen und es konnte keine so stark ausgeprägte Farbänderung beobachtet werden. Im Falle der Zugabe von Pb-Amid **V** hat sich die Reaktionslösung dunkelbraun mit leichtem Grüntich gefärbt. Das NMR-Röhrchen wurde nach ca. 10-minütigen Reaktionszeit abgeschmolzen und sofort NMR-spektroskopisch vermessen.

Das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum des *ersten Reaktionsansatzes* zeigte nur die Resonanz des Eduktes **IV**. Folglich hat unter den obengenannten Reaktionsbedingungen keine Umsetzung stattgefunden.

Ein etwas abweichendes Ergebnis brachte die  $^1\text{H}$ -NMR-spektroskopische Messung des *zweiten Reaktionsansatzes*: Die Hauptresonanz bei 0,29 ppm gehörte zwar auch dem eingesetzten Edukt **IV**, zusätzlich waren im Bereich von 0,4 ppm bis 0,7 ppm mehrere kleine verbreitete Signale zu sehen, sowie ein Singulett geringer Intensität bei 0,14 ppm, dass dem Kalium-bis(trimethylsilyl)amid zugehörig war. So konnte angenommen werden, dass ein geringer Anteil der Edukte unter Entstehung der Produkte radikalischen Charakters reagiert hat. Zur Bestätigung der gemachten Annahme wurde eine ESR-spektroskopische Messung vorgenommen, die ein Signal detektierte.

Ein vergleichbares Resultat ergab die *Umsetzung 3*. Im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum war ein scharfes Singulett der Ausgangsverbindung **IV** zu sehen und mehrere verbreitete Signale geringer Intensität im Bereich von 0,4 ppm bis 0,7 ppm. Bei 0,1 ppm konnte eine Resonanz gefunden werden, die vermutlich dem in einer kleinen Menge entstandenen Bis(trimethylsilyl)amin zuzuschreiben ist. Auch hier konnte mittels Aufnahme einer ESR-spektroskopischen Messung das Vorhandensein einer paramagnetischen Spezies bestätigt werden.

Die aufgenommenen NMR-Spektren der *Umsetzungen 4 und 5*, die mit **V** durchgeführt worden sind, zeigten dagegen deutlich, dass die beiden Edukte im  $\text{C}_6\text{D}_6$  miteinander reagiert haben. Den ersten Hinweis dazu gab es auch schon in der oben erwähnten Farbänderung der Reaktionslösung nach der Pb-Amid-Zugabe. In der Abbildung 2.5c ist das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum der vierten Umsetzung zu sehen. Ein scharfes Singulett bei 0,72 ppm könnte gemäß seiner chemischen Verschiebung eine ferrocenylsubstituierte Bleiverbindung sein, die

## 2. Gang der Untersuchungen

möglicherweise als Plumbanid vorliegt, da vergleichbare Derivate anderer silylsubstituierter Plumbylene<sup>[45]</sup> eine Verschiebung zu höheren Frequenzen erfahren. Das Signal des unsubstituierten Cyclopentadienidrings der Ferrocenyleinheit ist bei 4,36 ppm zu finden. Die Resonanzen des substituierten Rings können aufgrund der geringen Intensität und leichten Verbreiterung der Signale nicht eindeutig zugeordnet werden. Das als Nebenprodukt erwartete Cäsium-bis(trimethylsilyl)amid zeigt eine chemische Verschiebung bei 0,23 ppm. In geringem Maße sind auch weitere Nebenprodukte Bis(trimethylsilyl)amin bei 0,1 ppm und die Verbindung **6** mit den dazugehörigen Resonanzen bei 0,27 ppm, 2,64 ppm und 4,07 ppm vorhanden. Es tauchen auch mehrere intensitätsschwache Signale von nicht identifizierten Verbindungen auf.

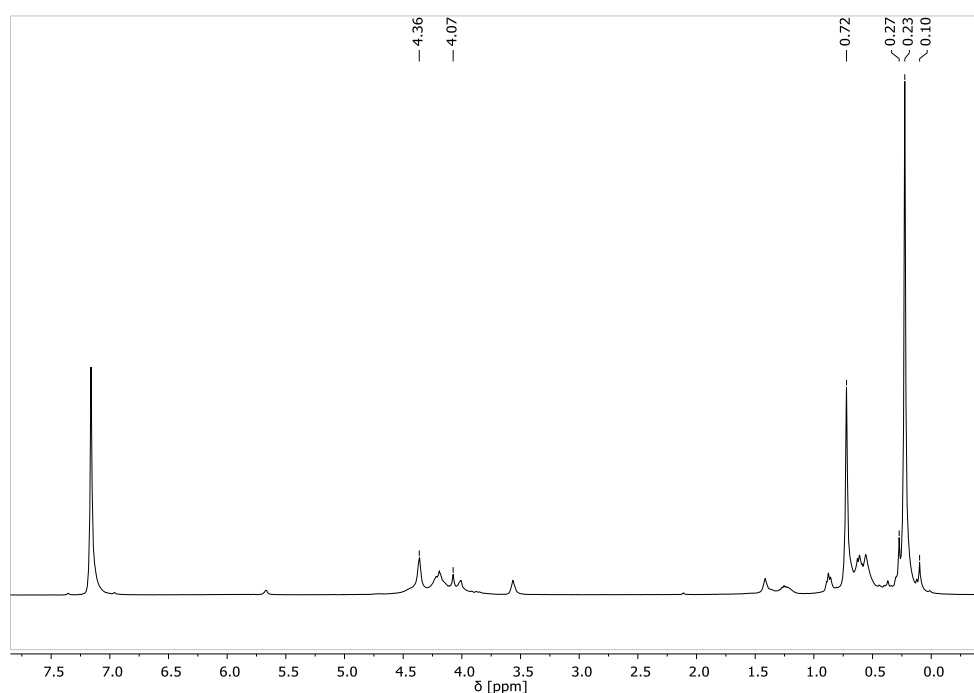


Abbildung 2.5c: Das <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum einer Umsetzung von **5** mit **V** in Hexadeuterobenzol.

Im <sup>13</sup>C-NMR-Spektrum, das in der Abbildung 2.5d dargestellt ist, können die Signale den beiden wesentlichen Produkten Cäsium-bis(trimethylsilyl)amid bei 7,3 ppm und der vermutlichen Bleiverbindung bei 6,1 ppm und 69,7 ppm zugeordnet werden. Auch im <sup>29</sup>Si-NMR-Spektrum (Abbildung 2.5e) sind zwei Resonanzen entsprechend den beiden Verbindungen zu sehen. Die zwei chemisch äquivalenten Siliziumatome des Cäsium-bis(trimethylsilyl)amids ergeben ein Signal bei -22,0 ppm. Das zweite Signal mit einer chemischen Verschiebung von -7,7 ppm ist höchstwahrscheinlich der ferrocenyl-



## 2. Gang der Untersuchungen

substituierter Bleiverbindung zugehörig. Andere im Protonenspektrum beobachtete Nebenprodukte sind aufgrund der geringen Mengen in diesen Spektren nicht erkennbar.

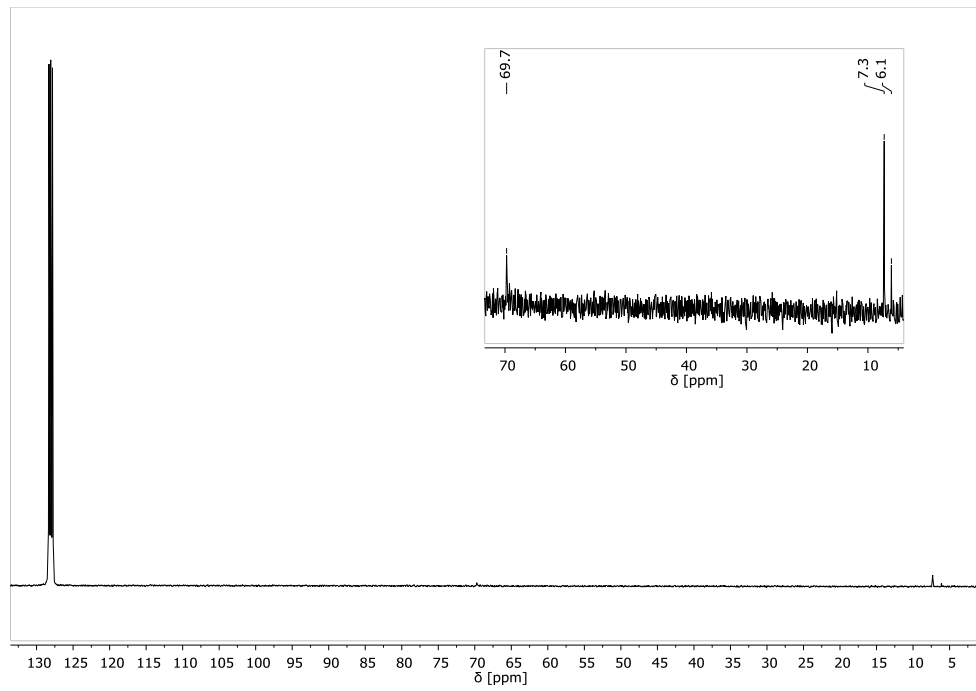


Abbildung 2.5d: Das  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum einer Umsetzung von **5** mit **V** in Hexadeuterobenzol.

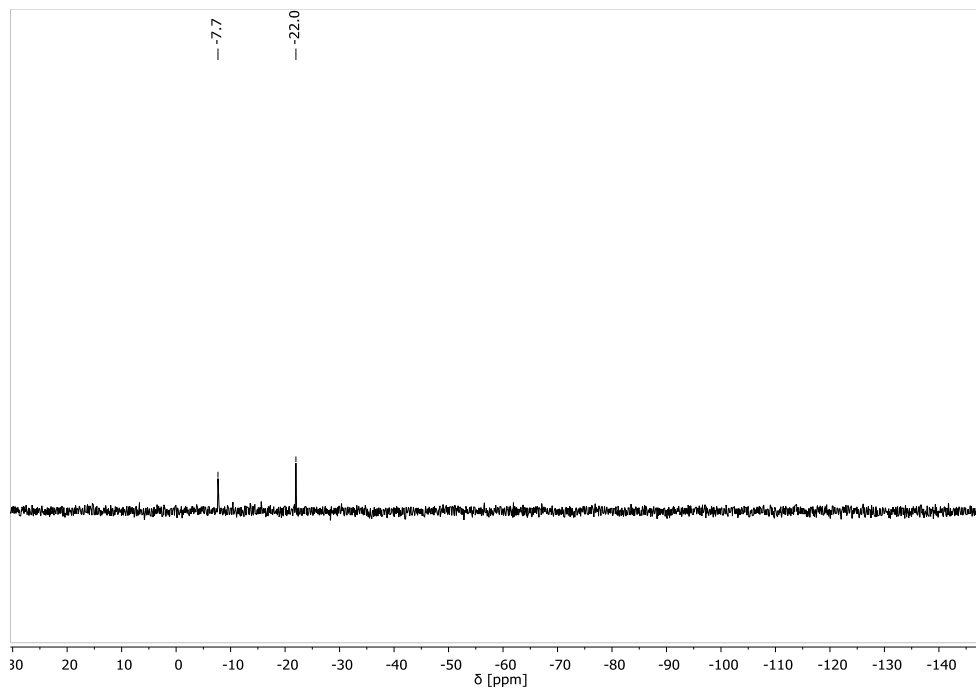


Abbildung 2.5e: Das  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum einer Umsetzung von **5** mit **V** in Hexadeuterobenzol.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die Aufnahme des  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrums (Abbildung 2.5f) der *letzten Umsetzung* im NMR-Röhrchen Maßstab machte deutlich, dass die Edukte **4** und **V** unter Entstehung zweier wesentlicher Produkte reagiert haben. Die übrigen Nebenprodukte sind nur in geringem Maße entstanden. Solche von denen, die identifiziert werden konnten, sind mit den Nebenprodukten der *vierten Umsetzung* identisch und werden deshalb an diese Stelle nicht erneut betrachtet.

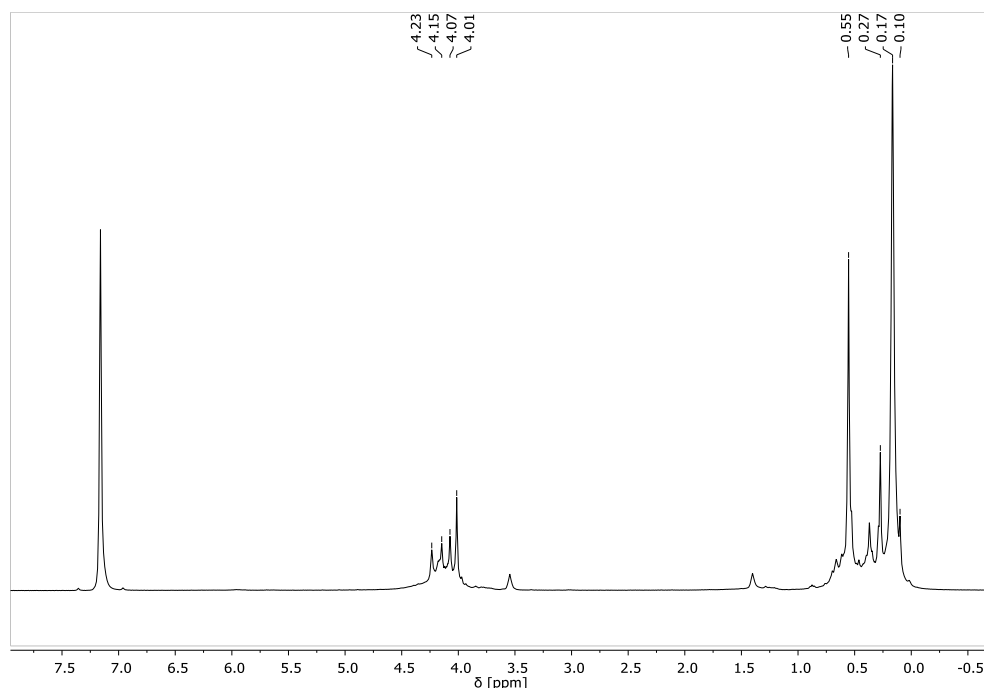


Abbildung 2.5f: Das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum einer Umsetzung von **4** mit **V** in Hexadeuterobenzol.

Zum einen ist das als Nebenprodukt erwartete Kalium-bis(trimethylsilyl)amid entstanden. Zum anderen ist eine Verbindung mit einer Resonanz bei 0,55 ppm aufgetaucht. Da diese Signallage mit der chemischen Verschiebung des Monokaliumsalzes **4** identisch war, konnte erst durch die Aufnahme des  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrums festgestellt werden, dass die Ausgangsverbindung **4** vermutlich zu dem gewünschten Plumbylen umgesetzt worden ist. In diesem NMR-Spektrum (Abbildung 2.5g) ist nämlich neben dem Singulett der Verbindung **6** bei 15,6 ppm ein weiteres Signal mit auffällig tiefer chemischer Verschiebung bei 11,8 ppm vorhanden. Solch eine starke Verschiebung zu höheren Frequenzen (10,1 ppm) weisen auch die peripheren Siliziumatome des Dihypersilyl-plumbylens ( $\text{PbHyp}_2$ ) auf<sup>[45]</sup>.

## 2. Gang der Untersuchungen

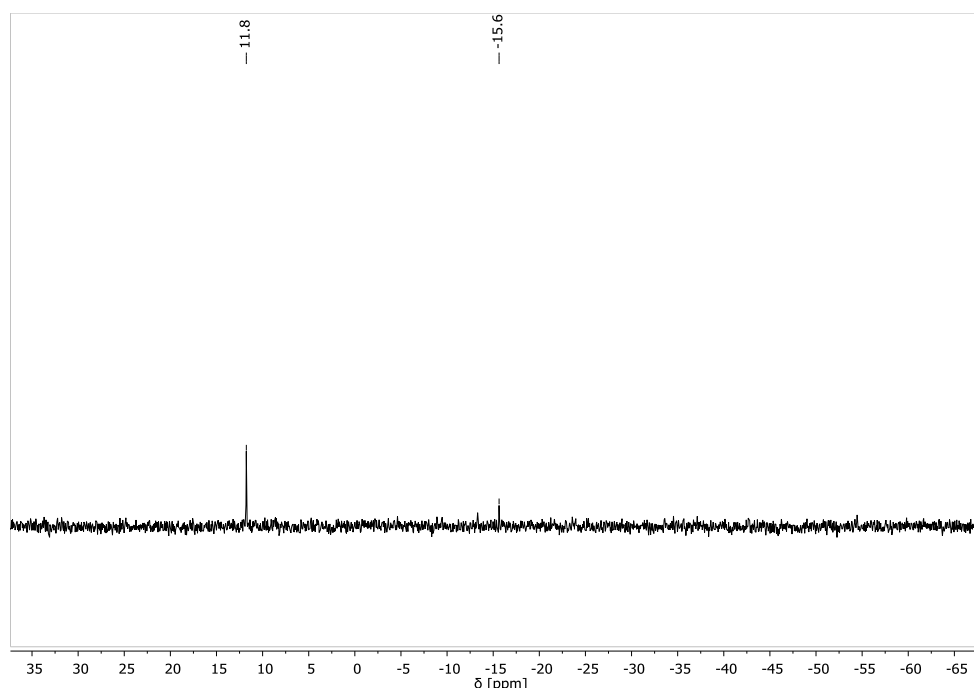


Abbildung 2.5g: Das  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum einer Umsetzung von **4** mit **V** in Hexadeuterobenzol.

Die Resonanz des Kalium-bis(trimethylsilyl)amids bei 20,1 ppm war erst nach der Aufnahme eines zweidimensionalen  $^1\text{H}$ - $^{29}\text{Si}$ -HSQC-NMR-Spektrums bei starker Vergrößerung auffindbar. Anschließend sind noch die Signale des Ferrocenylrestes im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum zu erwähnen. Vermutlich stammt ein Singulett mit der höchsten Intensität bei 4,01 ppm von dem unsubstituierten Cyclopentadienidring. Die zwei weiteren Singuletts bei 4,15 ppm und 4,23 ppm gehören höchstwahrscheinlich zu den Protonen des substituierten Cp-Rings.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass bei den Umsetzungen der ferrocenylsubstituierten Alkalimetallsilanide mit den Dialkylamiden **IV** und **V** in deuteriertem Benzol entweder keine Reaktion stattfindet, oder es zur Bildung von Stannaniden und Plumbaniden kommt, die in Folgereaktionen auch radikalische Produkte liefern. Die Natur der Radikale und ihr Entstehungsprozess wurden aus zeitlichen Gründen nicht weiter untersucht. Nur die Umsetzung des Monokaliumsalzes **4** mit Blei-Amid **V** scheint erfolgsversprechend in Bezug auf die Herstellung des anvisierten Plumbylens zu sein, da die gefundenen Signale in den  $^1\text{H}$ - und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren gemäß ihrer chemischen Verschiebung von dem ferrocenylsubstituierten Plumbylen stammen könnten. So wurde die *Umsetzung 5* erneut durchgeführt. Dieses Mal wurden die Edukte im stöchiometrischen Verhältnis in Benzol als Lösungsmittel zur Reaktion gebracht (Abbildung 2.5h).

## 2. Gang der Untersuchungen

Zur gelben Lösung von **V** in Benzol wurde bei + 5°C unter Lichtausschluss eine hellrote Suspension aus **4** in Benzol hinzugegeben. Nach einer 20-minütigen Rührzeit der dunkelbraunen Lösung wurde das Lösungsmittel Benzol bei Raumtemperatur unter vermindertem Druck abgezogen und von dem braunen Rückstand eine NMR-Probe entnommen. Die NMR-spektroskopische Untersuchung bestätigte die Entstehung der erwarteten Produkte, da die aufgetretenen Resonanzen in den  $^1\text{H}$ - und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren denen in den Abbildungen 2.5f und 2.5h gezeigten entsprachen.

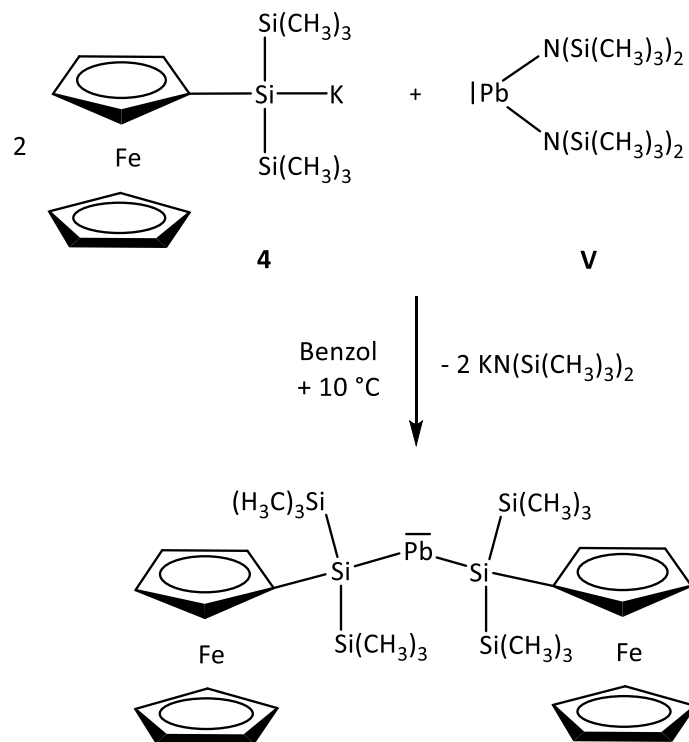


Abbildung 2.5h: Syntheseversuch zur Darstellung des ferrocenylsubstituierten Plumbylens in Benzol.

So wurde im nächsten Schritt analog der Reaktionsdurchführung zur Herstellung des Dihypersilylplumpylen PbHyp<sub>2</sub> verfahren und versucht, das als Nebenprodukt entstandene Kalium-bis(trimethylsilyl)amid zu entfernen. Der braune Rückstand wurde mit *n*-Pentan aufgenommen, 20 Minuten bei –30°C gerührt und anschließend von dem ungelösten Feststoff filtriert. Da Kalium-bis(trimethylsilyl)amid in kaltem *n*-Pentan eine nur geringe Löslichkeit besitzt, sollte es sich beim abfiltrierten Feststoff um diese Verbindung handeln und das Filtrat sollte das in *n*-Pentan lösliche Plumblylen enthalten. Die Aufnahme der  $^1\text{H}$ -NMR-Spektren des Filtrats und Feststoffes zeigte allerdings, dass die Auftrennung nicht erfolgreich war. Im Filtrat war noch eine beachtliche Menge der Nebenprodukte enthalten.

## 2. Gang der Untersuchungen

Der Feststoff enthielt weiterhin das Hauptprodukt. Daraufhin wurde versucht die Separierung durch fraktionierte Kristallisation im *n*-Pentan bei unterschiedlichen Temperaturen (von  $-30^{\circ}\text{C}$  bis  $-80^{\circ}\text{C}$ ) durchzuführen. Die Isolierung des Plumbylens konnte aber auch auf diesem Wege nicht realisiert werden.

Anschließend soll noch die Eignung des Benzols als Lösungsmittel für die Herstellung der Plumbylene diskutiert werden. Wird das NMR-Röhrchen mit dem Filtrat, das Plumbylen enthält, über Nacht bei Raumtemperatur unter Lichtausschluss stehen gelassen, so wird die braune Lösung heller, es fällt ein schwarzer Feststoff aus und an den Rändern ist ein Bleispiegel zu beobachten. Die erneute Messung offenbart das beinahe komplette Verschwinden des Plumbylen-Signals. So wird die starke Temperaturempfindlichkeit des Plumbylens bestätigt. Die Umsetzungen, die in Benzol laufen, können aufgrund des relativ hohen Schmelzpunktes nur bei Temperaturen durchgeführt werden, bei denen sich die literaturbekannten Plumbylene in Lösung schnell zersetzen oder gar nicht erst gebildet werden. So ist Benzol für diese Art der Umsetzungen nur bedingt geeignet.

Das nächste erprobte Lösungsmittel für die Synthese der ferrocenylsubstituierten Stannylene und Plumbylene war flüssiger Ammoniak. Bevor explizit auf die durchgeführten Reaktionen eingegangen wird, sollten an dieser Stelle zuerst die Eigenschaften des flüssigen Ammoniaks als Lösungsmittel beschrieben werden.

### *Flüssiges Ammoniak als Lösungsmittel*<sup>[73][74]</sup>

Eine große Anzahl anorganischer und organischer Substanzen lösen sich hervorragend in flüssigem Ammoniak. Dieses Solvens zählt zu einem der bestuntersuchten wasser-ähnlichen Lösungsmittel. Einen bedeutenden Vorteil gegenüber Wasser gibt es in seiner Verwendung zur Darstellung protolyseempfindlicher Produkte, da infolge der erheblich kleineren Säurestärke Protolysereaktionen stark in den Hintergrund treten.

Die ausreichend große Dielektrizitätskonstante und das hohe Dipolmoment befähigen das flüssige Ammoniak auch viele Ionenverbindungen unter Dissoziation zu lösen und so eine homogene Reaktionsführung zu gewährleisten. Dies ist vor allem für Reaktionen wichtig,

## 2. Gang der Untersuchungen

deren Durchführung in Wasser nicht möglich ist oder dort, wo beim Verwenden unpolarer organischer Lösungsmitteln ungünstige Mehrphasen-Systeme stattfinden.

Das gasförmige Ammoniak lässt sich unter Normaldruck leicht zu einer farblosen Flüssigkeit verdichten und bleibt bei Temperaturen zwischen  $-77,8^{\circ}\text{C}$  und  $-33,5^{\circ}\text{C}$  flüssig. Folglich ist es in diesem Temperaturbereich als Lösungsmittel einsetzbar und somit auch für die Herstellung thermisch labiler Stoffe bestens geeignet. Zudem ist die Abtrennung nach der beendeten Reaktion auch bei Temperaturen unter  $0^{\circ}\text{C}$  unproblematisch, da Ammoniak leicht flüchtig ist.

Eine weitere Besonderheit des Ammoniaks, die auf seine Lewis-basische Eigenschaften zurückzuführen ist, ist die Fähigkeit Addukte mit Molekülen zu bilden, deren Zentralatom koordinativ ungesättigt ist. Durch die Anlagerung von Ammoniakmolekülen entstehen sogenannte Ammoniakate. Die stabilen Ammoniak-Addukte der schweren Tetrylene wurden bereits im Kapitel 2.2.2 erwähnt.

In Analogie zu Alkalimetallhypersilaniden sollten auch die Alkalimetallsilanide **VIII, 3, 4** und **5** im flüssigen Ammoniak löslich sein, so dass für weiterführende Synthesen eine homogene Reaktionsführung realisiert werden kann.

### 2.6 Darstellung ferrocenylsubstituierter Amidotetranide

Die Umsetzung der Silanide (**VIII, 3–5**) mit Sn-Amid **IV** bzw. Pb-Amid **V** erfolgte im flüssigen Ammoniak unter Lichtausschluss. Die Edukte **VIII** und **3** wurden mit den Tetrel-Amiden im Verhältnis 1:1 umgesetzt; 2:1-Umsetzung erfolgte in den Reaktionen, die **4** und **5** als Ausgangsverbindungen enthielten. Die rote Lösung des jeweiligen Silanids (in ca. 20 mL flüssigen Ammoniak) wurde auf  $-60^{\circ}\text{C}$  gekühlt. Eine orangefarbene Lösung von **IV** bzw. gelbe Lösung von **V** in ca. 10 mL *n*-Pentan wurde schnell hinzugegeben. Innerhalb kurzer Zeit färbte sich die Reaktionslösung dunkelrot unter Entstehung eines farblosen Niederschlags (Kalium- bzw. Cäsium-bis(trimethylsilyl)-amid). Die Reaktionsmischung wurde eine Stunde lang bei  $-50^{\circ}\text{C}$  gerührt. Das Lösungsmittelgemisch wurde anschließend im dynamischen Vakuum bei  $-40^{\circ}\text{C}$  entfernt und der dunkelrote Rückstand zwei Stunden im dynamischen

## 2. Gang der Untersuchungen

Vakuum bei  $-20^{\circ}\text{C}$  getrocknet. Zur Aufreinigung wurde das Rohprodukt mit *n*-Pentan gewaschen und anschließend in Toluol gelöst.

Zunächst wurde erwartet, dass der homogene Reaktionsverlauf im flüssigen Ammoniak zur Entstehung der im Kapitel 2.5 beschriebenen Zielverbindungen (Stannylene und Plumbylene) führt (Abbildung 2.6a).

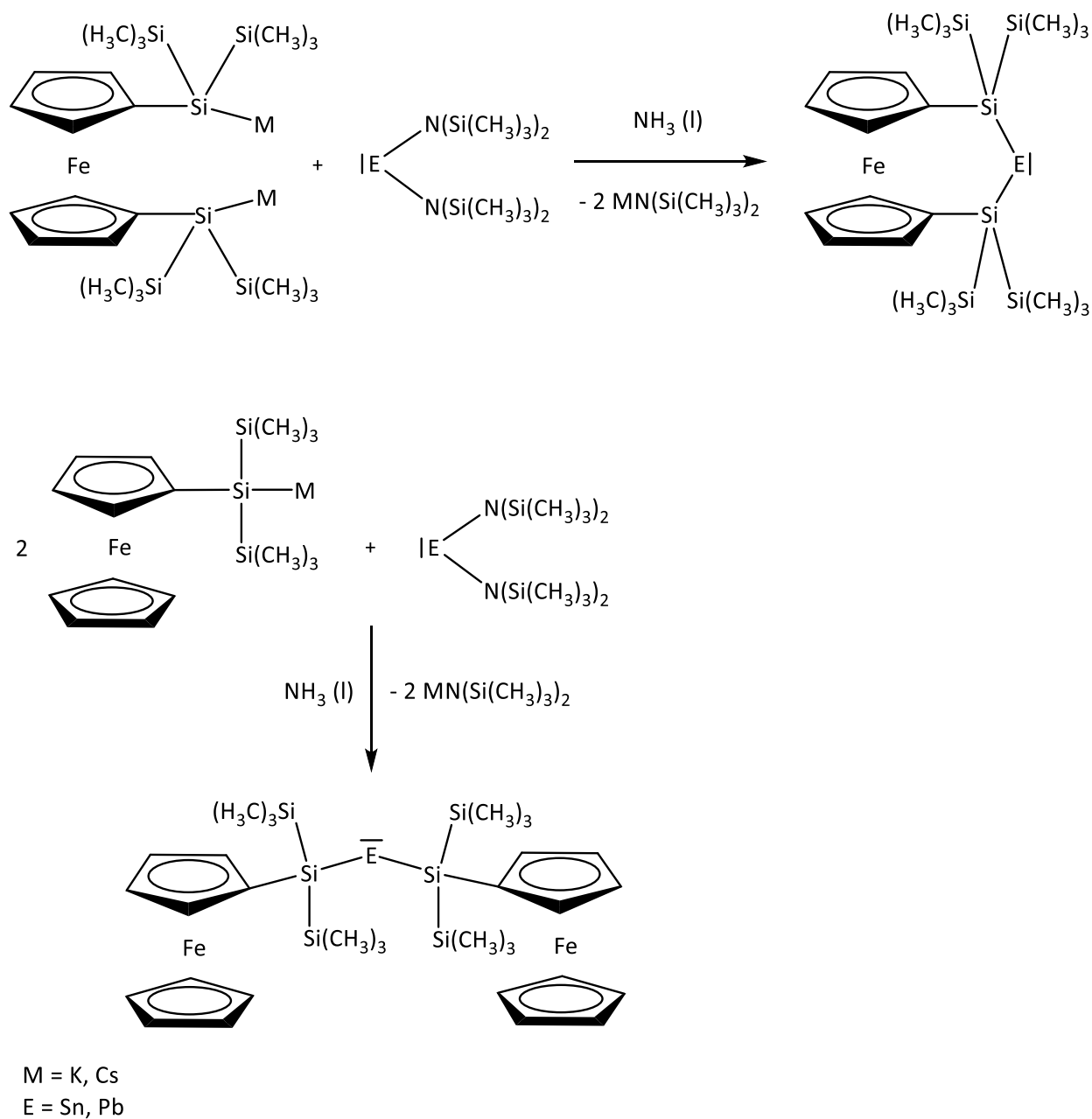


Abbildung 2.6a Der erwartete Reaktionsverlauf der Umsetzung von Silaniden VIII, 3,4 und 5 mit Zinn- und Blei-bis[bis(trimethylsilyl)amid] in flüssigem Ammoniak.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die Kristallisation der Produkte aus der Toluol-Lösung bei  $-60^{\circ}\text{C}$  bis  $-80^{\circ}\text{C}$  lieferte jedoch Kristalle, die röntgendiffraktometrisch als Amidotetranide identifiziert wurden, d.h. Alkalimetallderivate ihrer Ammoniak-Addukte.

Die Bildung der Amidotetranide **7**, **8** (Abbildung 2.6b) und **9–11** (Abbildung 2.6c) kann wie folgend beschrieben verstanden werden.

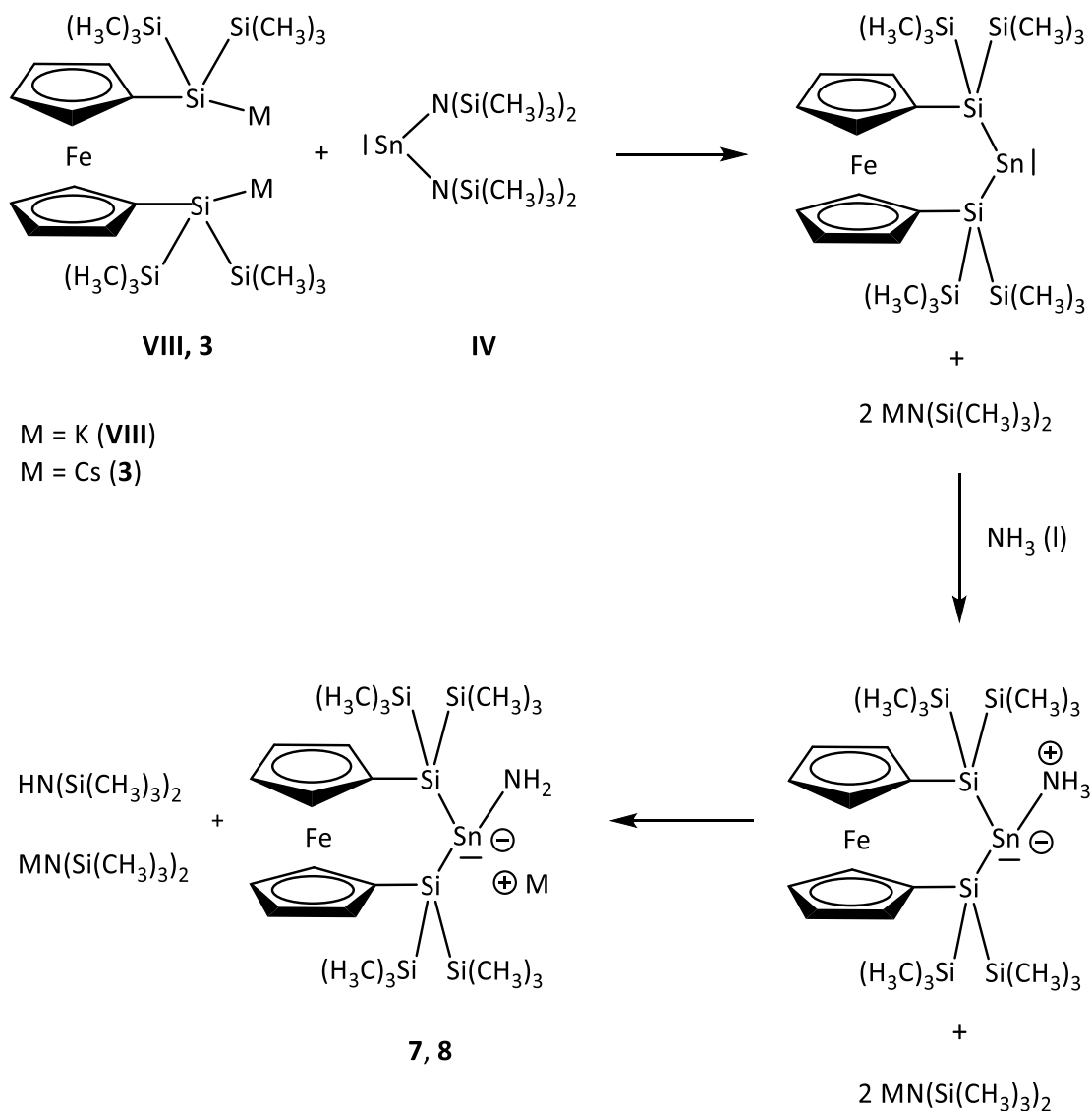


Abbildung 2.6b: Vermuteter Reaktionsmechanismus zur Bildung der verbrückten ferrocenylsubstituierten Amidostannanide **7** und **8** im flüssigen Ammoniak ausgehend von den Alkalimetallsilaniden **VIII** und **3**.



## 2. Gang der Untersuchungen

Ammoniak besitzt als Lewis-Base – wie im Kapitel 2.4 bereits beschrieben – die charakteristische Eigenschaft sich an Lewis-saure Verbindungen anzulagern und mit ihnen Ammoniakate zu bilden. Im vorliegenden Fall koordiniert das als Lösungsmittel verwendete Ammoniak vermutlich sofort an das zunächst durch Metathese entstandene amphotere Tetrylen, das in Gegenwart des Lewis-basischen Ammoniaks als Lewis-Säure fungiert (vgl. Kapitel 1.2), und verhindert so dessen Oligomerisierung oder andere Folgereaktionen der ungesättigten Verbindung. Infolge der neu gebildeten Bindung wird die Azidität des koordinierenden Ammoniaks stark erhöht. Das als Nebenprodukt der Metathese gebildete Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amid ist in der Lage, das koordinierende Ammoniak zu deprotonieren und liefert so ferrocenylsubstituierte Amidotetranide unter Bildung von Bis(trimethylsilyl)amin. Das zweite Äquivalent des Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amids bleibt im Produktgemisch weiterhin bestehen.

Das leichtflüchtige Bis(trimethylsilyl)amin lässt sich bereits beim Abdestillieren des Lösungsmittels weitestgehend mitentfernen. Das anschließende Waschen mit kaltem *n*-Pentan ermöglicht eine fast vollständige Abtrennung der Protolyseprodukte 1,1'-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (**IX**) und Bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilan (**6**). Diese im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum des Rohprodukts beobachteten Nebenprodukte sind vermutlich entweder durch die im Ammoniak-Gas möglicherweise vorhandene Restwassermenge entstanden und/oder die Silanidanionen wurden durch die vergleichsweise aciden Wasserstoffatome des koordinierten Ammoniaks protoniert. Auch das Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amid lässt sich durch das Waschen des Rohprodukts mit *n*-Pentan teilweise entfernen. Eine vollständige Abtrennung dieses Nebenprodukts gelingt durch diese Prozedur aber leider nicht, sodass in der Toluol-Lösung nun das Amidotetranid und das Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amid nebeneinander vorliegen. Eine ähnliche Schwierigkeit ist bei der Separierung des Kalium-bis(trimethylsilyl)amids vom Plumbylen aufgetreten und wurde im Kapitel 2.5 angesprochen. Durch eine anschließende fraktionierte Kristallisation aus Toluol-Lösung lassen sich alle erzeugten Tetranide mit Ausnahme des verbrückten Cäsium-Amidostannanids (**8**) in kristalliner Form erhalten.

## 2. Gang der Untersuchungen

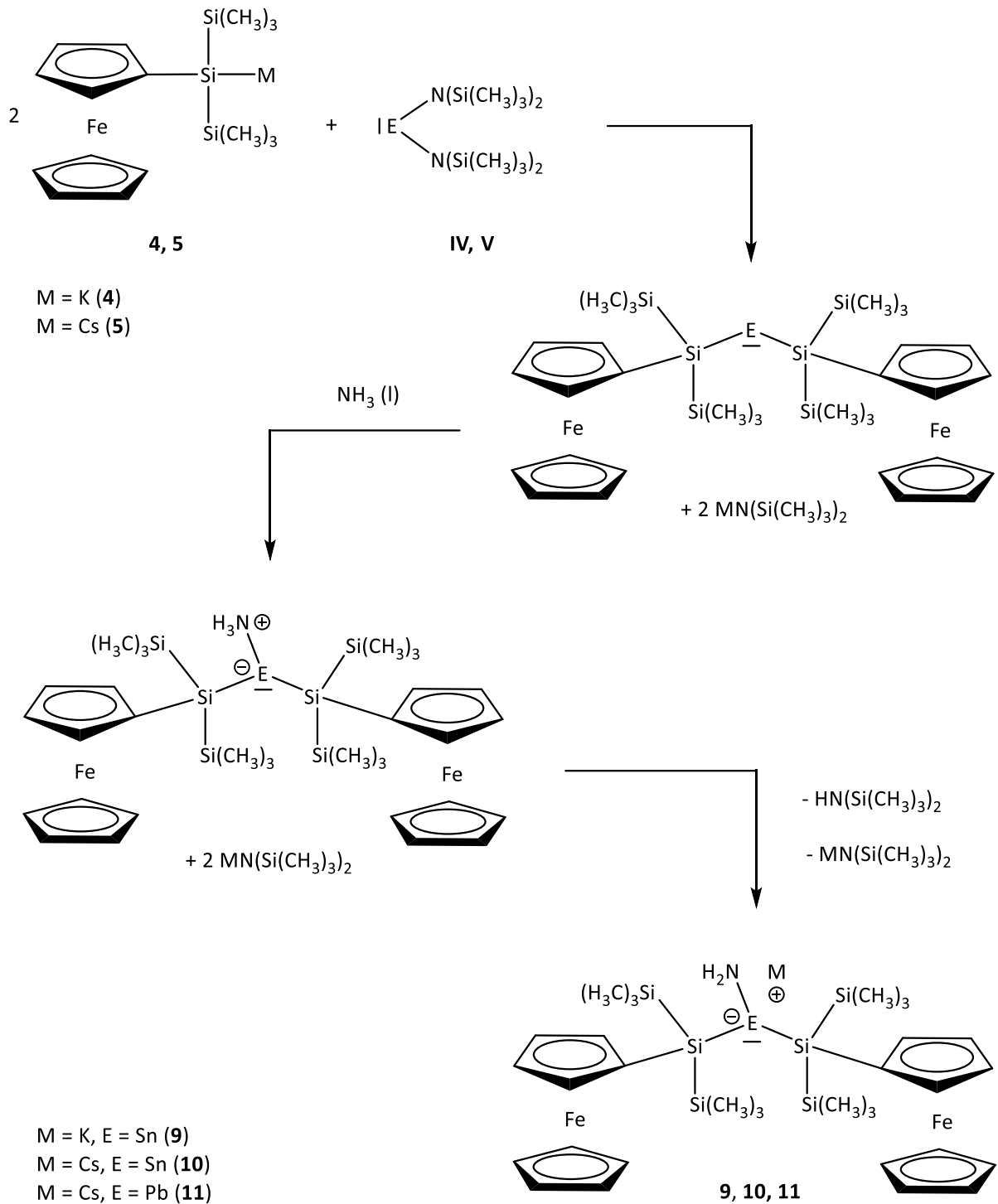


Abbildung 2.6c: Vermuteter Reaktionsmechanismus zur Bildung der ferrocenylsubstituierten Amidotetranide **9** bis **11** im flüssigen Ammoniak ausgehend von den Alkalimetallsilaniden **4** und **5**.

Insgesamt ist die Isolierung der Amidotetranide aber mit einem enormen zeitlichen Aufwand verbunden. Zudem bringen die zahlreichen Aufarbeitungsschritte einen gravierenden Ausbeuteverlust mit sich. So konnten die Produkte nur in relativ geringen Ausbeuten von maximal 23 % erhalten werden. Die Forschungsergebnisse von *Damm*<sup>[47]</sup> bestätigen diesen

## 2. Gang der Untersuchungen

Sachverhalt. In *Damms* Dissertation sind unterschiedliche Techniken wie Zentrifugation und Filtration mit Kieselgur, gefolgt von fraktionierter Kristallisation, zur Trennung der Alkalimetall-bis(hypersilyl)amidostannanide von den Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amiden vorgestellt worden. Außerdem wurden zur Optimierung andere Lösungsmittel wie Diethylether, THF und Methyl-*tert*-Butylether (MTBE) alternativ zum Toluol erprobt. Am erfolgreichsten war dabei die Aufreinigung durch die Filtration des Rohprodukts in Methyl-*tert*-Butylether über Kieselgur und anschließende fraktionierte Kristallisation.

In den folgenden Kapiteln werden die dargestellten Amidotetranide **7–11** charakterisiert und deren analytische Parameter mit den aus der Literatur bekannten verwandten Verbindungen sowie untereinander verglichen (Kapiteln 2.6.1 bis 2.6.6).

### 2.6.1 Das verbrückte Kalium-amidostannanid (**7**)

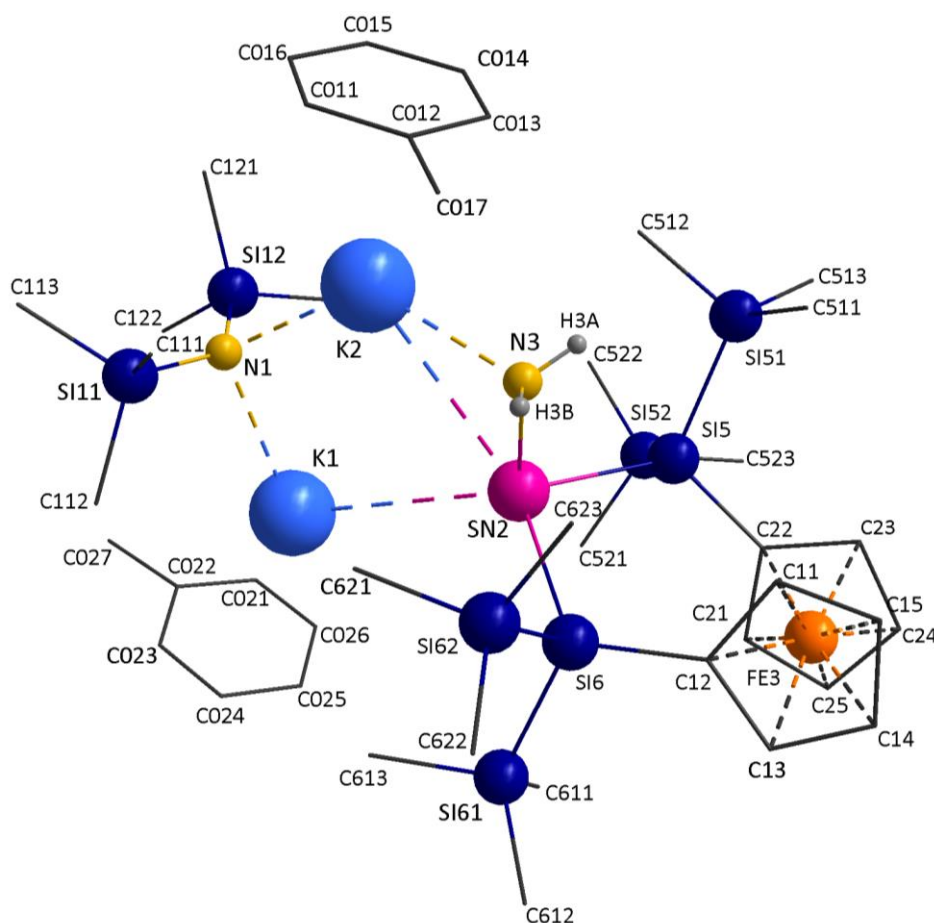
Aus der Toluol-Lösung bei  $-80^{\circ}\text{C}$  erhaltenen rautenförmigen orangefarbenen Kristalle der Verbindung **7** wurden röntgenkristallographisch, NMR-spektroskopisch (Kapitel 2.6.6) sowie Mößbauer-spektroskopisch charakterisiert.

#### *Einkristallstrukturanalyse*

Die Verbindung **7** kristallisiert in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$ . Die Elementarzelle enthält zwei symmetrieunabhängige Moleküle, die als gemischtes Salz aus Kalium-bis(trimethylsilyl)amid und dem Kaliumstannanid **7** angesehen werden können. Alle Kalium-Kationen werden außerdem von je einem Toluolmolekül koordiniert. Des Weiteren enthält die Elementarzelle zusätzlich ein kokristallisiertes Lösungsmittelmolekül (Toluol). In beiden symmetrieunabhängigen Molekülen tritt eine Lagefehlordnung der Amidogruppe auf, wobei die erste Lage mit 73 % bzw. 66 % und die zweite Lage mit 27 % bzw. 34 % besetzt ist. Außerdem ist in einem der beiden ein koordiniertes Toluolmolekül zu 50 % lagefehlgeordnet. In der folgenden Beschreibung wird nur auf ein Konformer mit dem höheren Anteil eingegangen, da sonst keine signifikanten Unterschiede vorliegen. Dessen Struktur mit den ausgewählten Strukturparametern ist in der Abbildung 2.6d dargestellt. Ein Bild mit den

## 2. Gang der Untersuchungen

beiden symmetrieunabhängigen Molekülen und die vollständigen Strukturdaten sind im Anhang (siehe Kapitel 5.3.3) zu finden, eine Zusammenfassung ist in der Tabelle 2.6a dargestellt.



Sn(2)-N(3)	2,162(7)	N(3)-Sn(2)-Si(5)	99,6(2)
Sn(2)-Si(5)	2,635(16)	N(3)-Sn(2)-Si(6)	96,8(2)
Sn(2)-Si(6)	2,637(15)	Si(5)-Sn(2)-Si(6)	98,9(4)
Sn(2)-K(2)	3,6899(17)	K(2)-Sn(2)-N(3)	43,7(2)
N(3)-K(2)	2,601(8)	K(2)-Sn(2)-Si(5)	118,73(5)
Si(5)-Si(51)	2,344(2)	K(2)-Sn(2)-Si(5)	126,47(5)
Si(5)-Si(52)	2,337(2)	Si(51)-Si(5)-Si(52)	106,8(10)
Si(6)-Si(61)	2,330(2)	Si(61)-Si(6)-Si(62)	105,7(9)
Si(6)-Si(62)	2,348(2)		

Abbildung 2.6d: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung 7.

Das Stannanidanion ist trigonal-pyramidal aufgebaut. An das zentrale Zinnatom sind ferrocenverbrückte Silylreste in einem Winkel von  $98,9(4)^\circ$  (Si5-Sn2-Si6) gebunden. Aufgrund der vorhandenen Verklammerung durch den Ferrocenylrest sind die Silylsubstituenten näher

## 2. Gang der Untersuchungen

aneinander gerückt, so dass der hohe Raumbedarf dieser voluminösen Reste kompensiert wird und dadurch der Si-Sn-Si-Bindungswinkel nicht so stark aufgeweitet ist wie in dem von *Damm*<sup>[47]</sup> synthetisierten Kalium-bis(hypersilyl)amidostannanid · 3 MTBE (Abbildung 2.6e) mit einem Si-Sn-Si-Bindungswinkel von 112,19(2)°.

Tabelle 2.6a: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung 7.

<b>Summenformel</b>	C <sub>49</sub> H <sub>89</sub> FeK <sub>2</sub> N <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> Sn	
<b>Molmasse</b>	1183,68 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	triklin	
<b>Raumgruppe</b>	$P\bar{1}$	
<b>Metrik</b>	a = 17,9391(14) Å	$\alpha = 62,818(2)^\circ$
	b = 20,0838(6) Å	$\beta = 89,692(2)^\circ$
	c = 21,1660(6) Å	$\gamma = 78,418(2)^\circ$
<b>Formeleinheiten</b>	4	
<b>Daten / Parameter</b>	21584 / 1139	
<b>GOF</b>	0,997	
<b>R1</b>	0,0585/ 0,0860	
<b>wR2</b>	0,1359/ 0,1534	

Die N-Sn-Si-Bindungswinkel liegen bei 96,8(2)° (N3-Sn2-Si6) und 99,6(2)° (N3-Sn2-Si5) und sind somit deutlich größer als der theoretisch erwartete Bindungswinkel von 90° (Kapitel 1.3). Dies hängt damit zusammen, dass die Amidogruppe durch die Koordination an das Kaliumkation, das seinerseits durch Toluol koordiniert vorliegt, einen vergleichsweise hohen Raumbereich beansprucht und somit aus sterischen Gründen weg von den verbrückten Silylsubstituenten geneigt ist. Ähnliche Vergrößerung (94,45(5)° und 96,77(5)°) erfahren die N-Sn-Si-Bindungswinkel in *Damm*s Kalium-Stannanid. Diese Vergrößerung fällt aber in Schnitt um ca. 3,5° geringer aus, so dass die Amidogruppe etwas stärker in Richtung der Hypersilylsubstituente verschoben ist, was auch mit dem stark aufgeweiteten Si-Sn-Si-Bindungswinkel korreliert.

## 2. Gang der Untersuchungen

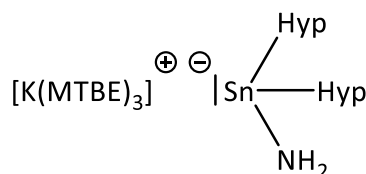


Abbildung 2.6e: Kalium-bis(hypersilyl)amidostannanid · 3 MTBE von Damm<sup>[47]</sup>.

Der negative Ladungsschwerpunkt im Stannanidanion ist entsprechend der höheren Elektronegativität in Richtung des Stickstoffatoms verschoben, da dieser eine höhere Elektronegativität im Vergleich zum Zinn aufweist. So koordiniert das Kaliumkation vorzugsweise an der NH<sub>2</sub>-Gruppe, also dort wo der Großteil der negativen Ladung lokalisiert ist. Dieser Sachverhalt äußert sich in einem relativ kurzen N-K-Abstand mit 2,6(8) Å (N3-K2) sowie einem relativ großen Sn-K-Abstand mit 3,69(2) Å (Sn2-K2). Zudem ist auch der K-Sn-N-Winkel mit 43,7(2)° (K2-Sn2-N3) stark verkleinert und sind die K-Sn-Si-Winkel mit 118,7(5)° (K2-Sn2-Si5) und 126,5(5)° (K2-Sn2-Si6) aufgeweitet. Ähnliche Abstände und Winkel finden sich wiederum in Damm<sup>[47]</sup> Kalium-Stannanid: der K-Sn-N-Winkel ist mit 43,05(2)° nahezu identisch mit dem spitzen Winkel in der Verbindung **7**; die K-Sn-Si-Winkel sind ebenso aufgeweitet, fallen aber mit 109,83(2)° und 122,95(2)° um 4° bis 9° kleiner aus, was vermutlich wieder mit dem stärker aufgeweiteten Si-Sn-Si-Bindungswinkel in Damm<sup>[47]</sup> Verbindung zusammenhängt. Größere Sn-K- und N-K-Abstände um 16 pm bzw. 10 pm lassen sich damit begründen, dass das Kaliumkation von drei MTBE Molekülen umgeben vorliegt, die stärker als ein Toluol-Molekül koordinieren (Kapitel 1.3).

Die Sn2-N3-Bindung ist mit 2,162(7) Å um 7 pm länger als die Sn-N-Bindung in Zinn[bis(bis(trimethylsilyl)amid)] (**IV**)<sup>[75]</sup>, aber 16 pm kürzer als die koordinative Sn-N-Bindung in dem von Förster synthetisierten Dihypersilylstannylen-Pyridin-Addukt<sup>[76]</sup> (Abbildung 2.6f). Dieser Vergleich verdeutlicht, dass es sich bei der Sn-N-Bindung in **7** um eine kovalente Bindung handelt. Somit wird sich auch der im Kapitel 2.6 beschriebene vermutete Reaktionsverlauf untermauert. Auch in Damm<sup>[47]</sup> Verbindung besitzt die Sn-N-Bindung mit 2,182(2) Å wie erwartet einen deutlich kovalenten Charakter. Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass **7** und Damm<sup>[47]</sup> Kalium-Stannanid eine sehr ähnliche räumliche Anordnung der Substituenten besitzen.

## 2. Gang der Untersuchungen

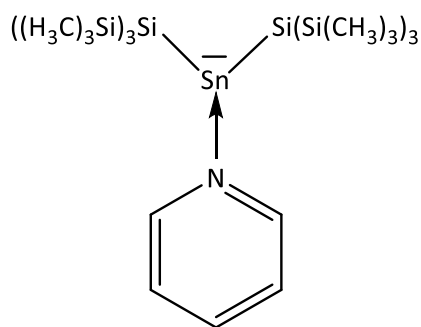


Abbildung 2.6f: Dihypersilylstannylene-Pyridin-Addukt von Förster<sup>[76]</sup>.

Die Sn-Si-Bindungslängen von 2,64(2) Å (Sn2-Si5) und 2,64(15) Å (Sn2-Si6) sind im Vergleich zum obengenannten Pyridin-Addukt von Förster<sup>[76]</sup> etwa 3 pm kürzer. Auch im Vergleich zu hypersilylhaltigen Stannaniden (bspw. natruimhaltige Stannanid von Klinkhammer [Na(Toluol)][SnHyp<sub>3</sub>]<sup>[30]</sup> und Kalium-Stannanid von Damm<sup>[47]</sup>) sind diese um etwa 7 pm verkürzt. Dieser Befund kann wiederum mit der Verklammerung der am Zinn gebundenen Siliziumatome durch den Ferrocenylrest begründet werden.

Die Si-Si-Bindungslängen liegen bei der Verbindung **7** zwischen 2,33(2) Å und 2,35(2) Å und sind erwartungsgemäß nahezu genauso lang wie in den oben genannten hypersilylhaltigen Stannaniden und weisen somit keine Unregelmäßigkeiten auf. Die Si-Si-Si-Bindungswinkel liegen bei 106,8(10)° und 105,7(9)° und sind um etwa 7° größer als in der Ausgangsverbindung VIII<sup>[65]</sup>. Dies korreliert gut mit der verringerten negativen Ladung am zentralen Siliziumatom. Eine vergleichbare Aufweitung der Si-Si-Si-Bindungswinkel tritt auch in den von Marschner<sup>[65]</sup> synthetisierten und strukturell charakterisierten 1,1'-Oligosilyl-ansa-ferrocenen auf (Kapitel 2.4).

Die beiden Cyclopentadienidringe sind lediglich um 0,5° zueinander geneigt, liegen also nahezu parallel. Dies steht im Einklang mit den von Marschner<sup>[65]</sup> gemachten Beobachtungen. Allerdings nehmen die Ringe in Marschners<sup>[65]</sup> 1,1'-Oligosilyl-ansa-ferrocenen im Gegensatz zu denen in der Verbindung **7** eine ekliptische Anordnung an. In dem Stannanid **7** sind die Cyclopentadienidringe mit einem Winkel  $\theta = 45,8(5)^\circ$  nahezu gestaffelt orientiert (Abbildung 2.3t). Die freie Drehbarkeit der Cyclopentadienidringe um das Eisenatom herum ermöglicht es die sterischen Effekte im Molekül zu minimieren. Die Winkel zwischen den Ebenen, die das Eisenatom, die *ipso*-Kohlenstoffatome und die

## 2. Gang der Untersuchungen

ferrocengebundenen Siliziumatome beinhalten, betragen  $51,4^\circ$  (Si5-C22-Fe3) und  $53,6^\circ$  (Si6-C21-Fe3). Diese Werte stimmen mit den von *Marschner*<sup>[65]</sup> gefundenen überein.

Die Bindung zwischen den ferrocengebundenen Siliziumatomen und den *ipso*-Kohlenstoffatomen ist im Sinne einer Vermeidung der sterischen Hinderung erwartungsgemäß auf  $1,88(5)$  Å (Si5-C22) und  $1,87(5)$  Å (Si6-C12) verlängert.

Wie oben schon angesprochen lässt sich Stannanid **7** aus Toluol nicht durch fraktionierte Kristallisation von Kalium-bis(trimethylsilyl)amid trennen, sodass die beiden Ionen zusammen in einem Doppelsalz auskristallisierten. Das kokristallisierte Kalium-bis(trimethylsilyl)amid wurde bis jetzt nicht in die Diskussion der Kristallstruktur miteinbezogen, da es keinen großen Einfluss auf die Konformation des Stannanid-Anions ausmacht, wie der Vergleich mit *Damms*<sup>[47]</sup> Verbindung gezeigt hat. Der von den Atomen K1, K2, Sn2 und N1 aufgespannter  $K_2SnN$ -Ring ist annähernd planar. Das Stickstoffatom liegt verzerrt tetraedrisch von den beiden Kaliumatomen und zwei Trimethylsilylgruppen koordiniert vor. Der K1-N1-K2-Winkel ist auf  $101,17(2)^\circ$  verkleinert, dagegen ist der Si11-N1-Si12-Bindungswinkel auf  $131,5(3)^\circ$  aufgeweitet, da die Trimethylsilylgruppen einen großen räumlichen Anspruch besitzen. Ein ähnlich stumpfer Winkel wurde in den bekannten Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amiden beobachtet<sup>[77]</sup>, sowie in einem Doppelsalz von *Klinkhammer*<sup>[30]</sup>, das aus Cäsium-benzyl(dihypersilyl)-stannanid und Cäsiumbis(trimethylsilyl)amid der Zusammensetzung  $(Cs_2[SnHyp_2(CH_2Ph)] [N((SiMe_3)_2)])$  besteht.

### *Mößbauerspektroskopische Untersuchung*

Das bei  $77,7$  K aufgenommene  $^{57}Fe$ -Spektrum (Abbildung 2.6g) zeigt erwartungsgemäß Werte für die Isomerieverschiebung ( $\delta = 0,531(9)$  mm/s) und die Quadrupolaufspaltung ( $\Delta = 2,243(2)$  mm/s), die den beobachteten Werten für das Dihypersilylferrocen (**VII**) sehr nahe kommen. Eine geringe Abnahme beider Parameter wird durch die Verminderung der Elektronendichte am Eisenkern hervorgerufen, die ihrerseits aus der Verklammerung der Cyclopentadienidringe durch die Si-Sn-Si-Brücke resultiert.



## 2. Gang der Untersuchungen

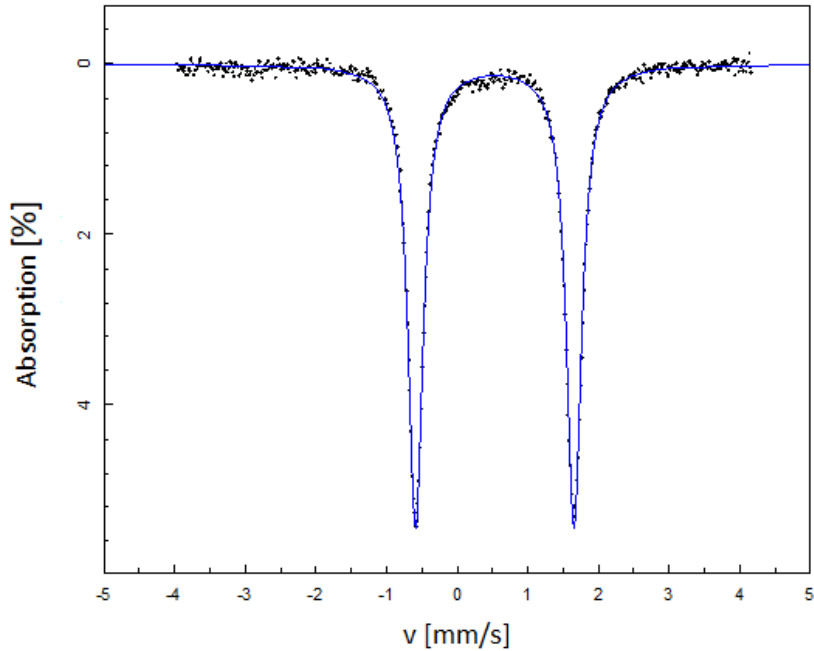


Abbildung 2.6g:  $^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerspektrum von Verbindung **7**.

Zusätzlich wurde ein  $^{119}\text{Sn}$ -Mössbauer-Spektrum bei 77,7 K aufgenommen (Abbildung 2.6h). In der Tabelle 2.6b sind die Messergebnisse der Verbindung **7** und zum Vergleich die Parameter einiger Stannylene aufgelistet, die von *Hartrath*<sup>[51]</sup> untersucht worden sind.

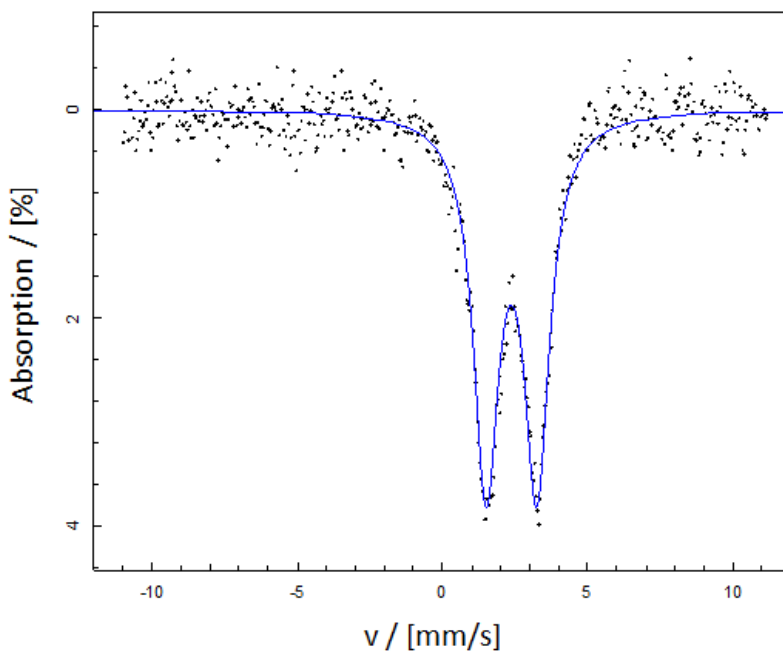


Abbildung 2.6h:  $^{119}\text{Sn}$ -Mössbauerspektrum von Verbindung **7**.

## 2. Gang der Untersuchungen

Eine Gegenüberstellung der  $\delta$ -Werte verdeutlicht, dass diese mit zunehmender Raumfüllung der Substituenten ansteigen. Dies lässt sich dadurch erklären, dass größer werdende Substituenten eine Zunahme der Elektronendichte am Kernort verursachen (größerer +I-Effekt) und somit auch einen Anstieg der  $\delta$ -Werte bewirken. Einen gegenläufigen Effekt erzeugen elektronegative Bindungspartner, wie die Amido-Gruppe im Stannanid **7**: Der kovalente Bindungscharakter wird verringert, folglich werden kleinere Isomerieverschiebungen beobachtet. Zusätzlich erzeugen die freien Elektronenpaare am Stickstoffatom (eine  $\pi$ -Rückbindung in das leere 6s-Zinnatomorbital<sup>[78]</sup>) sowie am Zinnatom selbst einen großen elektrischen Feldgradienten am Metallzentrum und tragen somit zur Erhöhung der Isomerieverschiebung bei.

In ähnlicher Weise verändern sich in Abhängigkeit von der Größe und Elektronegativität der Substituenten auch die Quadrupolaufspaltungparameter.

Tabelle 2.6b: <sup>119</sup>Sn-Mößbauerparameter der Verbindung **7** und ausgewählter Stannylene.

Verbindung	$\delta$ (SnO <sub>2</sub> ) / [mm/s]	$\Delta$ / [mm/s]
<b>7</b>	2,276(12)	1,745(22)
Sn[N(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>	2,877(11)	3,431(42)
(SnHyp <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	2,262(11)	1,587(20)
SnSit <sub>2</sub>	2,830(27)	4,520(27)
SnSip <sub>2</sub>	2,897(13)	4,818(57)

### 2.6.2 Das verbrückte Cäsium-amidostannanid (**8**)

Wie oben schon erwähnt, erfolgte die Kristallisation der Verbindung **8** aus Toluol leider nicht. Erwartet wurde analog zum Doppelsalz, das aus Kaliumstannanid **7** und Kalium-bis(trimethylsilyl)-amid entstanden ist, die Bildung des gemischten Salzes von **8** mit Cäsium-bis(trimethylsilyl)amid. Die Aufnahme des <sup>1</sup>H-NMR-Spektrums (Abbildung 2.6i) gab Aufschluss über die misslungene Kristallzüchtung. Wie dem Spektrum zu entnehmen ist, sind nach dem Aufreinigungsschritt mit *n*-Pentan und anschließender Auflösung des Produkts in Toluol, zwei Signale bei 0,50 ppm und 0,61 ppm aufgetaucht, die vor dem

## 2. Gang der Untersuchungen

Aufreinigungsschritt nicht vorhanden waren und weder dem Cäsium-Stannanid (chemischen Verschiebungen des Cäsium-Stannanids werden im Kapitel 2.6.6 betrachtet) noch dem Cäsium-bis(trimethylsilyl)amid, dessen chemische Verschiebung bei 0,16 ppm liegt, zugeordnet werden konnten.

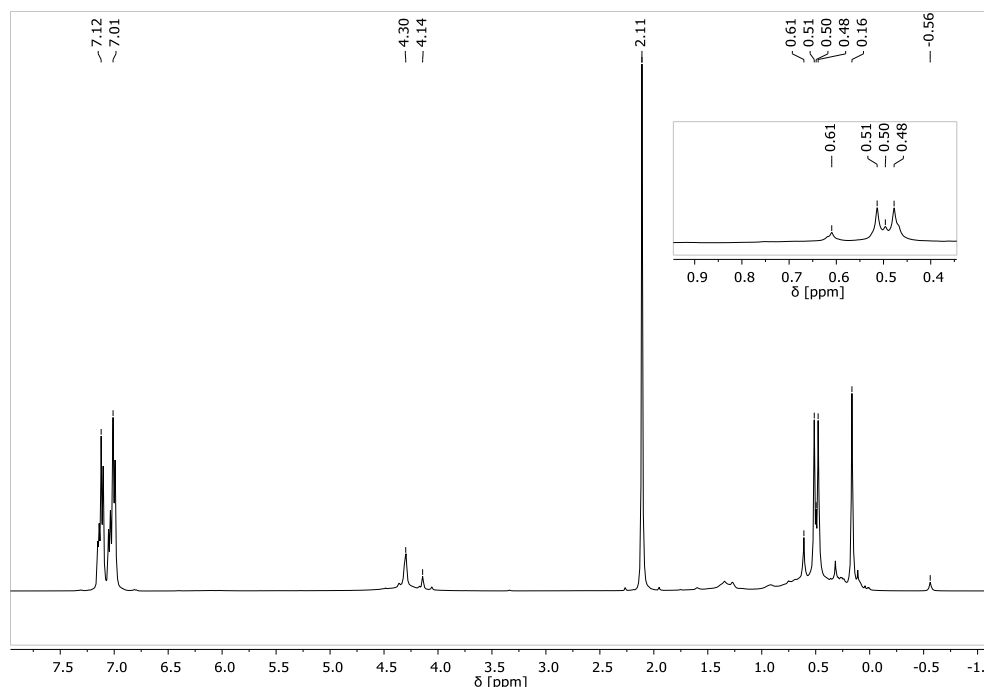


Abbildung 2.6i:  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum der Verbindung **8** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

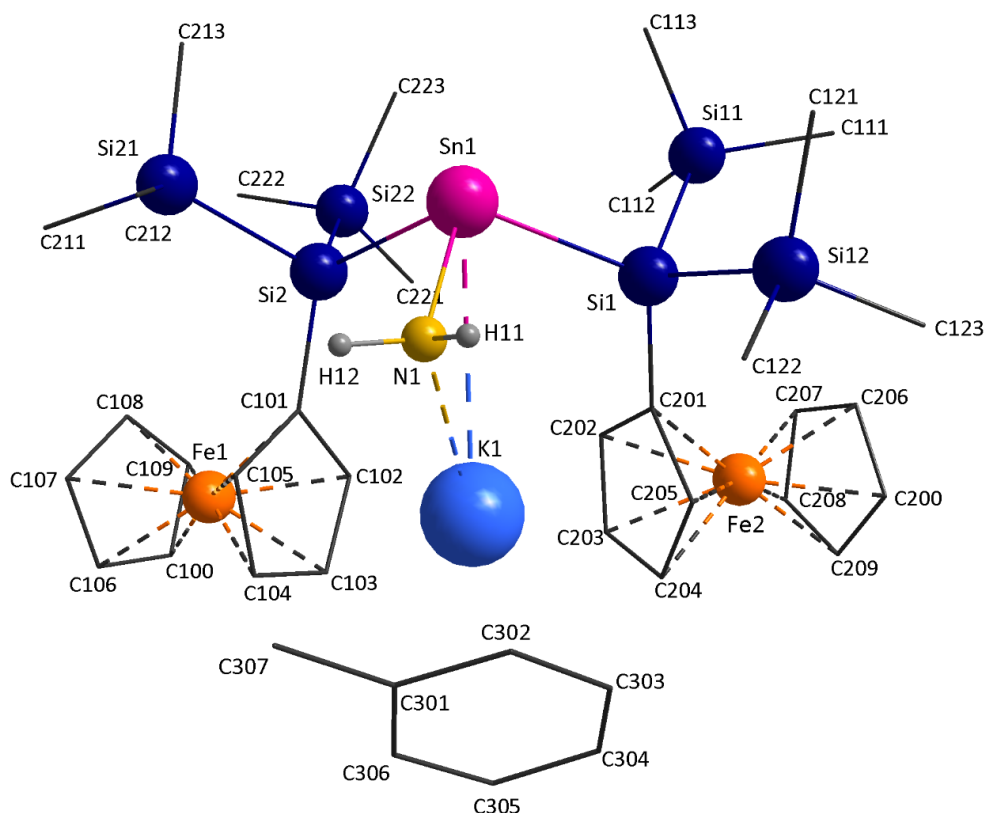
Die Resonanz bei 0,61 ppm könnte bezüglich seiner chemischen Verschiebung einer ferrocenylsubstituierte Zinnverbindung gehören, die vermutlich als Stannanid-Ion vorliegt. Die Resonanz bei 0,50 ppm könnte sogar dem ferrocenylsubstituierten Stannylen gehören, das im Laufe der ungeklärten Folgereaktionen entstanden sein könnte. Die Existenz mehrerer Verbindungen, die neben dem Hauptprodukt **8** in der Toluol-Lösung vorlagen, verhinderte höchstwahrscheinlich die gewünschte Kristallbildung.

### 2.6.3 Das Kalium-amidostannanid (**9**)

Verbindung **9** kristallisiert bei  $-60^\circ\text{C}$  aus der Toluol-Lösung in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  in Form von orangefarbenen Plättchen aus. Die Elementarzelle enthält zwei symmetrieäquivalente Produktmoleküle und zwei kokristallisierte Toluol-Moleküle. Die Molekülstruktur von **9** mit den ausgewählten Strukturparametern ist in der Abbildung 2.6j

## 2. Gang der Untersuchungen

dargestellt. Bei der Darstellung wurden kokristallisierte Toluol-Moleküle zur besseren Übersicht weggelassen. Tabelle 2.6c beinhaltet eine Zusammenfassung wichtiger Strukturparameter. Eine vollständige Auflistung aller Daten ist im Anhang (Kapitel 5.3.4) zu finden.



Sn(1)-N(1)	2,170(7)	N(1)-Sn(1)-Si(1)	96,78(18)
Sn(1)-Si(1)	2,705(2)	N(1)-Sn(1)-Si(2)	90,30(17)
Sn(1)-Si(2)	2,708(2)	Si(1)-Sn(1)-Si(2)	109,23(6)
Sn(1)-K(1)	3,8938(21)	K(1)-Sn(1)-N(1)	41,52(17)
N(1)-K(1)	2,687(7)	K(1)-Sn(1)-Si(1)	68,47(5)
Si(1)-Si(11)	2,361(3)	K(1)-Sn(1)-Si(2)	72,84(6)
Si(1)-Si(12)	2,352(2)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	105,55(11)
Si(2)-Si(21)	2,369(3)	Si(21)-Si(2)-Si(22)	105,70(12)
Si(2)-Si(22)	2,355(3)		

Abbildung 2.6j: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung 9.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.6c: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung **9**.

<b>Summenformel</b>	C <sub>46</sub> H <sub>72</sub> Fe <sub>2</sub> KNSi <sub>6</sub> Sn	
<b>Molmasse</b>	1077,08 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	triklin	
<b>Raumgruppe</b>	P $\bar{1}$	
<b>Metrik</b>	a = 10,8441(8) Å	$\alpha$ = 69,537(2)°
	b = 15,1925(12) Å	$\beta$ = 88,606(3)°
	c = 17,8179(14) Å	$\gamma$ = 74,788(2)°
<b>Formeleinheiten</b>	2	
<b>Daten / Parameter</b>	12573 / 520	
<b>GOF</b>	0,654	
<b>R1</b>	0,0584/ 0,2221	
<b>wR2</b>	0,0672/ 0,0993	

Die negative Ladung, die am trigonal pyramidal aufgebauten Stannanidanion vorhanden ist, ist genauso wie im verbrückten Derivat **7** eher am Stickstoffatom lokalisiert, so dass Kaliumkation vorzugsweise an der NH<sub>2</sub>-Gruppe koordiniert vorliegt. Dies resultiert wieder in einem relativ kurzen N-K-Abstand mit 2,69(7) Å sowie einem relativ großen Abstand zwischen dem Zinn- und Kaliumatom mit 3,89(2) Å. Diese Abstände unterscheiden sich nur minimal von den entsprechenden Distanzen in *Damms*<sup>[47]</sup> Kalium-Stannanid.

Werden zum Vergleich der Molekülstruktur des Kalium-Stannanids **9** das verbrückte Derivat **7** und *Damms*<sup>[47]</sup> Kalium-bis(hypersilyl)amidostannanid herangezogen, wird eine größere Ähnlichkeit mit dem zweitgenannten erwartet, da sich die beiden Stannanide auf den ersten Blick nur in jeweils einem Substituenten an den zentralen Siliziumatomen unterscheiden: Eine Trimethylsilylgruppe wurde durch den Ferrocenylrest ersetzt. Die fehlende Verbrückung macht sich durch den auf 109,23(6)° aufgeweiteten Si-Sn-Si-Bindungswinkel bemerkbar. Die N-Sn-Si-Bindungswinkel liegen bei 96,8(2)° (N1-Sn1-Si1) und 90,3(2)° (N1-Sn1-Si2). Somit liegt nur bei einem der beiden Winkeln eine Abweichung von dem theoretisch erwarteten Bindungswinkel von 90° und die Amidogruppe ist folglich dem Silylsubstituenten mit dem

## 2. Gang der Untersuchungen

zentralen Siliziumatom Si2 mehr zugewandt. Denkbar wäre, dass auf diese Weise eine räumliche Abstoßung zwischen der Amidogruppe und der gegenüberliegenden Trimethylsilylgruppe (-Si(12)Me<sub>3</sub>) umgangen wird. Annähernd gleiche N-Sn-Si-Bindungswinkel (94,45(5)° und 96,77(5)°) wurden in Damms<sup>[47]</sup> Kalium-Stannanid beobachtet. Der K-Sn-N-Winkel ist in allen drei betrachteten Kalium-Stannaniden ähnlich spitz und beträgt in der Verbindung **9** 41,52(2)°.

Eine große Abweichung ergibt sich beim Vergleich der Winkel zwischen Kalium, Zinn und Silizium. In der Verbindung **9** betragen diese Winkel 68,47(5)° (K1-Sn1-Si1) und 72,84(6)° (K1-Sn1-Si2) und sind um 41° bis 50° geringer als in Damms<sup>[47]</sup> Verbindung. Dieser Befund ist damit zu begründen, dass die beiden Ferrocenylsubstituenten, die jeweils an den zentralen Siliziumatomen hängen, zusätzlich zum Toluol-Molekül am Kaliumkation mitkoordinieren und sich somit räumlich in dessen unmittelbarer Nähe befinden. Der Abstand der Cp-Ringe zum Kaliumkation beträgt 2,88(2) Å und 3,02(2) Å. Folglich rücken die zentralen Siliziumatome näher zusammen, sodass sich daraus die spitzen K-Sn-Si-Winkel ergeben.

Wie erwartet besitzt die Sn-Si-Bindung mit 2,17(7) Å erneut einen kovalenten Charakter. Die Sn-Si- und Si-Si-Bindungslängen und Si-Si-Si-Bindungswinkel liegen bei der Verbindung **9** im erwarteten Bereich, es lassen sich keine Unregelmäßigkeiten erkennen. Auch die Bindung zwischen den ferrocen-gebundenen Siliziumatomen und den *ipso*-Kohlenstoffatomen ist erneut auf 1,89(8) Å (Si2-C101) und 1,91(7) Å (Si1-C201) verlängert.

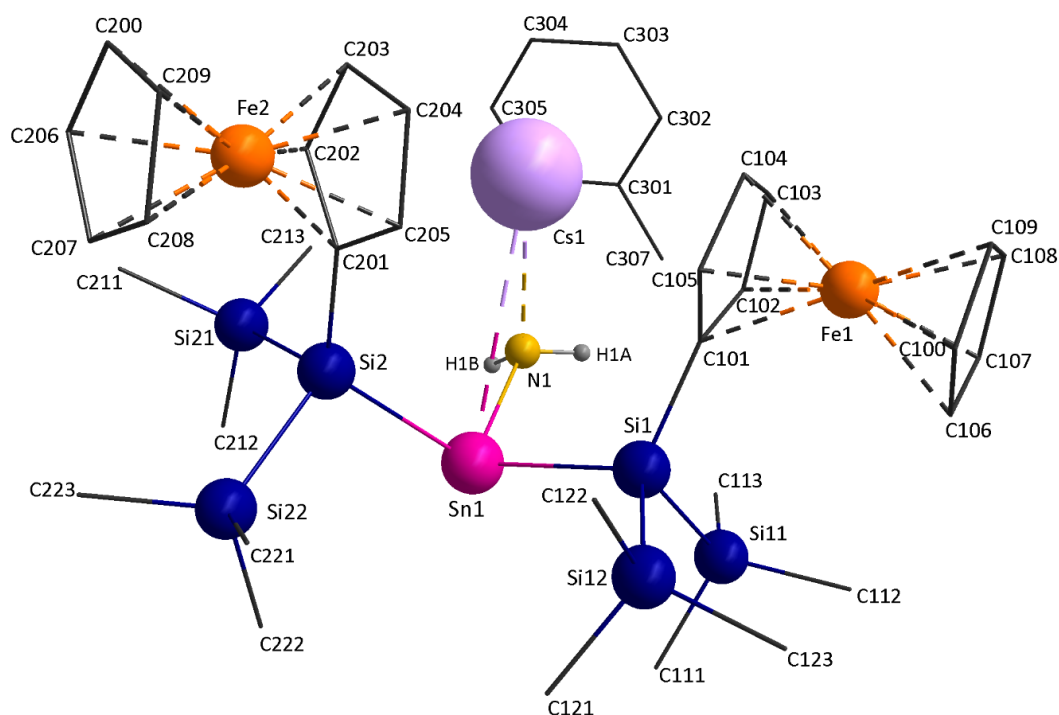
Der Neigungswinkel ( $\beta$ ) der Cyclopentadienideinheiten innerhalb der Ferrocenylgruppen beträgt in beiden Fällen ca. 4°, sodass die Cp-Ringe annähernd parallel angeordnet sind. Die dennoch vorhandene minimale Neigung veranschaulicht den sterischen Einfluss der voluminösen Silylreste, der jeweils an substituierten Cp-Ringen wirksam ist. Die Anordnung der Cyclopentadienidringe um das Eisenatom Fe1 zueinander weicht mit einem Winkel  $\theta = 5,12(6)^\circ$  nur geringfügig von der ekliptischen ab. Um das Eisenatom Fe2 ist diese Abweichung mit  $\theta = 9,63(6)^\circ$  schon deutlich größer. Eine denkbare Erklärung hierfür wäre die unterschiedliche räumliche Nähe der Trimethylsilylgruppen zu den Zentren der unsubstituierten Cp-Ringe. Die kürzeste Distanz wird mit 5,15(3) Å zwischen der Si(11)Me<sub>3</sub>-Gruppe und dem Zentrum des unsubstituierten Cp-Rings um das Fe2-Atom gefunden.

## 2. Gang der Untersuchungen

Daraus resultiert eine räumliche Abstoßung und folglich die stärkere Verdrehung der Cp-Einheiten zueinander.

### 2.6.4 Das Cäsium-amidostannanid (**10**)

Die zur Röntgenstrukturanalyse geeigneten Einkristalle der Verbindung **10** sind aus Toluollösung bei  $-60^{\circ}\text{C}$  in Form von orangefarbenen Plättchen gewachsen.



Sn(1)-N(1)	2,159(5)	N(1)-Sn(1)-Si(1)	90,60(14)
Sn(1)-Si(1)	2,6835(14)	N(1)-Sn(1)-Si(2)	99,66(13)
Sn(1)-Si(2)	2,7083(14)	Si(1)-Sn(1)-Si(2)	110,68(4)
Sn(1)-Cs(1)	4,1740(8)	Cs(1)-Sn(1)-N(1)	42,61(13)
N(1)-Cs(1)	2,969(5)	Cs(1)-Sn(1)-Si(1)	78,17(3)
Si(1)-Si(11)	2,364(2)	Cs(1)-Sn(1)-Si(2)	66,92(3)
Si(1)-Si(12)	2,3492(19)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	106,98(7)
Si(2)-Si(21)	2,3511(18)	Si(21)-Si(2)-Si(22)	105,07(7)
Si(2)-Si(22)	2,3565(19)		

Abbildung 2.6k: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^{\circ}$ ] von Verbindung **10**.

## 2. Gang der Untersuchungen

Verbindung **10** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe  $C2/c$ . Die Elementarzelle enthält acht symmetrieäquivalente Formeleinheiten und zwölf Solvensmoleküle Toluol. Die Molekülstruktur von **10** mit den ausgewählten Strukturparametern ist in der Abbildung 2.6k veranschaulicht. Bei der Darstellung wurde das kokristallisierte Toluol zur besseren Übersicht weggelassen. Tabelle 2.6d beinhaltet eine Zusammenfassung wichtiger Strukturparameter. Eine vollständige Auflistung aller Daten befindet sich im Anhang (Kapitel 5.3.5).

Da das Stannanidanion im Cäsium-Stannanid **10** dieselben Substituenten trägt, wie im Kalium-Stannanid **9**, konnte wie erwartet festgestellt werden, dass sich der Aufbau der Anionen kaum unterscheidet.

Tabelle 2.6d: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung **10**.

<b>Summenformel</b>	$C_{49,50}H_{76}Fe_2CsNSi_6Sn$	
<b>Molmasse</b>	1216,95 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	monoklin	
<b>Raumgruppe</b>	$C2/c$	
<b>Metrik</b>	$a = 43,065(8) \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 10,4689(18) \text{ \AA}$	$\beta = 122,386(4)^\circ$
	$c = 30,004(5) \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
<b>Formeleinheiten</b>	8	
<b>Daten / Parameter</b>	13611 / 600	
<b>GOF</b>	0,763	
<b>R1</b>	0,0438/ 0,1219	
<b>wR2</b>	0,0598/ 0,0715	

Die Unterschiede in den Bindungslängen und Bindungswinkeln dürften nur unmittelbar mit dem Austausch des Alkalimetallkations zusammenhängen. So verlängert sich aufgrund des größeren Ionenradius des Cäsiumkations der Sn-Cs-Abstand auf  $4,17(8) \text{ \AA}$  und ist somit um 28 pm länger, als der K-Sn-Abstand in der Verbindung **9**. Es ist um 22 pm größer als der entsprechende Abstand in dem von *Damm*<sup>[47]</sup> synthetisierten Cäsium-bis(hypersilyl)amido-



## 2. Gang der Untersuchungen

stannanid · 3 MTBE (Abbildung 2.6l). Das kann damit begründet werden, dass an dem Cäsiumkation in der Verbindung **10** zusätzlich zu dem Toluol-Molekül, die beiden Ferrocenylreste mitkoordinieren und somit diesen vom Stannanid-Anion separieren.

Ähnlich zu *Damms* Cäsiumstannanid sorgt der größere Ionenradius des Cäsiumkations für den veränderten N-Cs-Abstand. Dieser ist mit 2,97(5) Å wiederum um 28 pm länger als N-K-Abstand im Kalium-Stannanid **9**.

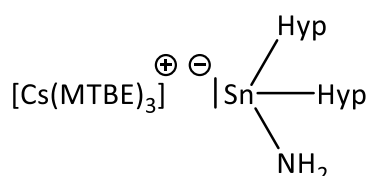
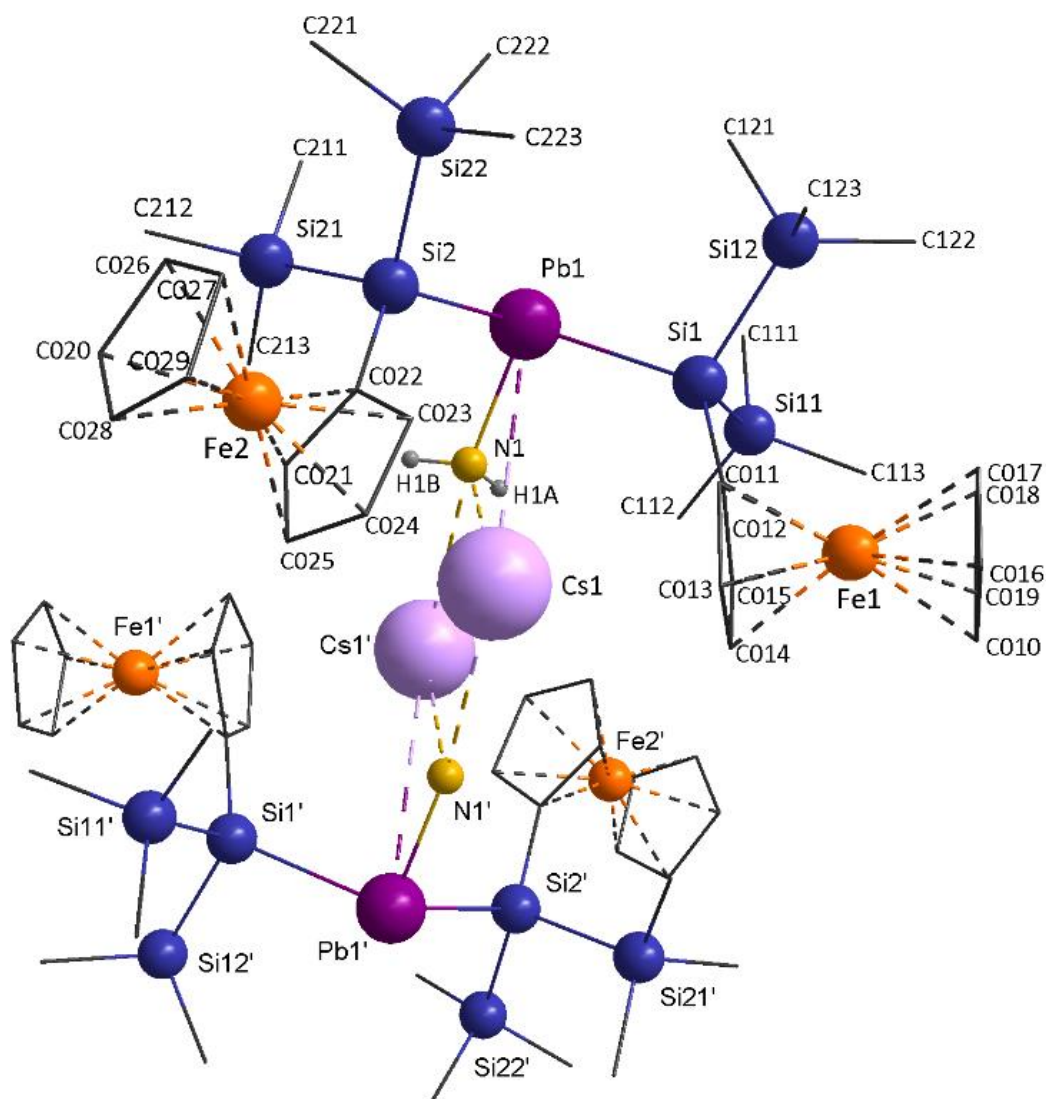


Abbildung 2.6l: Cäsium-bis(hypersilyl)amidostannanid · 3 MTBE von Damm<sup>[47]</sup>.

Die gefundenen Werte für die Winkel scheinen von dem Alkalimetalltausch nicht beeinflusst zu sein. So ist der Cs-Sn-N-Winkel mit 42,61(13)° nur um 1° im Vergleich zum K-Sn-N-Winkel in der Verbindung **9** aufgeweitet. Auch die anderen Winkel, die das Alkalimetall beinhalten, zeigen keine nennenswerten Abweichungen.

Gleichermaßen wie im Kalium-Stannanid **9** sind die Cyclopentadienideinheiten nahezu parallel angeordnet mit einem Neigungswinkel  $\beta$  von jeweils ca. 3°. Die Positionierung der Cyclopentadienidringe zueinander kann ohne weiteres als ekliptisch angesehen werden, da die Abweichung um das Eisenatom Fe1 2,4° und um das Eisenatom Fe2 nur 1,3° beträgt. Demnach bleibt in dieser Verbindung im Unterschied zur Verbindung **9** eine räumliche Verdrehung der Cp-Ringe aus.

2.6.5 Das Cäsium-amidoplumbanid (**11**)

Pb(1)-N(1)	2,258(11)	N(1)-Pb(1)-Si(1)	96,3(3)
Pb(1)-Si(1)	2,789(4)	N(1)-Pb(1)-Si(2)	92,5(3)
Pb(1)-Si(2)	2,788(4)	Si(1)-Pb(1)-Si(2)	113,31(11)
Pb(1)-Cs(1)	4,2321(12)	Cs(1)-Pb(1)-N(1)	43,5(3)
N(1)-Cs(1)	3,025(12)	Cs(1)-Pb(1)-Si(1)	69,85(8)
Si(1)-Si(11)	2,348(5)	Cs(1)-Pb(1)-Si(2)	73,04(8)
Si(1)-Si(12)	2,363(5)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	106,0(2)
Si(2)-Si(21)	2,349(6)	Si(21)-Si(2)-Si(22)	107,3(3)
Si(2)-Si(22)	2,363(5)		

Abbildung 2.6m: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **11**.  
Symmetrioperation: (')  $-x+1/2, -y+1/2, -z+1$ .

Die röntgenkristallographische Analyse, die an den roten plättchenförmigen Kristallen durchgeführt worden ist, hat ergeben, dass die Verbindung **11** wie die Verbindung **10** in der

## 2. Gang der Untersuchungen

monoklinen Raumgruppe  $C2/c$  kristallisiert. Die Elementarzelle weist acht identische Formeleinheiten sowie vier Moleküle kokristallisierten Toluols auf. Die Molekülstruktur von **11** mit den ausgewählten Strukturparametern befindet sich in der Abbildung 2.6m. Auf die Darstellung von kokristallisiertem Toluol wurde zur besseren Übersicht verzichtet. In der Tabelle 2.6e sind wichtige Strukturparameter zusammengefasst. Eine vollständige Auflistung aller Daten befindet sich im Anhang (Kapitel 5.3.6).

Tabelle 2.6e: *Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung 11.*

<b>Summenformel</b>	$C_{42,5}H_{68}Fe_2CsNSi_6Pb$	
<b>Molmasse</b>	1213,32 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	monoklin	
<b>Raumgruppe</b>	$C2/c$	
<b>Metrik</b>	$a = 35,870(4) \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 14,0031(16) \text{ \AA}$	$\beta = 106,305(3)^\circ$
	$c = 21,535(5) \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
<b>Formeleinheiten</b>	8	
<b>Daten / Parameter</b>	12383 / 484	
<b>GOF</b>	0,618	
<b>R1</b>	0,0546/ 0,2731	
<b>wR2</b>	0,0632/ 0,1079	

Im Gegensatz zum Cäsiumstannanid **10** liegt das Cäsiumplumbanid **11** als Dimer vor. Das zentrale Strukturmotiv besteht aus einem näherungsweise planaren (die Bleiatome ragen um ca.  $11^\circ$  aus der Ebene heraus) sechsgliedrigen CsPbNCs'Pb'N'-Ring (Abbildung 2.6n). Cäsium- und Stickstoffatome liegen hier jeweils dreifach koordiniert und Bleiatome vierfach koordiniert vor. Es lässt sich außerdem ein planarer, nahezu quadratischer viergliedriger CsNCs'N'-Ring definieren.

## 2. Gang der Untersuchungen

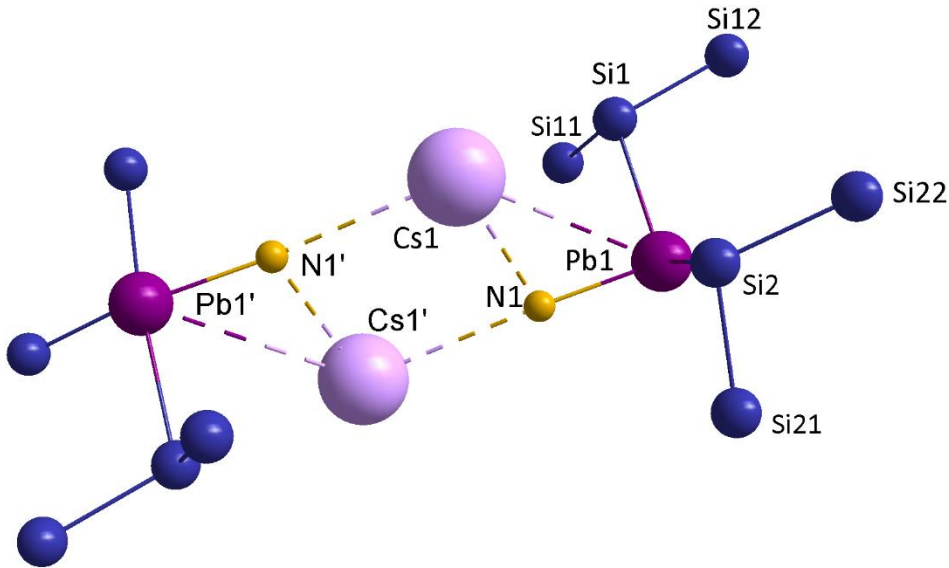


Abbildung 2.6n: Strukturfragment der dimeren Verbindung **11**.  
Symmetrieeoperation: (')  $-x+1/2, -y+1/2, -z+1$ .

Das Plumbanidanion ist wie erwartet trigonal pyramidal mit einem in Richtung des Stickstoffatoms verschobenen negativen Ladungsschwerpunkt aufgebaut. Daraus folgend resultieren auch ein relativ großer Pb-Cs-Abstand mit  $4,23(12) \text{ \AA}$  sowie ein relativ kleiner N-Cs-Abstand mit  $3,03(12) \text{ \AA}$ . Die beiden letztgenannten Abstände sind nur um 6 pm länger als die entsprechenden Distanzen in Verbindung **10**. Auch eine Gegenüberstellung anderer Parameter lässt erkennen, dass die Verbindungen **10** und **11** vergleichbare Winkel und Abstände besitzen. Die vorhandenen geringfügigen Unterschiede sind auf den größeren Radius vom Bleiatom gegenüber dem Zinnatom zurück zu führen. So ist beispielsweise der Si-Pb-Si-Bindungswinkel mit  $113,31(11)^\circ$  um weniger als  $3^\circ$  größer als der Si-Sn-Si-Bindungswinkel in Verbindung **10**. Und der Cs-Pb-N-Winkel ist mit  $43,5(3)^\circ$  um weniger als  $1^\circ$  aufgeweitet. Die Pb-Si-Bindungslängen weichen mit  $2,79(4) \text{ \AA}$  im Schnitt um ca. 3 pm von den gleichartigen Bindungslängen im *Damms*<sup>[47]</sup> Cäsiumplumbanid (Abbildung 2.6o) ab.

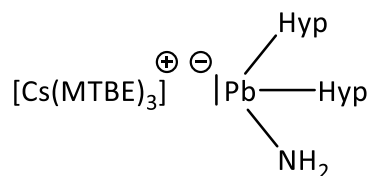


Abbildung 2.6o: Cäsium-bis(hypersilyl)amidoplumbanid · 3 MTBE von *Damm*<sup>[47]</sup>.

## 2. Gang der Untersuchungen

Werden die räumlichen Verhältnisse der Ferrocenyleinheiten betrachtet, sind keine merklichen Unterschiede in den Alkalimetallstannaniden **10** und **11** zu verzeichnen. Der Neigungswinkel  $\beta$  beträgt ca.  $4^\circ$  um das Eisenatom Fe1 und ca.  $5^\circ$  um das Eisenatom Fe2, sodass die Cyclopentadienideinheiten nahezu parallel zueinander ausgerichtet sind. Mit dem Winkel  $\theta = 9,1^\circ$  um das Fe1 und  $\theta = 6,8^\circ$  um das Fe2 weicht die Anordnung der Cp-Ringe von der ekliptischen etwas ab.

### 2.6.6 NMR-spektroskopische Untersuchung der Tetranide **7** bis **11**.

Die erhaltenen chemischen Verschiebungen aus den durchgeführten  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ -,  $^{29}\text{Si}$ - und teilweise  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-spektroskopischen Messungen von Verbindungen **7** bis **11** sind in den Tabellen 2.6f und 2.6g zusammengefasst.

Tabelle 2.6f: Chemischen Verschiebungen der Silylsubstituenten in ppm der Verbindungen **7** bis **11** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

Verbindung	SiMe <sub>3</sub> -Gruppen			Zentrales Si
	$\delta(^1\text{H})$	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(^{29}\text{Si})$	$\delta(^{29}\text{Si})$
<b>7</b>	0,46; 0,49	2,8; 3,7	-9,4; -12,1	-74,1
<b>8</b>	0,51; 0,57	2,9; 3,9	-9,0; -12,3	-75,0
<b>9</b>	0,59; 0,67	2,7; 4,4	-10,6; -10,8	-75,5
<b>10</b>	0,61; 0,69	3,5; 4,4	-10,4; -10,7	-74,5
<b>11</b>	0,59; 0,68	–	–	–

Vom Cäsium-Plumbanid **11** konnten keine zufriedenstellende Heterokern-MNR-Spektren erhalten werden, da sich die Verbindung innerhalb der Messzeit nahezu vollständig zersetzte.

## 2. Gang der Untersuchungen

Tabelle 2.6g: Chemischen Verschiebungen in ppm der Verbindungen **7** bis **11** in  $C_6D_6$ .

Verbindung	Ferrocenyl-Rest		-NH <sub>2</sub> -Gruppe	
	$\delta(^1H)$	$\delta(^{13}C)$	$\delta(^1H)$	$\delta(^{119}Sn)$
<b>7</b>	4,14; 4,31	69,9; 70,2; 76,7; 77,4	-0,69	-36,5
<b>8</b>	4,21; 4,34	69,8; 70,0; 72,2; 76,8	-0,53	-30,6
<b>9</b>	4,20	69,7	-1,48	-
<b>10</b>	4,23	69,5	-1,05	-
<b>11</b>	4,21	-	-0,9	-

Die Protonen der Trimethylsilylgruppen sind aufgrund der planaren Chiralität der Verbindungen nicht mehr chemisch äquivalent, deswegen wurden im  $^1H$ -NMR-Spektrum jeweils zwei verschiedene Resonanzen von jeweils 18 Protonen gefunden. Die chemischen Verschiebungen dieser liegen bei den verbrückten Stannaniden **7** und **8** bei etwas niedrigeren Frequenz im Vergleich zu den Tetraniden **9** bis **11** mit zwei Ferrocenylresten, da aufgrund des +I-Effekts zusätzlicher Ferrocenylgruppe die Elektronendichte in der Umgebung der untersuchten Atome zunimmt. Zusätzlich scheint der Austausch des Alkalimetallatoms von Kalium zu Cäsium in Stannaniden eine Verschiebung der  $\delta$ -Werte zu etwas höheren Frequenzen hervorzurufen. Die Resonanzen der beiden Wasserstoffatome der NH<sub>2</sub>-Gruppe sind von diesem Austausch in gleicher Weise beeinflusst.

Im  $^{13}C$ -NMR- und im  $^{29}Si$ -NMR-Spektrum sind von den diastereotopen Trimethylsilylsubstituenten herrührend auch jeweils zwei Sätze von Signalen zu erkennen, wobei die chemischen Verschiebungen im  $^{13}C$ -NMR-Spektrum den gleichen Trend aufweisen wie im  $^1H$ -NMR-Spektrum. Dagegen zeigen die Verschiebungen der Resonanzen der peripheren Si-Atome im  $^{29}Si$ -NMR-Spektrum keinen eindeutigen Trend. Die Signale der zinngebundenen Siliziumatome unterscheiden sich nur minimal und bleiben folglich von dem Austausch des Alkalimetallkations unbeeinflusst.

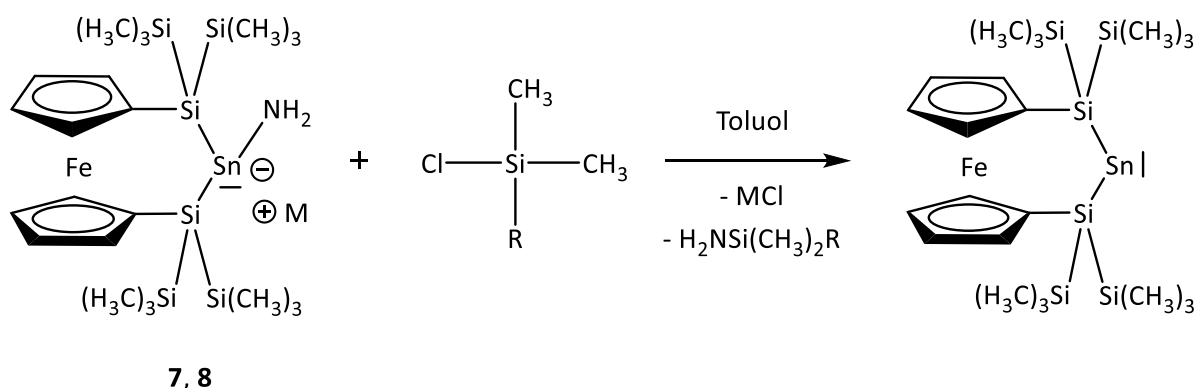
Die Multipletts der acht Protonen der Cyclopentadienylringe liegen im  $^1H$ -NMR-Spektrum bei allen Tetraniden wie erwartet im selben Bereich. Gleiches gilt auch für die Signale der Cp-Ringe im  $^{13}C$ -NMR-Spektrum.

## 2. Gang der Untersuchungen

Die Verschiebungen der Zinnatome im  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Spektrum, die nur bei den verbrückten Stannaniden **7** und **8** beobachten werden konnten, unterscheiden sich kaum voneinander.

### 2.7 Reaktionen von Tetraniden mit Trialkylsilylchloriden

In weiterführenden Synthesen sollte untersucht werden, ob die erhaltenen Amidotetranide **7** bis **11** in die zugrundeliegenden Tetrylene überführt werden können. Um dies zu überprüfen waren Reaktionen mit Trialkylsilylchloriden (Trimethylchlorsilan und das sterisch anspruchsvollere Derivat tert-Butyldimethylchlorsilan) angedacht. Es wurde vermutet, dass auf diesem Weg die Amidogruppe abgespalten werden kann und folglich Tetrylene erhalten werden können (Abbildung 2.7a und 2.7b).



M = K (**7**)

Cs = Cs (**8**)

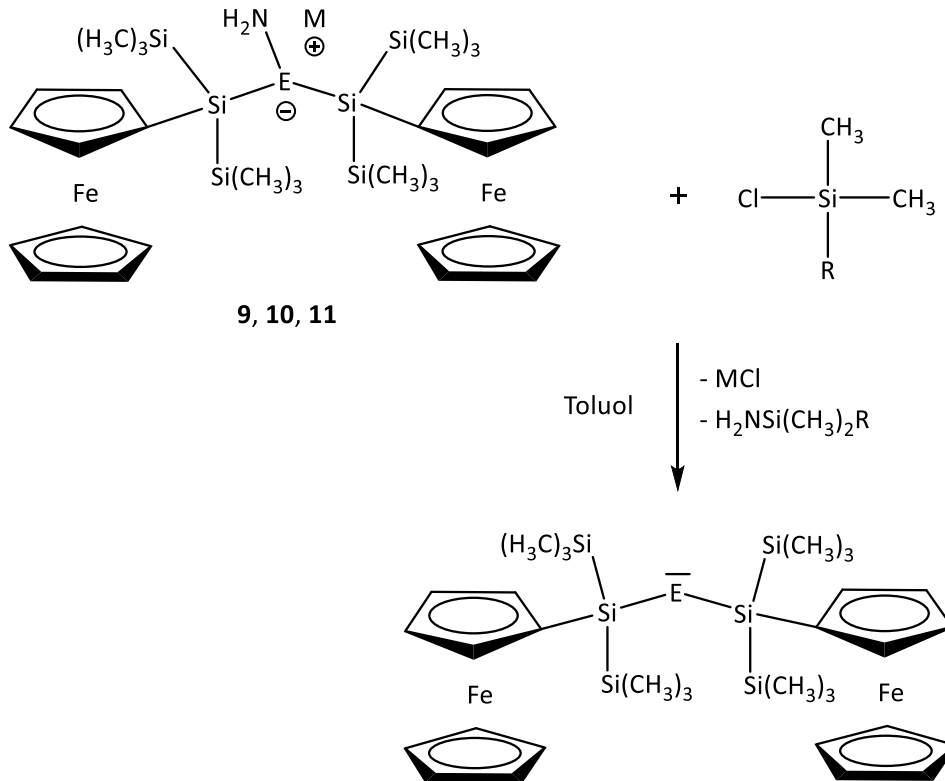
R = Me, <sup>t</sup>Bu

Abbildung 2.7a: Möglicher Reaktionsweg zur Überführung der Stannanide **7** und **8** in die zugrundeliegenden Stannylene.

Die ersten Umsetzungen mit Chlorsilanen wurden ausgehend von den verbrückten Stannaniden **7** und **8** durchgeführt, die, wie in den Kapiteln 2.6.1 und 2.6.2 ausführlich besprochen, leider nicht in reiner Form erhalten werden konnten. Die  $^1\text{H}$  und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-spektroskopischen Aufnahmen der entstandenen Rohprodukte weisen auf die Bildung eines komplexen Produktgemisches hin und ließen keine sicheren Zuordnungen zu. Dieses Ergebnis untermauert die von Damm<sup>[47]</sup> gemachten Erkenntnisse und bestätigt die Tatsache, dass unabhängig von der Sperrigkeit des eingesetzten Chlorsilans kein eindeutiges Produkt

## 2. Gang der Untersuchungen

auftritt, wenn die verwendeten Stannanide nicht als Reinsubstanzen eingesetzt werden, denn die im Eduktgemisch vorhandenen Nebenprodukte und Verunreinigungen wie Kalium- bzw. Cäsium-bis(trimethylsilyl)amid und weiteren im Kapitel 2.6.2 diskutierten Spezies offensichtlich Nebenreaktionen mit den Chlorsilanen eingehen.



M = K, E = Sn (**9**)

M = Cs, E = Sn (**10**)

M = Cs, E = Pb (**11**)

R = Me, <sup>t</sup>Bu

Abbildung 2.7b: Angedachter Reaktionsweg zur Überführung der Tetranide **9** bis **11** in die zugrundeliegenden Tetrylene.

Das reine Cäsiumplumbanid **11** konnte zwar röntgenkristallographisch charakterisiert werden (Kapitel 2.6.5), die Isolierung der Kristalle war aber leider nicht erfolgreich, sodass die Umsetzung mit Trimethylchlorsilan auch in Anwesenheit der Verunreinigungen durchgeführt werden musste. Demensprechend wurde auch in diesem Fall kein eindeutiges Ergebnis erzielt, da wiederum ein Produktgemisch erhalten wurde. Da im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum ein Signal schwacher Intensität bei der chemischen Verschiebung von 0,52 ppm vorzufinden war, konnte eine Vermutung angestellt werden, dass bei der Reaktion ein kleiner Anteil des entsprechenden Plumbylens entstanden ist. Vergleichbares Signal wurde auch beim



## 2. Gang der Untersuchungen

Syntheseversuch des Plumbylens in Benzol ausgehend von **4** mit **V** beobachtet (Kapitel 2.5). Dafür sprechen auch die Ergebnisse von *Damm*<sup>[47]</sup>, die Alkalimetall-bis(hypersilyl)-amidoplumbanide mithilfe von Trimethylchlorsilan erfolgreich in das Plumbylen Bis(hypersilyl)blei überführen konnte (Abbildung 2.7c).

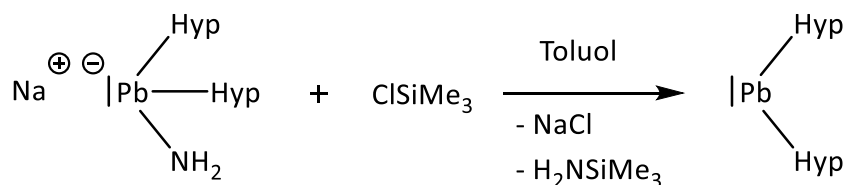


Abbildung 2.7c: Bildung von Bis(hypersilyl)blei ausgehend von Natrium bis(hypersilyl)amido-plumbanid und Trimethylchlorsilan<sup>[47]</sup>.

Die letzten Umsetzungen mit Trimethylchlorsilan wurden ausgehend von den Stannaniden **9** und **10** durchgeführt. Da die eingesetzten Edukte diesmal in reiner Form eingesetzt werden konnten, wurden keine Nebenreaktionen erwartet, sodass die Bildung der Stannylene im Sinne des in der Abbildung 2.7b dargestellten Reaktionswegs nicht mehr gestört werden sollte.

Die Umsetzungen von **9** und von **10** mit Trimethylchlorsilan erfolgten in einem Verhältnis 1:2. Die rote Lösung des jeweiligen Stannanids in Toluol wurde auf  $-30^\circ\text{C}$  gekühlt und Trimethylchlorsilan schnell hinzugetropft. Die Reaktionslösung wurde eine Stunde lang bei  $-30^\circ\text{C}$  gerührt. Nach der Entfernung des Lösungsmittels im dynamischen Vakuum wurde der Rückstand mit *n*-Pentan aufgenommen und von dem unlöslichen Alkalimetallchlorid mit einem Glasfilter (G4) abfiltriert. Das orangefarbene Filtrat wurde eingeeengt und bei  $-60^\circ\text{C}$  gelagert. Nach einer kurzen Zeit hatten sich orangefarbene rautenförmige Kristalle gebildet. Die Kristallstrukturanalyse und NMR-spektroskopische Untersuchungen an den erhaltenen Kristallen – auf deren Beschreibung im anschließenden Kapitel 2.7.1 näher eingegangen wird – ergaben, dass es sich hierbei nicht um die erwartete Zielverbindung handelte, sondern um das Chlorostannan **12** (Abbildung 2.7d).

## 2. Gang der Untersuchungen

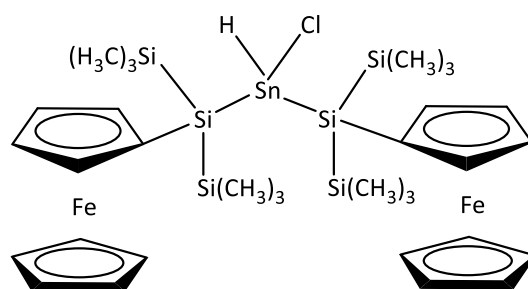


Abbildung 2.7d: Das Chloro-bis[bis(trimethylsilyl)silylferrocenyl]stannan(**12**).

Das Resultat der oben beschriebenen Umsetzungen bestätigt erneut die von *Damm*<sup>[47]</sup> gewonnenen Erkenntnisse. Die Bildung der Verbindung **12** kann demnach wie folgt verstanden werden (Abbildung 2.7e). Im ersten Schritt findet eine nucleophile Substitution am Trimethylchlorosilan statt, bei der die  $\text{NH}_2$ -Gruppe als Lewis-Base – aufgrund des am Stickstoff lokalisierten freien Elektronenpaares – fungiert und das Chloridion ersetzt. Kalium- bzw. Cäsiumchlorid fallen dabei als farblose Feststoffe aus. Als Triebkraft dieser Reaktion kann zum einen die Bildung der stabilen Ionenverbindung ( $\text{KCl}$ ,  $\text{CsCl}$ ) genannt werden und zum anderen die Ausbildung einer energetisch günstigen N-Si-Bindung (Bindungsenergie N-Si:  $439 \text{ kJ/mol}$ <sup>[79]</sup>). Im Intermediat trägt das Stickstoffatom formal eine positive und das Zinnatom eine negative Ladung, sodass im nächsten Schritt eine Stabilisierung des Zwitterions durch die unter Ladungsausgleich ablaufende Umlagerung eines Protons vom Stickstoff- zum Zinnatom stattfindet. Dabei ändert sich die formale Oxidationsstufe des Zinns von +II auf +IV, sodass als Zwischenprodukt ein Stannan vorliegt. Nach einer erneuten nucleophilen Substitution am zweiten Äquivalent des TMS-Chlorids durch die  $\text{NH}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2)$ -Gruppe greift schließlich das frei gewordene Chlorid, wiederum nucleophil, am Zinnatom an und verdrängt dabei das Bis(trimethylsilyl)amid unter Bildung des Chlorostannans **12**.

## 2. Gang der Untersuchungen

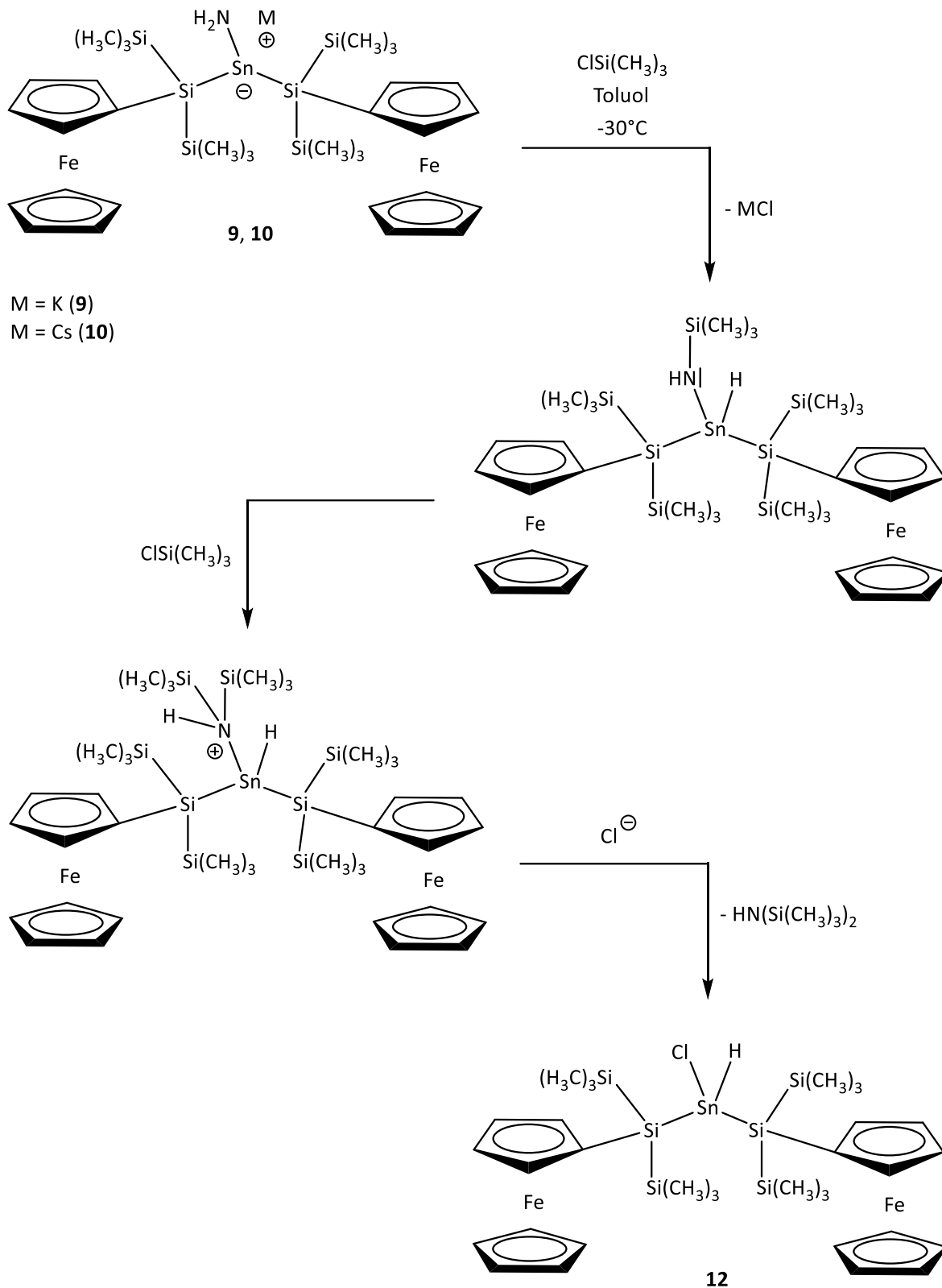


Abbildung 2.7e: Vermuteter Reaktionsmechanismus für die Entstehung von **12** ausgehend von Alkalimetallstannaniden **9** und **10** mit Trimethylchlorsilan.

Die Tatsache, dass bei der Durchführung der Reaktion mit Trimethylchlorsilan aus den Stannaniden Chlorostannane und aus den Plumbaniden Plumbylene entstehen, zeichnet das

## 2. Gang der Untersuchungen

unterschiedliche Reaktionsverhalten der beiden Tetranide auf. Dieses hängt vermutlich mit der schwächeren N-Pb-Bindung im Vergleich zur N-Sn-Bindung zusammen<sup>[79]</sup>. Die Divergenz führt dazu, dass im zwitterionhaltigen Übergangszustand keine Protonen-Umlagerung, sondern eine Abspaltung des Trimethylsilylamids stattfindet und somit direkt das Plumbylen gebildet wird<sup>[47]</sup>.

### 2.7.1 Das Chlorostannan (**12**)

Die aus der *n*-Pentan-Lösung erhaltenen orangefarbenen, rautenförmigen Kristalle der Verbindung **12** wurden NMR-spektroskopisch sowie röntgenkristallografisch charakterisiert.

#### *NMR-spektroskopische Untersuchung*

Analog zu den oben betrachteten Stannaniden sind die Trimethylsilylgruppen in der Verbindung **12** diastereotop, sodass in den <sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C- und <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren jeweils zwei Signalsätze auffindbar sind. Resonanzen dieser Signale bei 0,42 ppm und 0,46 ppm im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum (Abbildung 2.7f) sowie 2,0 ppm und 2,3 ppm im <sup>13</sup>C-NMR-Spektrum (Abbildung 2.7g) sind im Vergleich zu den Stannaniden **9** und **10** zu niedrigeren Frequenzen verschoben.

Das Signal des direkt am Zinn gebundenen Wasserstoffatoms taucht im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum bei 7,52 ppm auf und ist somit stark zu höheren Frequenzen verschoben. Dies war auch zu erwarten, da im Stannan **10** das freie Elektronenpaar und die formal negative Ladung am Zinnatom nicht mehr vorhanden sind und die Elektronendichte zusätzlich durch das elektronenziehende Chloratom verringert wird. Eine vergleichbare Signallage (7,47 ppm) wurde auch für das Wasserstoffatom in *Damms*<sup>[47]</sup> Chloro-bis(hypersilyl)stannan (ClSn(H)Hyp<sub>2</sub>) (Abbildung 2.7h) gefunden.

## 2. Gang der Untersuchungen

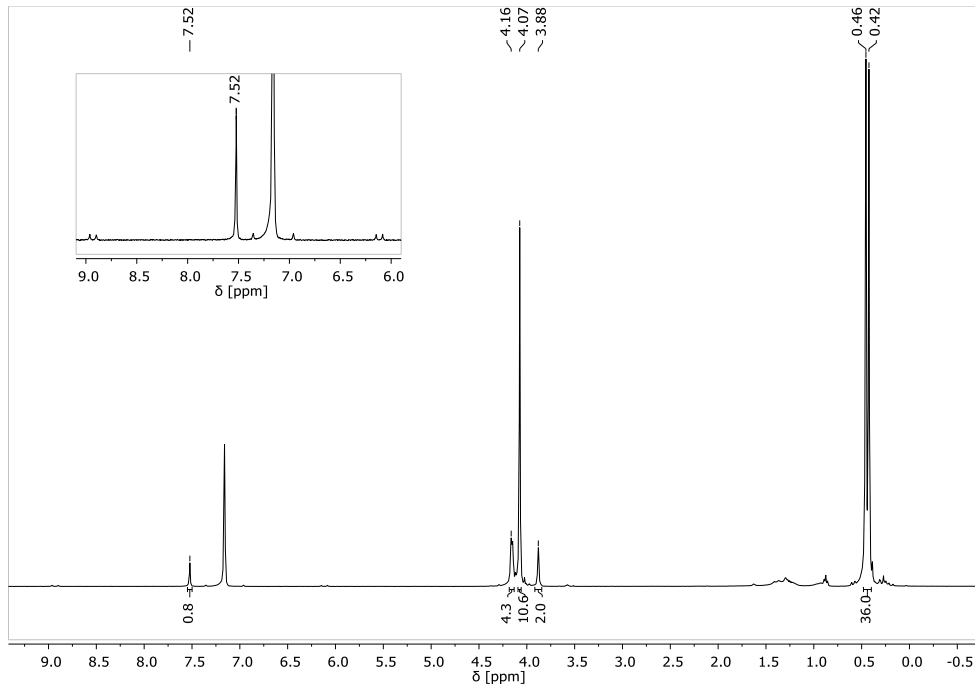


Abbildung 2.7f:  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum der Verbindung **12** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

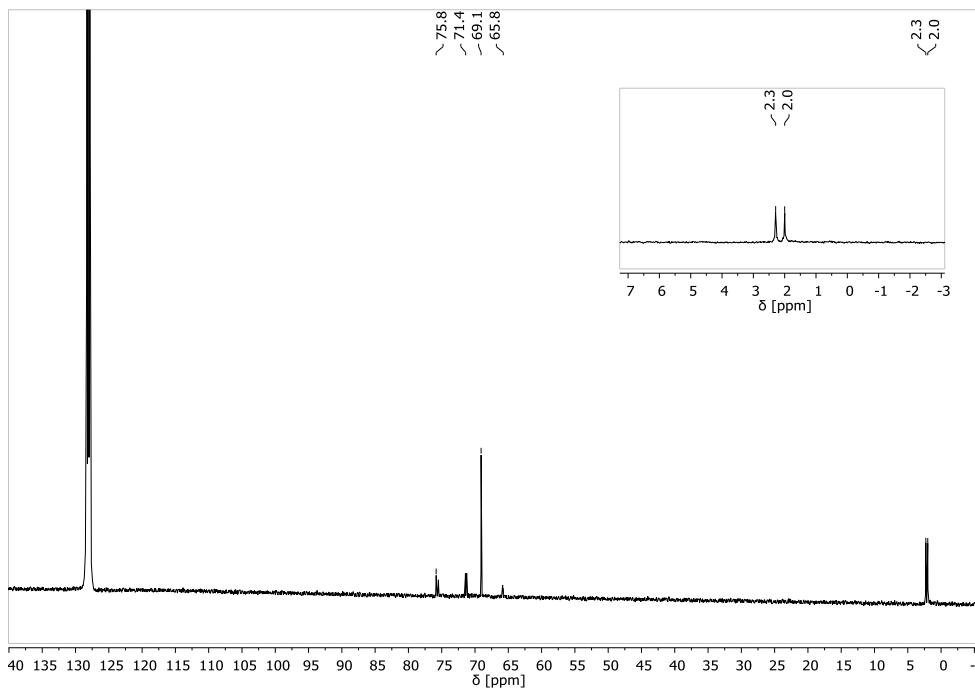


Abbildung 2.7g:  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum der Verbindung **12** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

## 2. Gang der Untersuchungen

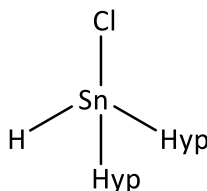


Abbildung 2.7h: Chloro-bis(hypersilyl)stannan von Damm<sup>[47]</sup>.

Die ermittelten  $^1J_{\text{H-Sn}}$ -Kopplungskonstanten mit H- $^{117}\text{Sn}$ -Kopplung von 1105,6 Hz und H- $^{119}\text{Sn}$ -Kopplung von 1157,4 Hz liegen im erwarteten Bereich, der auch für andere literaturbekannte Sn(IV)-H-Verbindungen charakteristisch ist<sup>[47]</sup>.

Die Signale, die von den Protonen der Cyclopentadienylringe herrühren, zeigen sowohl im  $^1\text{H}$ -NMR- als auch im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum keine Besonderheiten auf.

Die Resonanzen der peripheren Si-Atome im  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum (Abbildung 2.7i) bei  $-9,5$  ppm und  $-10,2$  ppm unterschieden sich nur minimal von den Verschiebungen, die bei Stannaniden **9** und **10** gefunden worden sind. Das Signal der zentralen Si-Atome ist dagegen mit  $-55,8$  ppm zu höheren Frequenzen verschoben, da die Elektronendichte in deren Umgebung durch den negativen induktiven Effekt des Chloratoms verringert ist und daraus eine verminderte Abschirmung resultiert.

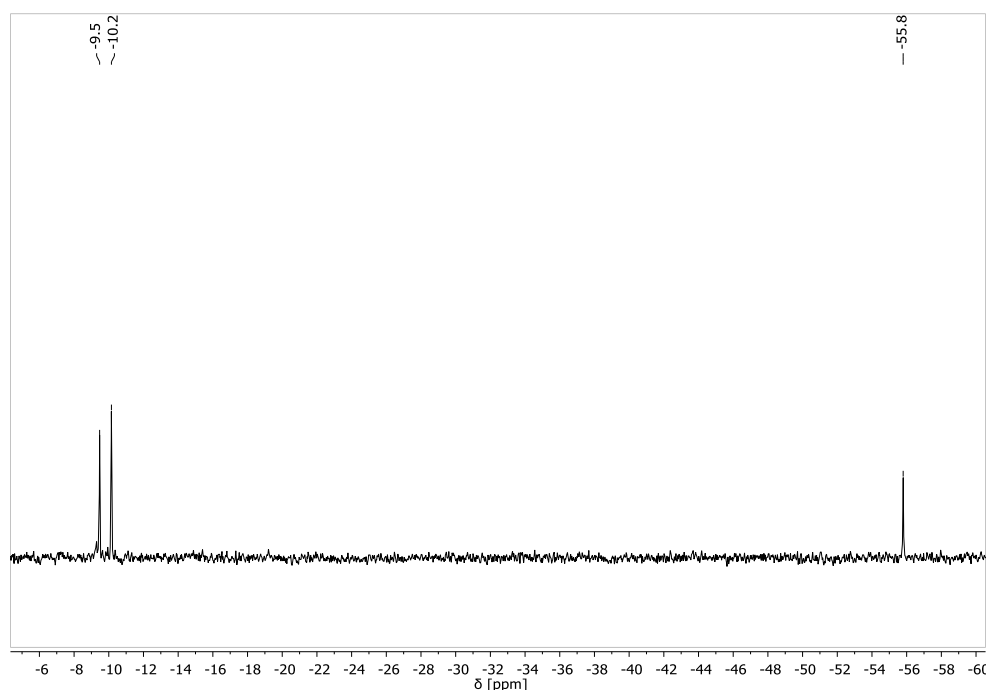


Abbildung 2.7i:  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektrum der Verbindung **12** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

## 2. Gang der Untersuchungen

Im  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Spektrum (Abbildung 2.7j) ist ein eindeutiges Signal bei  $-68,6$  ppm zu finden.

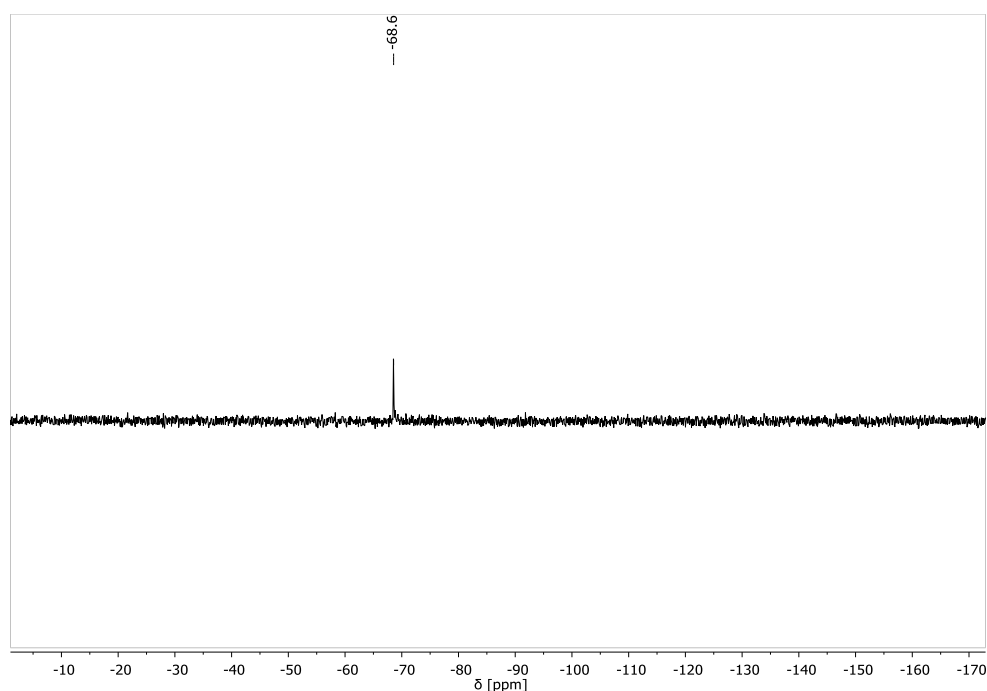
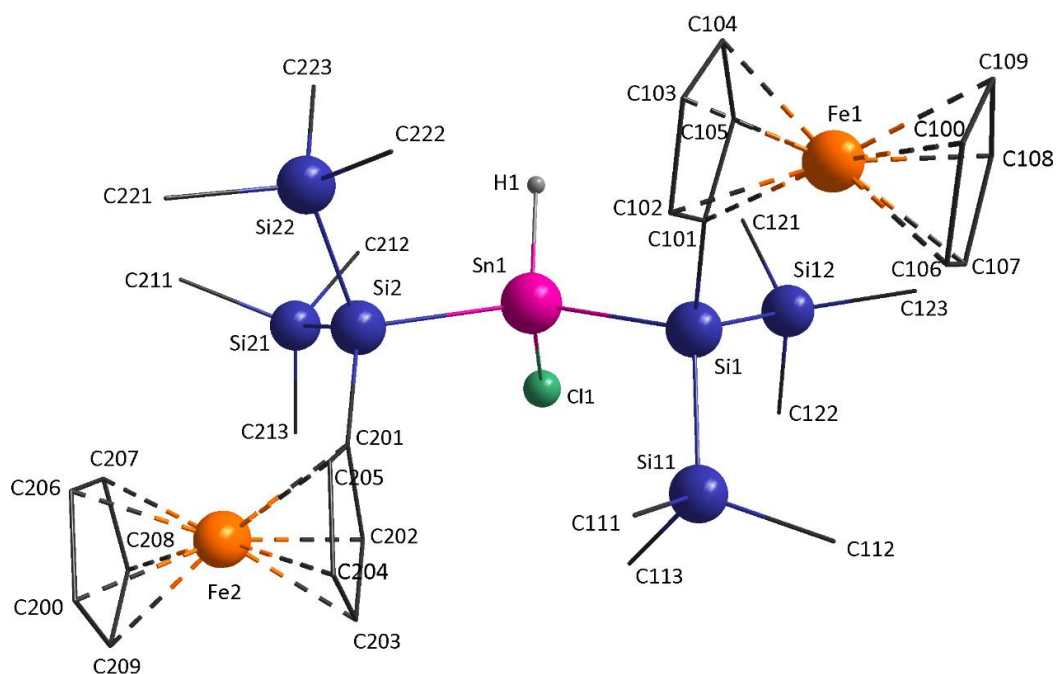


Abbildung 2.7j:  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Spektrum der Verbindung **12** in  $\text{C}_6\text{D}_6$ .

### Einkristallstrukturanalyse

Das Chlorostannan **12** kristallisiert in der Raumgruppe  $P2_1/c$  des monoklinen Kristallsystems. In der Elementarzelle befinden sich vier symmetrieäquivalente Moleküle. Das Chlor- und das am Zinn gebundene Wasserstoffatom weisen eine Lagefehlordnung auf, wobei die erste Lage zu 94 % bzw. die zweite Lage zu 6 % besetzt ist. Die Molekülstruktur und ausgewählte Bindungslängen und -winkel sind in der Abbildung 2.7k zu sehen; hierbei ist nur die Majoritätslage berücksichtigt. Die vollständigen Strukturdaten sind im Anhang (siehe Kapitel 5.3.7) zu finden; zusammenfassend sind diese in der Tabelle 2.7a aufgelistet.

## 2. Gang der Untersuchungen



Sn(1)-H(1)	1,8548(3)	H(1)-Sn(1)-Cl(1)	106,52(81)
Sn(1)-Cl(1)	2,404(2)	H(1)-Sn(1)-Si(1)	104,25(14)
Sn(1)-Si(1)	2,5924(17)	H(1)-Sn(1)-Si(2)	104,65(11)
Sn(1)-Si(2)	2,5832(17)	Cl(1)-Sn(1)-Si(1)	104,82(6)
Si(1)-Si(11)	2,346(2)	Cl(1)-Sn(1)-Si(2)	103,61(7)
Si(1)-Si(12)	2,366(2)	Si(1)-Sn(1)-Si(2)	131,11(5)
Si(2)-Si(21)	2,364(2)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	113,25(9)
Si(2)-Si(22)	2,349(2)	Si(21)-Si(2)-Si(22)	109,80(9)

Abbildung 2.7k: Molekülstruktur mit ausgewählten Bindungsparametern [ $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ] von Verbindung **12**.

Das Zinnatom liegt vierfach koordiniert vor. Da das Tetrelatom unsymmetrisch substituiert ist, werden die Feinheiten der Struktur von dem sterischen Anspruch der Reste beeinflusst. Der immense Platzbedarf der ferrocenylsubstituierten Silylresten führt zu einer deutlichen Abweichung vom ideal-tetraedrischen Bau. Es wird ein stark aufgeweiteter Si-Sn-Si-Bindungswinkel von  $131,11(5)^\circ$  verzeichnet. Durch die Ausrichtung der Ferrocenyleinheiten der beiden voluminösen Silylsubstituenten in verschiedene Richtungen wird die sterische Hinderung teilweise kompensiert, sodass der Si-Sn-Si-Bindungswinkel nicht so weit aufgespreizt ist, wie im *Damms*<sup>[47]</sup>  $\text{ClSn(H)Hyp}_2$  oder im Dichloro-bis(hypersilyl)stannan(IV) ( $\text{SnHyp}_2\text{Cl}_2$ )<sup>[49]</sup>, in denen Si-Sn-Si-Bindungswinkel von  $136,6(2)^\circ$  bzw.  $142,5^\circ$  beobachtet wurden. Die restlichen Bindungswinkel zwischen den am Zinnatom kovalent gebundenen Partnern sind erwartungsgemäß etwas gestaucht und weichen um ca.  $3^\circ$  bis maximal  $6^\circ$  von



## 2. Gang der Untersuchungen

dem idealen Tetraederwinkel von  $109,5^\circ$  ab. Die Sn-Si-Abstände von  $2,59(2)$  Å (Sn1-Si1) und  $2,58(2)$  Å (Sn1-Si2) sowie die Sn-Cl-Abstände von  $2,4(2)$  Å unterscheiden sich kaum von den entsprechenden Abständen im *Damms*<sup>[47]</sup> Chloro-bis(hypersilyl)stannan.

Tabelle 2.7a: Ausgewählte Daten zur Kristallstrukturanalyse von Verbindung **12**.

<b>Summenformel</b>	C <sub>32</sub> H <sub>55</sub> ClFe <sub>2</sub> Si <sub>6</sub> Sn	
<b>Molmasse</b>	874,14 g/mol	
<b>Temperatur</b>	173(2) K	
<b>Kristallsystem</b>	monoklin	
<b>Raumgruppe</b>	P2 <sub>1</sub> /c	
<b>Metrik</b>	a = 17,3253(17) Å	α = 90°
	b = 9,3430(9) Å	β = 93,132(3)°
	c = 25,634(5) Å	γ = 90°
<b>Formeleinheiten</b>	4	
<b>Daten / Parameter</b>	10635 / 389	
<b>GOF</b>	0,825	
<b>R1</b>	0,0564 / 0,1629	
<b>wR2</b>	0,0945 / 0,1218	

Die Orientierung der Cyclopentadienidringe des Ferrocenylrestes zueinander weisen keine Unregelmäßigkeiten auf. Der Neigungswinkel β beträgt nur ca. 1° um das Eisenatom Fe1 und ca. 3° um das Eisenatom Fe2. Mit dem Winkel θ = 1,3° um das Fe1 und θ = 2,1° um das Fe2 sind die Cp-Ringe fast ekliptisch angeordnet.

## 3. Experimenteller Teil

### 3.1 Allgemeines

Alle Arbeiten wurden in Schlenk-Gefäßen unter trockener Argonatmosphäre (Spezifikation 4.8 – Reinheit 99,998 Volumenprozent Argon) und in wasserfreien entgasten Lösungsmitteln durchgeführt. Die Lösungsmittel Diethylether, Tetrahydrofuran, *n*-Pentan und Toluol wurden von der Trocknungsanlage MB SPS-800 von der Firma MBRAUN entnommen. Die Aufbewahrung der Lösungsmittel erfolgte unter Schutzgasatmosphäre bei  $-60^{\circ}\text{C}$ .

Hexadeuterobenzol, deuteriertes THF und Benzol wurden über Kalium vier Tage lang getrocknet, einer fraktionierenden Destillation unterworfen und anschließend über einem Molsieb ( $4 \text{ \AA}$ ) aufbewahrt ( $\text{C}_6\text{H}_6$  bei  $7^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{C}_6\text{D}_6$  und THF- $\text{D}_8$  bei Raumtemperatur).

Zur Trocknung von Trimethylchlorsilan wurde Calciumhydrid verwendet. Es wurde sechs Stunden unter Rückfluss erhitzt und nach anschließender Destillation bei  $-60^{\circ}\text{C}$  aufbewahrt.

#### *Kerspinresonanzspektroskopische Untersuchungen*

Die NMR-spektroskopischen Messungen wurden nach der Fourier-Transformations-Methode mit Hilfe des Programms Bruker Topspin 1.3 an dem Spektrometer der Firma Bruker (Modell DRX 400) mit folgenden Resonanzfrequenzen aufgenommen:

$^1\text{H}$	–	400,308 MHz
$^{13}\text{C}$	–	100,675 MHz
$^{29}\text{Si}$	–	79,530 MHz
$^{119}\text{Sn}$	–	49,277 MHz
$^{15}\text{N}$	–	40,563 MHz
$^7\text{Li}$	–	155,575 MHz

Alle Messungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt.

### 3. Experimenteller Teil

Die chemischen Verschiebungen in den  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren wurden gegen Tetramethylsilan ( $\delta = 0,0$  ppm) aufgenommen, wobei das Signal der deuterierten Lösungsmittel als interner Standard diente. Die chemischen Verschiebungen der  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren beziehen sich auf Tetramethylsilan ( $\delta = 0,0$  ppm) als übliche externe Standardsubstanz. Bei den Messungen der  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-,  $^{15}\text{N}$ -NMR- und  $^7\text{Li}$ -NMR-Spektren dienen Tetramethylstannan, Nitromethan bzw. Lithiumchlorid als externe Standardsubstanzen mit  $\delta = 0,0$  ppm. Ein positives Vorzeichen der chemischen Verschiebung  $\delta$  steht für eine Verschiebung zu den höheren Frequenzen, ein negatives zu niedrigeren. Zur Auswertung der aufgenommenen Spektren wurde das Programm MestReNova (Version v 10.0.2.-15465) verwendet. Alle Heterokerne wurden protonenentkoppelt gemessen.

#### ***Kristallstrukturanalysen***

Zur Bestimmung der Kristallstruktur wurden Einkristalle unter strömendem Argon aus dem Schlenk-Kolben entnommen, auf einen Objektträger mit einem viskosen (Viskosität 7 cSt) inerten Perfluoropolyalkylether bedeckt und unter kaltem Stickstoffstrom gekühlt. Unter dem Mikroskop wurde ein geeignetes Einkristall ausgewählt und zusammen mit etwas Öl in einer Glasfaserschleife aufgenommen, unter Stickstoffkühlung zum Diffraktometer transportiert und auf den Goniometerkopf mit Magnetträger montiert.

Die Einkristallstrukturanalyse wurde mit einem Diffraktometer der Firma Bruker AXS SMART CCD mit Niedertemperatureinheit und einem Bruker APEX II Detektor durchgeführt. Dabei wurde  $\text{Mo-K}\alpha$ -Strahlung der Wellenlänge  $\lambda = 71,069$  pm als Messstrahlung verwendet. Nach der erfolgten Lorentz- und Polarisationskorrektur wurden die Kristallstrukturen mit Direkten Methoden gelöst und mit Differenz-Fouriersynthesen schrittweise vervollständigt. Die Verfeinerung des Strukturmodells (der Auslenkungs- und Ortsparameter gegen  $F_0^2$ -Daten) erfolgte mit Methoden der kleinsten Fehlerquadrate. Hierzu wurde das Programmpaket SHELXTL Version 5.1 (1998) verwendet. Das Programm MULABS diente zur empirischen Absorptionskorrektur. Die Gütefaktoren berechnen sich wie folgt:

$$R1 = \frac{\sum ||F_0| - |F_C||}{\sum |F_0|}; \quad wR2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0^2 - F_C^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$$

### 3. Experimenteller Teil

mit  $w^{-1} = \sigma^2(F_0^2) + (a \cdot P)^2 + b \cdot P$  und  $P = \frac{1}{3} \max(F_0^2, 0) + \frac{2}{3} F_c^2$

Parameter a und b wurden optimiert.

$$GOF = \sqrt{\frac{\sum w(F_0^2 - F_c^2)^2}{N_0 - N_p}}$$

mit  $N_0$ : Anzahl der zur Verfeinerung verwendeten Reflexe

$N_p$ : Anzahl der Parameter

Bei der Verfeinerung der schweren Atome wurden anisotrope Auslenkungsparameter verwendet, bei den Wasserstoffatomen wurde eine isotrope Schwingung angenommen. Die angegebenen anisotropen Auslenkungsparameter beziehen sich auf den 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 aufgeführte äquivalente Auslenkungsparameter  $U_{eq}$  entspricht einem Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors.

#### **Infrarotspektroskopie**

Die Aufnahme der Infrarotspektren erfolgte mit einem JASCO FT/IR-4100-Spektrometer. Eine stark konzentrierte Probelösung in *n*-Pentan wurde auf eine Glasplatte, die im Strahlengang platziert war, aufgebracht. Nach dem Verdampfen des Lösungsmittels, wurde der Probenfilm vermessen. Die Abkürzungen vw (sehr schwach), w (schwach), m (mittelstark), s (stark), vs (sehr stark) und br (breite Bande) geben die Intensität und Form der Schwingungsbanden wieder.

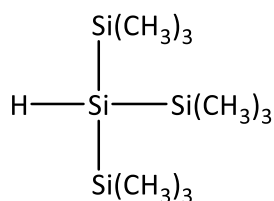
## Mößbauerspektroskopie

Zur Aufnahme der  $^{57}\text{Fe}$ -Mößbauerspektren wurde als Strahlungsquelle das Mutterisotop  $^{57}\text{Co}$  verwendet, welches in eine Rhodiumwirtsmatrix eingebettet war. Als Standard für die Isomerieverschiebung  $\delta$  diente  $\alpha$ -Eisen ( $\delta = 0,0 \text{ mm/s}$ ). Für  $^{119}\text{Sn}$ - Mößbauerspektren wurde radioaktive Zinnquelle  $^{119\text{m}}\text{Sn}$  in einer kubischen  $\text{Ca}^{119\text{m}}\text{SnO}_3$ -Matrix eingesetzt. Als Standard wurden  $\text{SnO}_2$  ( $\delta = 0,0 \text{ mm/s}$ ) und metallisches Sn ( $\beta$ -Sn,  $\delta = 2,56 \text{ mm/s}$ ) benutzt. Zur Bestimmung des absoluten Nullpunkts mit dem in der Literatur angegebenen Wert von  $\delta = 2,56 \text{ mm/s}$ , wurde eine zusätzliche Messung von  $\beta$ -Sn gegenüber  $\text{Ca}^{119\text{m}}\text{SnO}_3$  ( $\delta = 2,6546 \text{ mm/s}$ ) durchgeführt, woraus eine Differenz von  $\delta = 0,0946 \text{ mm/s}$  resultierte. Die mittels Messsoftware Wissoft (Version 2.0) aufgenommenen Spektren wurden mit dem Programm Recoil<sup>[80]</sup> ausgewertet.

## 3.2 Synthesen und spektroskopische Daten

### 3.2.1 Darstellung der Vorstufen

#### Hypersilan (I)



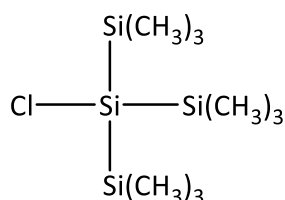
$$M = 248,66 \text{ g/mol}$$

Das bei der arbeitskreisinternen Tetrakis Herstellung als Nebenprodukt erhaltene Hypersilan (I) wurde durch Vakuumdestillation (bei einem konstanten Druck von 3 Torr) über eine Vigreux-Kolonnen bei  $34^\circ\text{C}$  (Badtemperatur  $63^\circ\text{C}$ , Kühlung des Destillats auf  $-50^\circ\text{C}$ ) gereinigt. Die farblose Flüssigkeit siedet bei  $83^\circ\text{C}$  und hat eine Dichte von  $0,8 \text{ g/cm}^3$ .

### 3. Experimenteller Teil

$^1\text{H-NMR}$ (400,308 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 0,23 (27 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ); $^1J_{\text{C,H}} = 120,5$ Hz), 2,44 (1 H, s, $\text{Si}\underline{\text{H}}$ ; $^1J_{\text{Si,H}} = 153,7$ Hz).
$^{13}\text{C-NMR}$ (100,675 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 2,2 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).
$^{29}\text{Si-NMR}$ (79,530 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = -115,9 ( $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -11,7 ( $\text{Si}(\underline{\text{S}}\text{i}(\text{CH}_3)_3)_3$ ); $^1J_{\text{Si,Si}} = 60$ Hz, $^1J_{\text{Si,C}} = 45,1$ Hz).

#### Hypersilylchlorid (II)

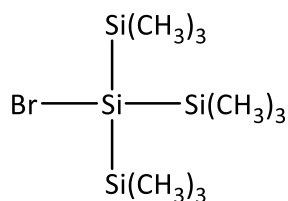


$$M = 283,11 \text{ g/mol}$$

In einem 500 mL Schlenk-Kolben wurden 125 mL (0,40 mol; 100,00 g) I und 167 mL (1,73 mol; 266,00 g) Tetrachlormethan (durch Destillation vorgereinigt) vorgelegt. Die Reaktionsmischung wurde fünf Stunden lang unter Rückfluss erhitzt und anschließend 16 h lang bei RT weitergerührt. Das überschussige Tetrachlorkohlenstoff und das als Nebenprodukt gebildete Chloroform wurden mittels Kälte­destillation entfernt. Das Rohprodukt wurde zur Aufreinigung sublimiert (Badtemperatur 60°C; 0,05 mbar). Es wurde eine farblose zähe Flüssigkeit erhalten.

(101,29 g; 0,36 mol; 89 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$ (400,308 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 0,23 (27 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ); $^1J_{\text{C,H}} = 118,9$ Hz).
$^{13}\text{C-NMR}$ (100,675 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = -0,6 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).
$^{29}\text{Si-NMR}$ (79,530 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = -12,3 ( $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -11,7 ( $\text{Si}(\underline{\text{S}}\text{i}(\text{CH}_3)_3)_3$ ); $^1J_{\text{Si,C}} = 45,7$ Hz).

Hypersilylbromid (III)

$$M = 327,56 \text{ g/mol}$$

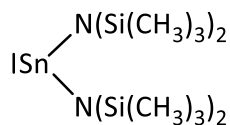
In einem 250 mL Schlenk-Kolben wurden 30 mL (0,09 mol; 24,00 g) I und 101 mL (1,16 mol; 292,74 g) Bromoform (durch Destillation vorgereinigt) vorgelegt. Die Reaktionsmischung wurde 16 h lang bei RT gerührt und anschließend eine Stunde lang auf 70°C erwärmt. Das überschussige Bromoform und das als Nebenprodukt gebildete Methylenbromid wurden unter vermindertem Druck destilliert (Badtemperatur 80°C; 0,43 mbar). Das Rohprodukt wurde zur Aufreinigung sublimiert (Badtemperatur 64°C; 0,05 mbar). Es wurde ein farbloser Feststoff erhalten.

(15,81 g; 0,06 mol; 50 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,24 (27 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ;  $^1J_{\text{C,H}} = 119,7$  Hz).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -0,6 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -23,7 ( $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -12,5 ( $\text{Si}(\underline{\text{S}}\text{i}(\text{CH}_3)_3)_3$ );  
 $^1J_{\text{Si,Si}} = 56$  Hz;  $^1J_{\text{Si,C}} = 46,1$  Hz).

Zinn-(II)-bis(trimetylsilyl)amid (IV)

$$M = 439,46 \text{ g/mol}$$

In einem 250 mL Schlenk-Kolben wurden 18,78 g (112,24 mmol) Lithiumbis(trimethylsilyl)-amid in 110 mL Diethylether bei -20°C suspendiert. Zu der farblosen Suspension wurden

### 3. Experimenteller Teil

portionsweise 10,64 g (56,12 mmol) Zinn-(II)-Chlorid zugegeben. Die Reaktionsmischung wurde über Nacht bei RT gerührt. Dabei färbte sich die Lösung orange und es fiel ein farbloser Niederschlag (Lithiumchlorid) aus, der mittels eines G4-Filters abfiltriert wurde. Die Reinigung erfolgte durch Vakuumdestillation (Badtemperatur 95°C; 0,03 mbar). Das erhaltene zähflüssige orange Produkt bleibt bei RT flüssig. Unter Kühlung lässt sich dieses in den festen Aggregatzustand überführen.

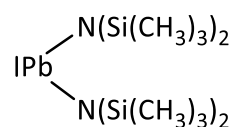
(21,44 g; 48,79 mmol; 87 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,27 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 5,9 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ;  $^3J_{\text{Sn,C}} = 23,7$  Hz).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -2,0 ( $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{CH}_3)_3$ ;  $^1J_{\text{Si,C}} = 54,9$  Hz).

#### Blei-(II)-bis(trimethylsilyl)amid (V)



$M = 527,97$  g/mol

Der Syntheseweg ist zu der Herstellung von der Verbindung **IV** analog. Es wurden 21,77 g (130,09 mmol) Lithium-bis(trimethylsilyl)amid mit 18,09 g (65,04 mmol) Blei-(II)-Chlorid umgesetzt. Es wurde ein gelber Feststoff erhalten.

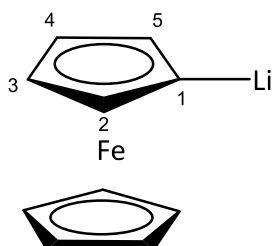
(31,71 g; 60,06 mmol; 92 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,23 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 5,6 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ;  $^3J_{\text{Pb,C}} = 23,4$  Hz).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -4,7 ( $\underline{\text{S}}\text{i}(\text{CH}_3)_3$ ;  $^1J_{\text{Si,C}} = 54,5$  Hz).



Monolithioferrocen (VI)

$$M = 191,96 \text{ g/mol}$$

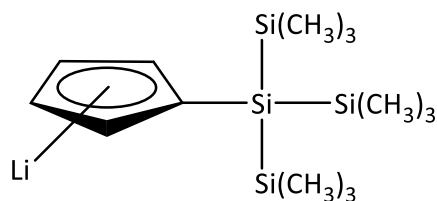
In einem 500 mL Dreihalskolben mit Tropftrichter wurden 10 g (53,75 mmol) Ferrocen und 0,60 g (5,38 mmol) Kalium-*tert*-butanolat vorgelegt und in 120 mL auf  $-60^{\circ}\text{C}$  vorgekühltem THF gelöst. Es wurden 32,50 mL (61,81 mmol) auf  $-60^{\circ}\text{C}$  vorgekühltem *tert*-Butyllithium (1,9-molar in Pentan) in den Tropftrichter überkanüliert und innerhalb von 15 min zugetropft. Die Reaktionslösung wurde 15 min bei  $-5^{\circ}\text{C}$  gerührt. Anschließend wurden 50 mL auf  $-60^{\circ}\text{C}$  vorgekühltes *n*-Pentan zugegeben und der Niederschlag zügig mit einem Glasfilter (G4) abfiltriert. Der Feststoff wurde anschließend mit kaltem *n*-Pentan gewaschen, bis das Filtrat farblos war, und im dynamischen Hochvakuum für zwei Stunden getrocknet. Zurück blieb ein orangegelber, stark pyrophorer Feststoff.

(4,40 g; 22,92 mmol; 43 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 3,75 (2 H, s, Cp( $\underline{\text{C}}^3\text{H}$ ,  $\underline{\text{C}}^4\text{H}$ )), 3,81 (5 H, s,  $\underline{\text{Cp}}$ ), 4,04 (2 H, s, Cp( $\underline{\text{C}}^2\text{H}$ ,  $\underline{\text{C}}^5\text{H}$ )).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 80,2 (Cp( $\underline{\text{C}}^3\text{H}$ ,  $\underline{\text{C}}^4\text{H}$ )), 68,4 (Cp( $\underline{\text{C}}^2\text{H}$ ,  $\underline{\text{C}}^5\text{H}$ )), 66,3 ( $\underline{\text{Cp}}$ ).

$^7\text{Li-NMR}$  (155,575 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-0,02$ .

Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid (1)

$$M = 318,68 \text{ g/mol}$$

In einem 250 mL Schlenk-Kolben wurden 7,68 g (87,19 mmol) Natriumcyclopentadienid vorgelegt und in 150 mL THF gelöst. Hierzu wurden 26,74 mL (90,68 mmol) II pipettiert. Die Reaktionslösung wurde 24 Stunden lang bei Raumtemperatur gerührt. Es hat sich ein farbloser Niederschlag gebildet (Natriumchlorid). Das Lösungsmittel wurde im Vakuum abdestilliert und der Rückstand mit Diethylether extrahiert. Der unlösliche Niederschlag von Natriumchlorid wurde mit einem Glasfilter (G4) abfiltriert. Anschließend wurden 12,84 g (76,73 mmol) Lithium-bis(trimethylsilyl)amid in 130 mL THF gelöst und zu dem Diethylether-Extrakt hinzugegeben. Die braune Reaktionslösung wurde 20 Stunden lang bei Raumtemperatur gerührt. Das Lösungsmittel wurde im Vakuum abdestilliert und der Feststoff im dynamischen Hochvakuum getrocknet. Zur Aufreinigung wurde der Feststoff aus *n*-Pentan bei  $-60^{\circ}\text{C}$  umkristallisiert. Es wurden farblose stäbchenförmige Kristalle erhalten. (18,24 g; 57,24 mmol; 66 % d. Th.)

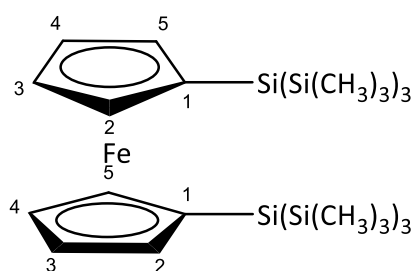
$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,17 (27 H, s, Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>;  $^1J_{\text{H,C}} = 119,4$  Hz),  
5,91 (4 H, s, Cp).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 115,1 (Cp), 107,3 (Cp), 95,7 (Cp(ipso-C)),  
2,0 (Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-91,2$  (Si(Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)<sub>3</sub>),  $-15,9$  (Si(Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)<sub>3</sub>);  
 $^1J_{\text{Si,Si}} = 63$  Hz,  $^1J_{\text{Si,C}} = 42,9$  Hz).

### 3.2.2 Synthese von ferrocenylmodifizierten Silanen

#### 1,1'-Bis[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (VII)



$$M = 679,33 \text{ g/mol}$$

In einem 500 mL Schlenk-Kolben wurden 18,24 g (57,24 mmol) **1** in 250 mL THF gelöst. Die Suspension wurde auf  $-70^{\circ}\text{C}$  gekühlt und 6,17 g (28,62 mmol) Eisen(II)-bromid in kleinen Portionen zugegeben. Die orangefarbene Reaktionsmischung wurde langsam auf Raumtemperatur erwärmt, 19 Stunden lang gerührt und zu einer 2-molaren Schwefelsäure (80 mL) gegeben. Die wässrige Phase wurde drei Mal mit je 70 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden über Natriumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Der orangefarbene Feststoff wurde anschließend im dynamischen Hochvakuum getrocknet. In *n*-Pentan haben sich bei Raumtemperatur orange Kristalle in Form sechseckiger Plättchen gebildet.

(17,12 g; 25,20 mmol; 89 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,31 (54 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ;  $^1J_{\text{H,C}} = 120,5$  Hz),  
4,05 (4 H, s,  $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 4,38 (4 H, s,  $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 74,9 ( $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 72,0 ( $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ),  
67,6 ( $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^1)$ ), 1,7 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-81,9$  ( $\underline{\text{S}}\underline{\text{i}}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ),  $-13,0$  ( $\text{Si}(\underline{\text{S}}\underline{\text{i}}(\text{CH}_3)_3)_3$ );  
 $^1J_{\text{Si,Si}} = 63$  Hz;  $^1J_{\text{Si,C}} = 44,4$  Hz).

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{THF-d}_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,24 (54 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ), 3,95 (4 H, s,  $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 4,31 (4 H, s,  $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{THF-d}_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 75,5 ( $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 72,4 ( $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ),

### 3. Experimenteller Teil

68,3 (Cp(C)), 1,9 (Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>).

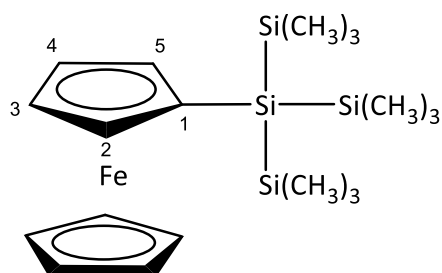
<sup>29</sup>Si-NMR (79,530 MHz, THF-d<sub>8</sub>):  $\delta$  (ppm) = -83,9 (Si(Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), -14,8 (Si(Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)<sub>3</sub>);  
 $^1J_{\text{Si,Si}} = 58$  Hz;  $^1J_{\text{Si,C}} = 42,8$  Hz).

Mößbauer-Spektroskopie (100 K):  $\delta$  [mm/s] = 0,538(1).

$\Delta$  [mm/s] = 2,292(2).

IR-Spektroskopie (cm<sup>-1</sup>): 2957,30 (w), 1451,17 (vw), 1330,64 (vw), 1243,86 (m),  
1151,29 (vw), 1051,98 (br, m), 832,13 (vs), 754,99 (m),  
686,53 (m), 624,82 (w), 602,65 (vw), 585,29 (w).

#### Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]silyl]ferrocen (2)



432,68 g/mol

In einem 100 mL Schlenk-Kolben wurden 3,49 g (14,81 mmol) **VI** in 40 mL THF gelöst. Die braune Lösung wurde auf -10°C gekühlt und eine farblose Lösung von 4,85 g (14,81 mmol) **III** in 20 mL THF hinzugegeben. Die orange-braune Reaktionslösung wurde 20 Stunden lang bei Raumtemperatur gerührt und anschließend zu einer 2-molaren Schwefelsäure (50 mL) gegeben. Die wässrige Phase wurde drei Mal mit je 70 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden über Natriumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Nach der Entfernung des Lösungsmittels blieb ein orangefarbenes Öl zurück, das durch das Schockgefrieren im flüssigen Stickstoff zur Kristallisation gebracht werden konnte. Es wurden orangefarbene Plättchen erhalten.

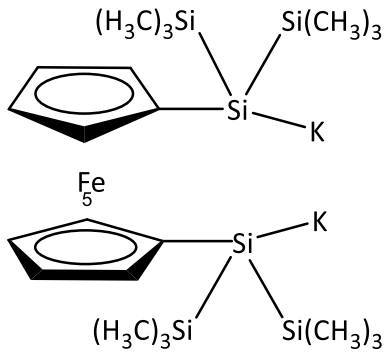
(6,20 g; 14,32 mmol; 97 % d. Th.)

### 3. Experimenteller Teil

$^1\text{H-NMR}$ (400,308 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 0,29 (27 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ; $^1J_{\text{H,C}} = 120,1$ Hz), 3,93 (2 H, s, $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 4,09 (5 H, s, $\underline{\text{C}}\underline{\rho}$ ), 4,26 (2 H, s, $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ).
$^{13}\text{C-NMR}$ (100,675 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 74,9 (Cp, $\underline{\text{C}}^2$ , $\underline{\text{C}}^5$ ), 70,7 (Cp, $\underline{\text{C}}^3$ , $\underline{\text{C}}^4$ ), 68,8 ( $\underline{\text{C}}\underline{\rho}$ ), 67,0 (Cp, $\underline{\text{C}}^1$ ), 1,6 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ).
$^{29}\text{Si-NMR}$ (79,530 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = -82,4 ( $\underline{\text{Si}}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -13,3 ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ); $^1J_{\text{Si,Si}} = 61$ Hz; $^1J_{\text{Si,C}} = 45,1$ Hz).
$^1\text{H-NMR}$ (400,308 MHz, THF- $d_8$ ):	$\delta$ (ppm) = 0,24 (27 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ; $^1J_{\text{H,C}} = 120,6$ Hz ), 3,95 (2 H, s, $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^2\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^5\underline{\text{H}})$ ), 4,12 (5 H, s, $\underline{\text{C}}\underline{\rho}$ ), 4,32 (2 H, s, $\text{Cp}(\underline{\text{C}}^3\underline{\text{H}}, \underline{\text{C}}^4\underline{\text{H}})$ ).
$^{13}\text{C-NMR}$ (100,675 MHz, THF- $d_8$ ):	$\delta$ (ppm) = 75,5 (Cp, $\underline{\text{C}}^2$ , $\underline{\text{C}}^5$ ), 71,2 (Cp, $\underline{\text{C}}^3$ , $\underline{\text{C}}^4$ ), 69,3 ( $\underline{\text{C}}\underline{\rho}$ ), 67,6 (Cp, $\underline{\text{C}}^1$ ), 1,9 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\underline{\text{H}}_3)_3$ ; $^1J_{\text{Si,C}} = 44,1$ Hz).
$^{29}\text{Si-NMR}$ (79,530 MHz, THF- $d_8$ ):	$\delta$ (ppm) = -81,0 ( $\underline{\text{Si}}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -12,9 ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ).
Mößbauer (100 K):	$\delta$ [mm/s] = 0,543(1). $\Delta$ [mm/s] = 2,340(2).
IR-Spektroskopie ( $\text{cm}^{-1}$ ):	2949,59 (w), 2892,70 (vw), 1395,25 (vw), 1241,93 (s), 1149,37 (w), 1024,98 (w), 826,35 (vs), 744,39 (w), 685,57 (s), 623,86 (m), 614,22 (m), 588,18 (vw).

#### 3.2.3 Synthese von ferrocenylsubstituierten Silaniden

Ferrocenylsubstituierte Kalium- und Cäsiumsilanide wurden in einer Reaktion aus den entsprechenden Silanen und Kalium- bzw. Cäsium-*tert*-butanolat in THF bei Raumtemperatur synthetisiert. Die dunkelrote Reaktionslösung wurde 20 Stunden lang bei Raumtemperatur gerührt. Bei der Herstellung von Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocenylkalium (**4**) erhöht sich die Reaktionsdauer auf drei Tage. Das Lösungsmittel wurde anschließend im dynamischen Hochvakuum entfernt und der rote Feststoff mit *n*-Pentan gewaschen und für weitere 24 h getrocknet.

1,1'-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-dikalium (VIII)

M = 611,15 g/mol

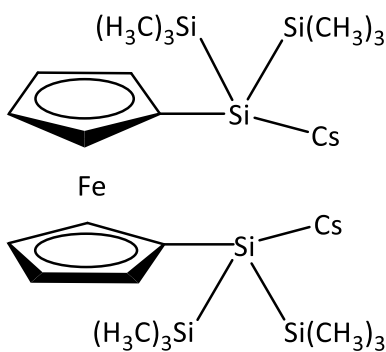
1,76 g (2,59 mmol) **VII** wurden mit 0,61 g (5,44 mmol) Kalium-*tert*-butanolat in 40 mL THF umgesetzt. Es wurde ein hellrotes, stark pyrophores Pulver erhalten.

(1,48 g; 2,42 mmol; 93 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,60 (36 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 3,94 (4 H, s,  $\underline{\text{Cp}}$ ), 4,38 (4 H, s,  $\underline{\text{Cp}}$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 82,2 (Cp,  $\underline{\text{ipso-C}}$ ), 73,6 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 73,1 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 5,8 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -109,4 ( $\underline{\text{Si}}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -10,8 ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ).

1,1'-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-dicäsium (3)

M = 798,77 g/mol

### 3. Experimenteller Teil

4,23 g (6,07 mmol) **VII** wurden mit 2,66 g (12,91 mmol) Cäsium-*tert*-butanolat in 150 mL THF umgesetzt. Es wurde ein rotes, stark pyrophores Pulver erhalten.

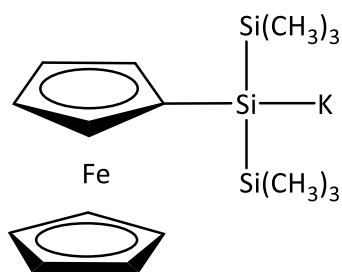
(4,7 g; 5,88 mmol; 96 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,05 (36 H, s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_3$ ), 3,62 (4 H, s, Cp),  
3,88 (4 H, s, Cp)

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 85,9 (Cp, ipso-C), 76,4 (Cp), 69,8 (Cp),  
5,8 (Si(CH $_3$ ) $_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = -112,9 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ), -11,2 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ).

#### Kalium-[bis(trimethylsilyl)ferrocenyl]silanid (4)



M = 398,59 g/mol

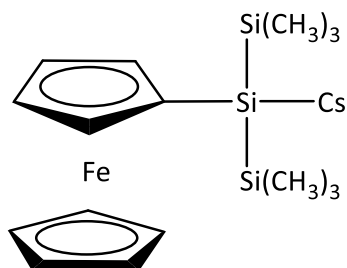
1,85 g (3,83 mmol) **2** in 30 mL THF wurden mit 0,47 g (4,21 mmol) Kalium-*tert*-butanolat in 10 mL THF umgesetzt. Zur Aufreinigung wurde der Feststoff mit *n*-Pentan gewaschen. Es wurde ein hellrotes, stark pyrophores Pulver erhalten.

(1,07 g; 2,68 mmol; 70 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz, C $_6$ D $_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,55 (18 H, s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_3$ ;  $^1J_{\text{H,C}} = 118,7$  Hz;),  
3,79 (2 H, s, Cp), 3,96 (2 H, s, Cp), 4,24 (5 H, s, Cp).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz, C $_6$ D $_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 73,5 (Cp), 69,8 (Cp), 68,5 (Cp), 5,5 (Si(CH $_3$ ) $_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz, C $_6$ D $_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -105,7 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ), -10,7 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ).

Cäsium-[bis(trimethylsilyl)ferrocenyl]silanid (5)

$$M = 491,59 \text{ g/mol}$$

0,97 g (2,01 mmol) **2** in 30 mL THF wurden mit 0,41 g (2,01 mmol) Cäsium-*tert*-butanolat in 10 mL THF umgesetzt. Zur Aufreinigung wurde der Feststoff mit *n*-Pentan gewaschen. Es wurde ein hellrotes, stark pyrophores Pulver erhalten.

(0,94 g; 1,91 mmol; 95 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,05 (18 H, s, Si(CH $\underline{H}$ ) $_3$ ), 3,81 (2 H, s, Cp), 3,88 (5 H, s, Cp), 3,93 (2 H, s, Cp).

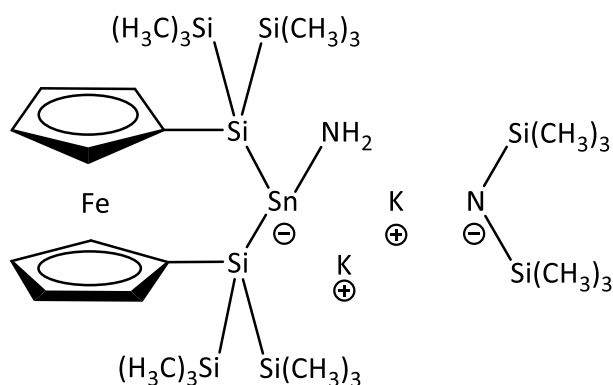
$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = 89,6 (Cp, *ipso*-C), 75,7 (Cp), 69,3 (Cp), 68,3 (Cp), 5,6 (Si(CH $_3$ ) $_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz, THF- $d_8$ ):  $\delta$  (ppm) = -111,7 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ), -9,5 (Si(Si(CH $_3$ ) $_3$ ) $_3$ ).

### 3.2.4 Synthese von Amidostannaniden und Amidoplumbaniden

Die Umsetzung von den Silaniden (**VIII, 3–5**) mit Sn-Amid (**IV**) bzw. Pb-Amid (**V**) zu den entsprechenden Kalium- und Cäsium-Stannaniden (**7–10**) sowie zu dem Cäsium-Plumbanid **11** erfolgte im flüssigen Ammoniak unter Lichtausschluss. Die rote Lösung des jeweiligen Silanids (in ca. 20 mL Ammoniak) wurde auf  $-60^\circ\text{C}$  gekühlt. Eine orangefarbene Lösung von **IV** bzw. gelbe Lösung von **V** in 10 mL *n*-Pentan wurde schnell hinzugegeben. Die dunkelrote Reaktionslösung wurde eine Stunde lang bei  $-50^\circ\text{C}$  gerührt. Das Lösungsmittel wurde anschließend im dynamischen Vakuum bei  $-40^\circ\text{C}$  entfernt. Zur Aufreinigung wurde der rotbraune Rückstand mit *n*-Pentan gewaschen und anschließend in Toluol gelöst.



Kalium-1,1'-ansa-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-amidostannanid (7)

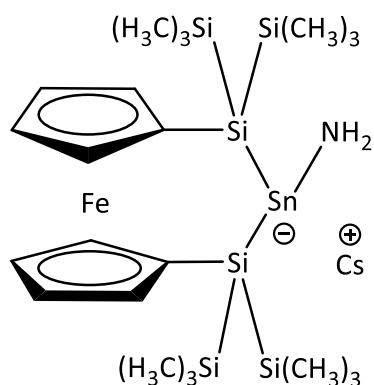
$$M = 906,25 \text{ g/mol}$$

2,03 g (3,32 mmol) **VIII** wurden mit 1,46 g (3,32 mmol) **IV** umgesetzt.

Die Toluol-Lösung wurde eingeeengt und bei  $-80^{\circ}\text{C}$  fielen orangefarbene rautenförmige Kristalle aus.

(0,71 g; 0,77 mmol; 23 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$ (400,308 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = $-0,69$ (2H, s, $\text{NH}_2$ ), 0,08 (18 H, s, $\text{KN}(\text{Si}(\underline{\text{CH}}_3)_3)_2$ ), 0,46 (18 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{CH}}_3)_3$ ), 0,49 (18 H, s, $\text{Si}(\underline{\text{CH}}_3)_3$ ), 4,14 (4 H, m, $\underline{\text{Cp}}$ ), 4,31 (4 H, m, $\underline{\text{Cp}}$ ).
$^{13}\text{C-NMR}$ (100,675 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = 77,4 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 76,7 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 70,2 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 69,6 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 7,0 ( $\text{KN}(\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3)_2$ ), 3,7 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 2,8 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).
$^{29}\text{Si-NMR}$ (79,530 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = $-74,1$ ( $\underline{\text{Si}}\text{Sn}$ ), $-20,1$ ( $\text{KN}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_2$ ), $-12,1$ ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), $-9,4$ ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), $^1J_{\text{Si,C}} = 26,1$ Hz).
$^{119}\text{Sn-NMR}$ (149,277 MHz, $\text{C}_6\text{D}_6$ ):	$\delta$ (ppm) = $-36,5$ .

Cäsium-1,1'-ansa-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenyl-amidostannanid (8)

$$M = 800,59 \text{ g/mol}$$

0,69 g (0,86 mmol) **3** wurden mit 0,38 g (0,86 mmol) **IV** umgesetzt.

Nach dem Entfernen des Toluols im dynamischen Hochvakuum wurde eine orangefarbene Flüssigkeit erhalten.

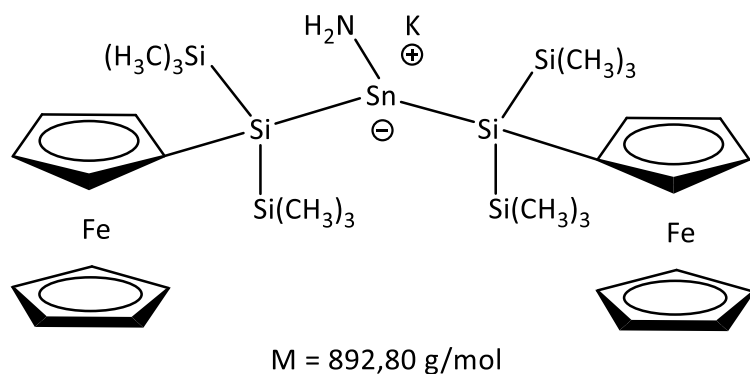
(die Ausbeute wurde nicht bestimmt, da es sich um ein Produktgemisch handelte)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -0,53 (2H, s,  $\text{NH}_2$ ), 0,51 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{CH}}_3)_3$ ), 0,57 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{H}}\text{CH}_3)_3$ ), 4,21 (4 H, m,  $\underline{\text{Cp}}$ ), 4,34 (4 H, m,  $\underline{\text{Cp}}$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 76,8 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 72,2 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 70,0 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 69,8 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 3,9 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 2,9 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -75,0 ( $\underline{\text{Si}}\text{Sn}$ ), -12,0 ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ), -9,3 ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ).

$^{119}\text{Sn-NMR}$  (149,277 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = -30,6.

Kalium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid (9)

0,86 g (2,16 mmol) **4** wurden mit 0,47 g (1,08 mmol) **IV** umgesetzt.

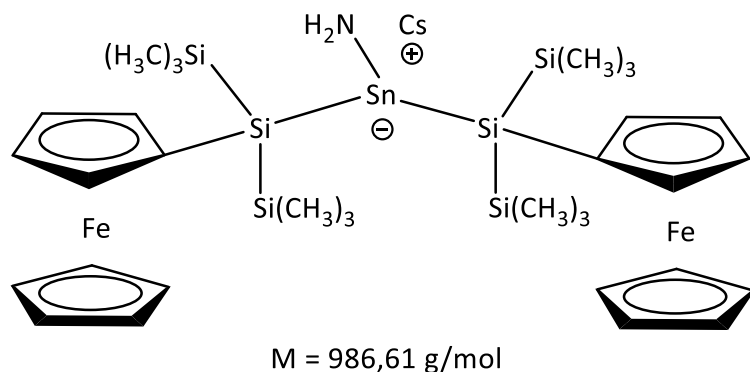
Die Toluol-Lösung wurde eingengt und bei  $-60^{\circ}\text{C}$  fielen orangefarbene plättchenförmige Kristalle aus.

(0,12 g; 0,13 mmol; 6 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-1,48$  (2H, s,  $\text{NH}_2$ ),  $0,59$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $0,67$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $4,20$  (18 H, m,  $\text{Cp}$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $69,7$  ( $\text{Cp}$ ),  $4,4$  ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $2,7$  ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-75,5$  ( $\text{Si}(\text{Sn})$ ),  $-10,8$  ( $\text{Si}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)$ ),  $-10,6$  ( $\text{Si}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)$ ).

Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid (10)

0,72 g (1,46 mmol) **5** wurden mit 0,32 g (0,73 mmol) **IV** umgesetzt.

### 3. Experimenteller Teil

Die Toluol-Lösung wurde eingengt und bei  $-60^{\circ}\text{C}$  fielen orangefarbene plättchenförmige Kristalle aus.

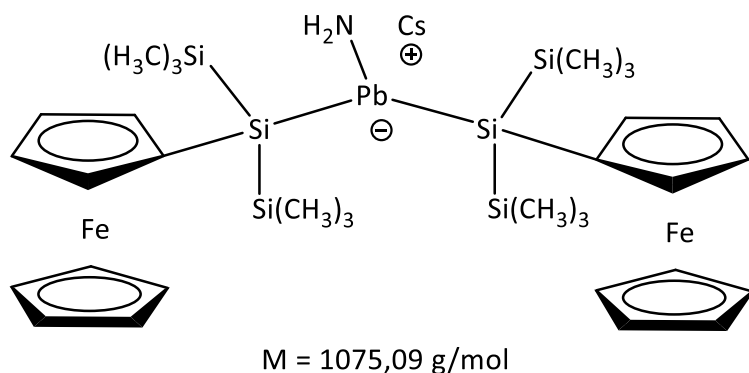
(0,15 g; 0,18 mmol; 10 % d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-1,05$  (2H, s,  $\text{NH}_2$ ),  $0,61$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $0,69$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $4,23$  (18 H, m,  $\text{Cp}$ ).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $69,5$  ( $\text{Cp}$ ),  $69,3$  ( $\text{Cp}$ ),  $4,4$  ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $3,5$  ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-74,5$  ( $\text{SiSn}$ ),  $-10,7$  ( $\text{Si}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ),  $-10,4$  ( $\text{Si}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_3$ ).

#### Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidoplumbanid (11)



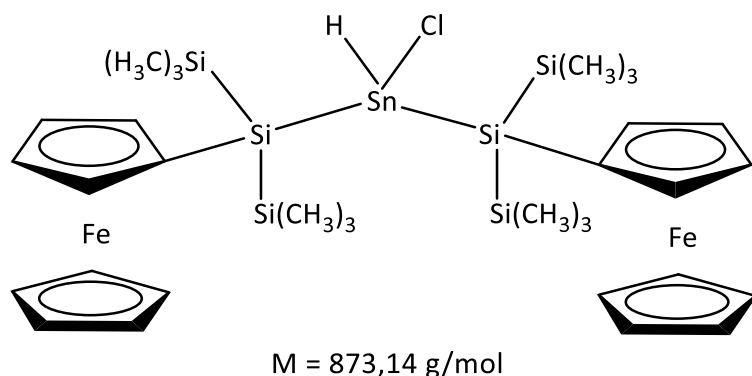
1,12 g (2,28 mmol) **5** wurden mit 0,60 g (1,14 mmol) **V** umgesetzt.

Die Toluol-Lösung wurde eingengt und bei  $-60^{\circ}\text{C}$  fielen rote plättchenförmige Kristalle aus.

Ausbeute wurde nicht bestimmt, da die Isolierung der Kristalle nicht erfolgreich war.

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-0,90$  (2H, s,  $\text{NH}_2$ ),  $0,59$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $0,68$  (18 H, s,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ),  $4,21$  (18 H, m,  $\text{Cp}$ ).

## 3.2.5 Synthese von Chloro-bis[bis(trimethylsilyl)silylferrocenyl]stannan(12)



In einem 25 mL Schlenk-Kolben wurden 0,12 g (0,18 mmol) **9** in 10 mL Toluol gelöst. Die rote Lösung wurde auf  $-30^{\circ}\text{C}$  gekühlt und 0,03 mL (0,24 mmol) Trimethylsilylchlorid zugetropft. Die Reaktionslösung wurde eine Stunde bei  $-30^{\circ}\text{C}$  gerührt. Es hat sich ein farbloser Niederschlag gebildet (Kaliumchlorid). Das Lösungsmittel wurde im dynamischen Vakuum abdestilliert und zu dem Rückstand *n*-Pentan gegeben. Der unlösliche Niederschlag von Kaliumchlorid wurde mit einem Glasfilter (G4) abfiltriert. Die orangefarbene *n*-Pentan-Lösung wurde eingeeengt und bei  $-60^{\circ}\text{C}$  fielen orangefarbene rautenförmige Kristalle aus. (0,09 g; 0,11 mmol; 54% d. Th.)

$^1\text{H-NMR}$  (400,308 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 0,42 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 0,46 (18 H, s,  $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 3,88 (4 H, s,  $\underline{\text{Cp}}$ ), 4,07 (10 H, s,  $\text{Cp}$ ), 4,16 (4H, m,  $\text{Cp}$ ), 7,52 (1 H, s,  $\text{SnH}$ ,  $^1J_{\text{Sn,H}} = 1097,6$  Hz,  $^1J_{\text{Sn,H}} = 1152,8$  Hz).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100,675 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) = 75,8 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 75,5 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 71,4 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 71,3 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 69,1 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 65,9 ( $\underline{\text{Cp}}$ ), 2,3 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ), 2,0 ( $\text{Si}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ).

$^{29}\text{Si-NMR}$  (79,530 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-55,8$  ( $\underline{\text{Si}}\text{Sn}$ ),  $-10,1$  ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ),  $-9,5$  ( $\text{Si}(\underline{\text{Si}}(\text{CH}_3)_3)_3$ ).

$^{119}\text{Sn-NMR}$  (149,277 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  (ppm) =  $-68,6$ .

## 4. Zusammenfassung und Ausblick

### 4.1 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde das 1,1'-Bis[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (**VII**) über das Zwischenprodukt Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid (**1**), das röntgenkristallographisch charakterisiert werden konnte (Abbildung 4.1b), erfolgreich in kristalliner Form in sehr guten Ausbeuten hergestellt (Abbildung 4.1a). Aufgrund der Tatsache, dass die erhaltenen Kristalle der Verbindung **VII** stark verzwilligt waren, konnte allerdings die Strukturbestimmung nicht vollständig durchgeführt werden. Es erfolgte aber eine weitestgehende Charakterisierung mittels NMR-, Mößbauer- und IR-Spektroskopie.

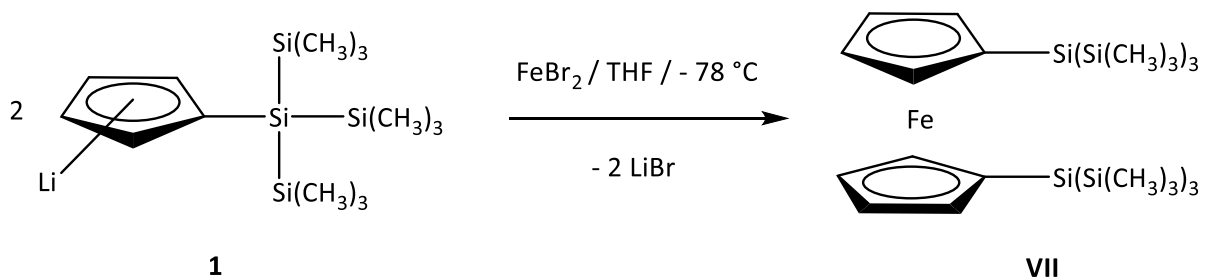


Abbildung 4.1a: Syntheseweg zur Herstellung von **VII**.

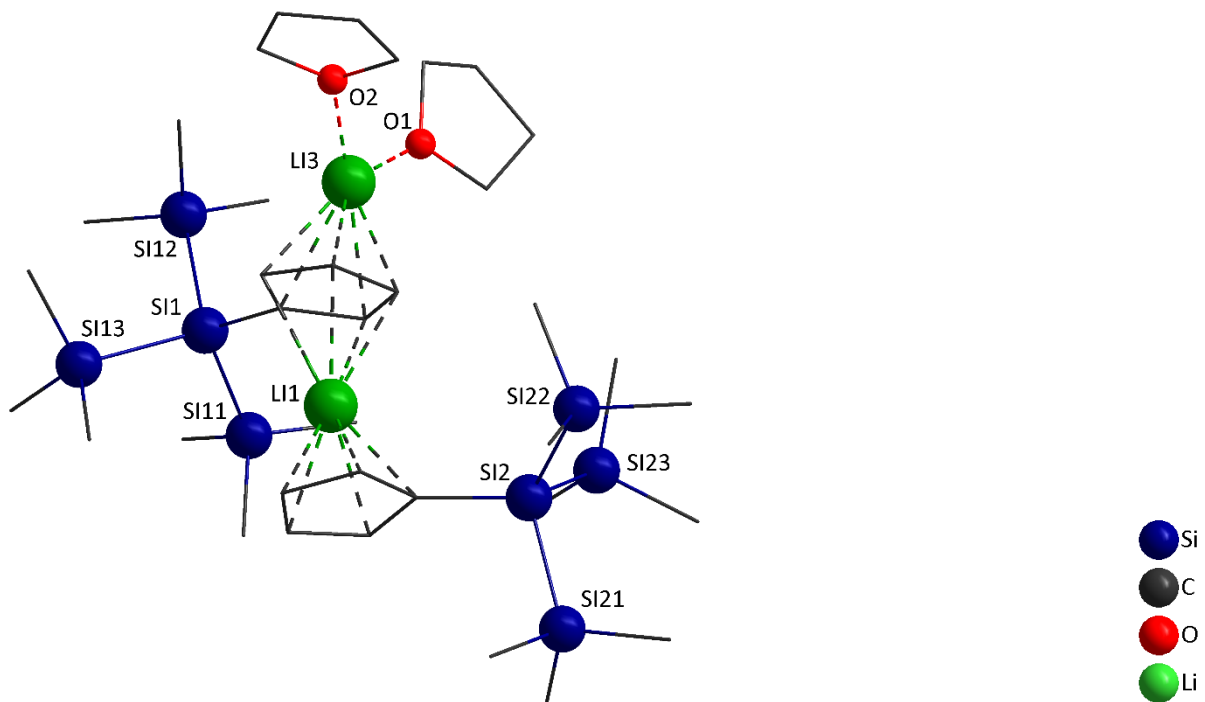


Abbildung 4.1b: Molekülstruktur der Verbindung **1**.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

In Verbindung **1** ist eines der beiden Lithiumkationen Li(3) trigonal planar von den zwei THF-Molekülen und dem substituierten Cyclopentadienylring umgeben. Das zweite Lithiumkation Li(1) ist sandwichartig von den beiden hypersilylsubstituierten Cyclopentadienylringen eingeschlossen. Dabei orientieren sich die Hypersilylsubstituenten in verschiedene Richtungen, um der sterischen Hinderung auszuweichen.

Im Gegensatz zum bis-hypersilylsubstituierten Ferrocen (**VII**), das problemlos über literaturbekannte Zwischenstufen erhalten wurde, war die Synthese vom mono-hypersilylsubstituierten Ferrocen (**2**) nur über das schwer isolierbare Edukt Monolithioferrocen (**VI**) realisierbar. Dieser in der Literatur vielseitig verwendeter Baustein wird überwiegend in situ eingesetzt. In Anlehnung an die vereinigten Synthesemethoden von *Schottenberger*<sup>[13]</sup> und *Mueller-Westerhoff*<sup>[14]</sup> ist es gelungen das Ferrocen gezielt zu monolithieren und in 43 %-iger Ausbeute zu erhalten. Es konnte NMR-spektroskopisch zwar nachgewiesen werden, dass bei der Reaktion kein disubstituiertes Derivat entsteht, trotzdem blieb das unsubstituierte Ferrocen als Verunreinigung erhalten, sodass die Umsetzung zu **2** ausgehend von dem unreinen Monolithioferrocen mit **III** gestartet werden musste (Abbildung 4.1c). Die anschließende Ferrocenabtrennung wurde mittels Größenausschlusschromatographie verwirklicht und das Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (**2**) konnte durch Einkristallröntgenbeugung (Abbildung 4.1d) sowie NMR-, Mößbauer- und IR-spektroskopisch charakterisiert werden.

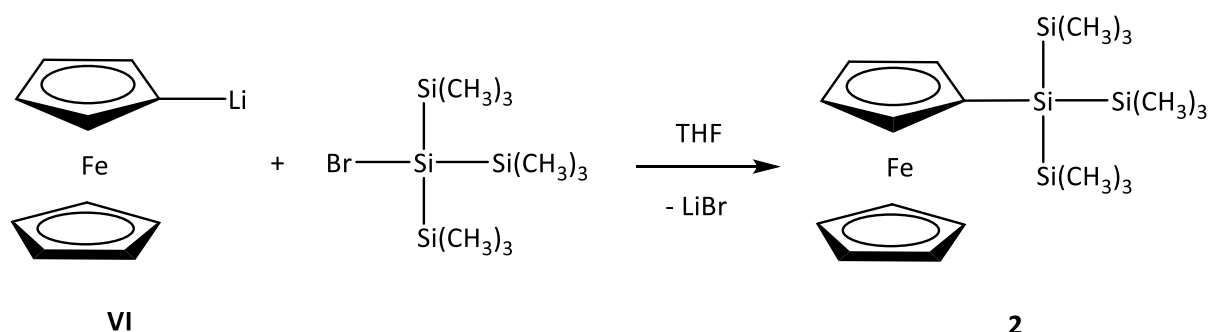


Abbildung 4.1c: Syntheseweg zur Herstellung von **2**.

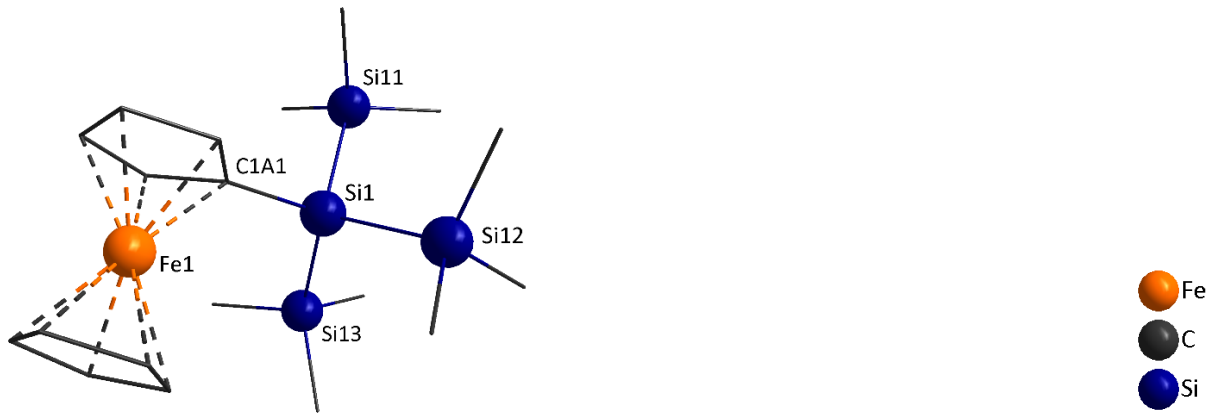


Abbildung 4.1d: Molekülstruktur der Verbindung **2**.

Der sterische Einfluss des Hypersilylrests äußert sich in der leichten Neigung der beiden Cyclopentadienidringe um  $3,76(2)^\circ$  zueinander und in der Abweichung der Orientierung dieser von der ekliptischen Anordnung um  $\theta = 4,35(3)^\circ$ .

Der nächste Syntheseschritt auf dem Weg zu den im Zentrum der Untersuchungen stehenden homoleptischen Stannylene und Plumbylene mit ferrocenylsubstituierten Silylliganden war die Darstellung ferrocenylsubstituierter Alkalimetallsilanide, die durch eine anschließende Transmetallierung in die gewünschten Verbindungen überführt werden sollten. Besonders vorteilhaft für eine selektive Abspaltung einer Trimethylsilylgruppe in den Verbindungen **VII** und **2** war die Reaktion mit Kalium- bzw. Cäsium-*tert*-Butoxid<sup>[29]</sup> (Abbildung 4.1e). Die Silanide **VIII** (wurde bereits vom *Marschner*<sup>[65]</sup> beschrieben und zur Synthese diverser 1,1'-Oligosilyl-ansaferrocene mit verschiedenen verbrückenden Elementen benutzt), **3**, **4** und **5** wurden in guten bis sehr guten Ausbeuten erhalten und es erfolgte eine NMR-spektroskopische Charakterisierung, die verdeutlichte, dass die M-Si-Bindung überwiegend ionischen Charakter aufweist.



#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

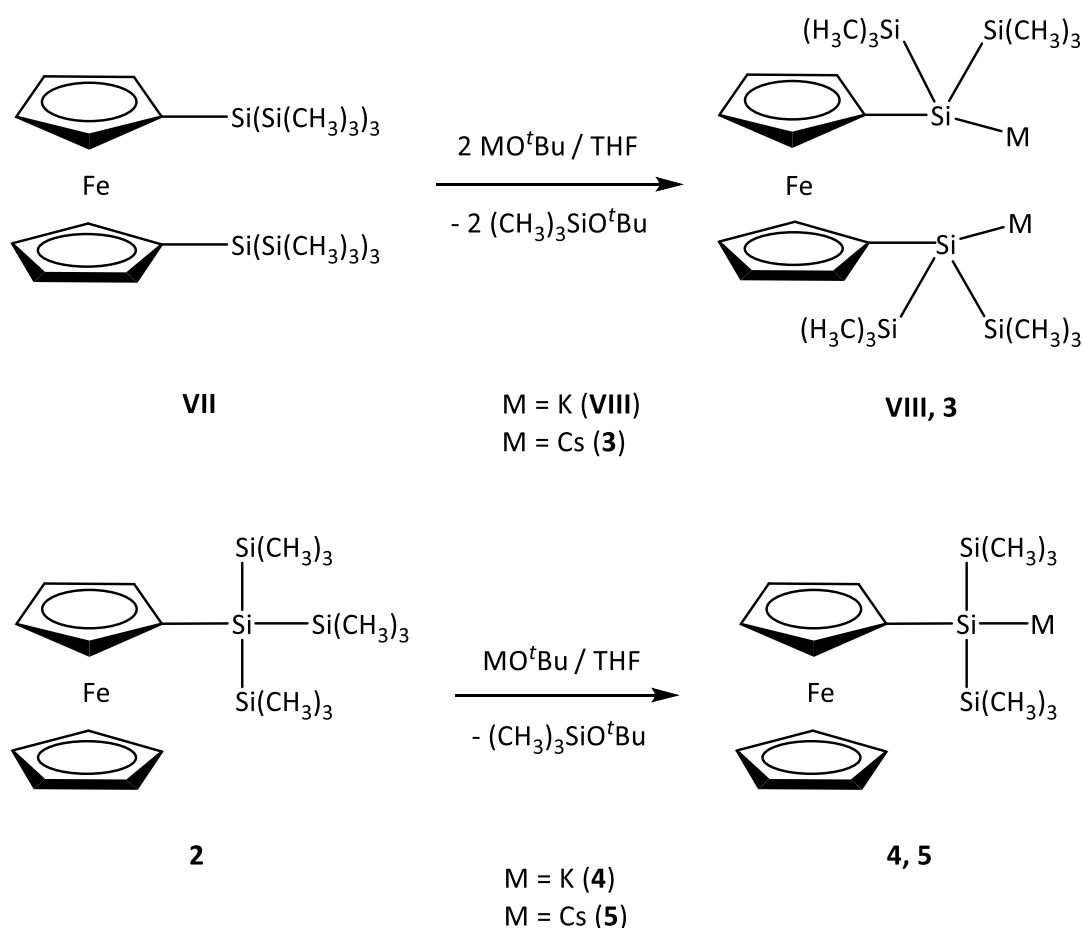
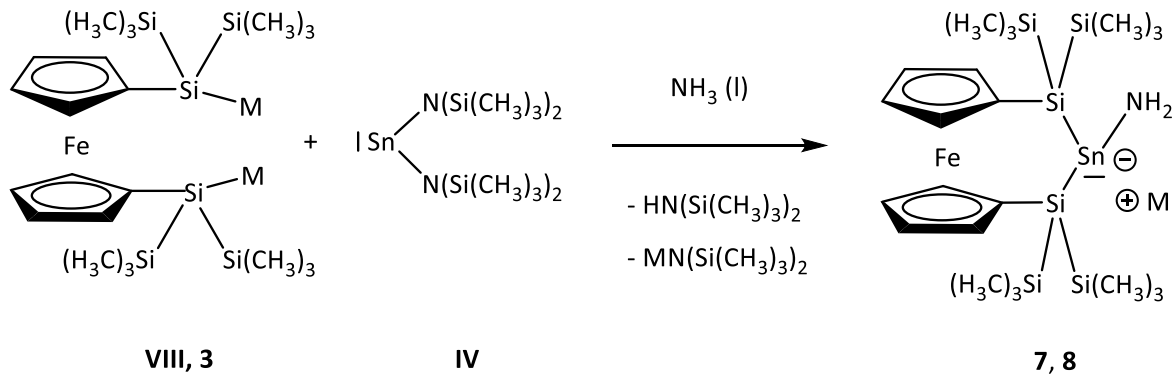


Abbildung 4.1e: Synthesen der ferrocenylsubstituierten Oligosilanide VIII, 3, 4 und 5.

Um die homoleptischen Stannylene und Plumbylene zugänglich zu machen, erschien es zunächst naheliegend in Analogie zu *Klinkhammers* bekannten Syntheseroute zum Dihypersilylstannylene ( $\text{SnHyp}_2$ ) bzw. -plumbylen ( $\text{PbHyp}_2$ )<sup>[71]</sup> zu verfahren und die oben genannten Alkalimetallsilanide mit **IV** bzw. **V** in *n*-Pentan umzusetzen. Die heterogenen Reaktionsbedingungen führten aber u. a. zur Bildung von Spezies radikalischen Charakters, wie durch die ESR-Analyse nachgewiesen wurde. Auch ein Wechsel Reaktionsmediums zu Toluol und Benzol, lieferte keine zufriedenstellenden Ergebnisse. So fiel die Wahl des Lösungsmittels schließlich auf flüssigen Ammoniak, in dem eine homogene Reaktionsführung gewährleistet werden konnte. Allerdings sind bei den Synthesen in flüssigem Ammoniak nicht die anvisierten Tetrylene entstanden, sondern die Alkalimetallamidotetranide **7** bis **11** (Abbildung 4.1f), die durch Bestimmung der Kristallstruktur (außer für **8**, Abbildungen 4.1g bis 4.1j) und NMR-spektroskopischen Untersuchungen identifiziert werden und deren Bildung verstanden werden konnte. Die Verbindung **7** wurde ergänzend <sup>57</sup>Fe- und <sup>119</sup>Sn-mößbauerspektroskopisch analysiert.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick



M = K (**VIII, 7**)

M = Cs (**3, 8**)

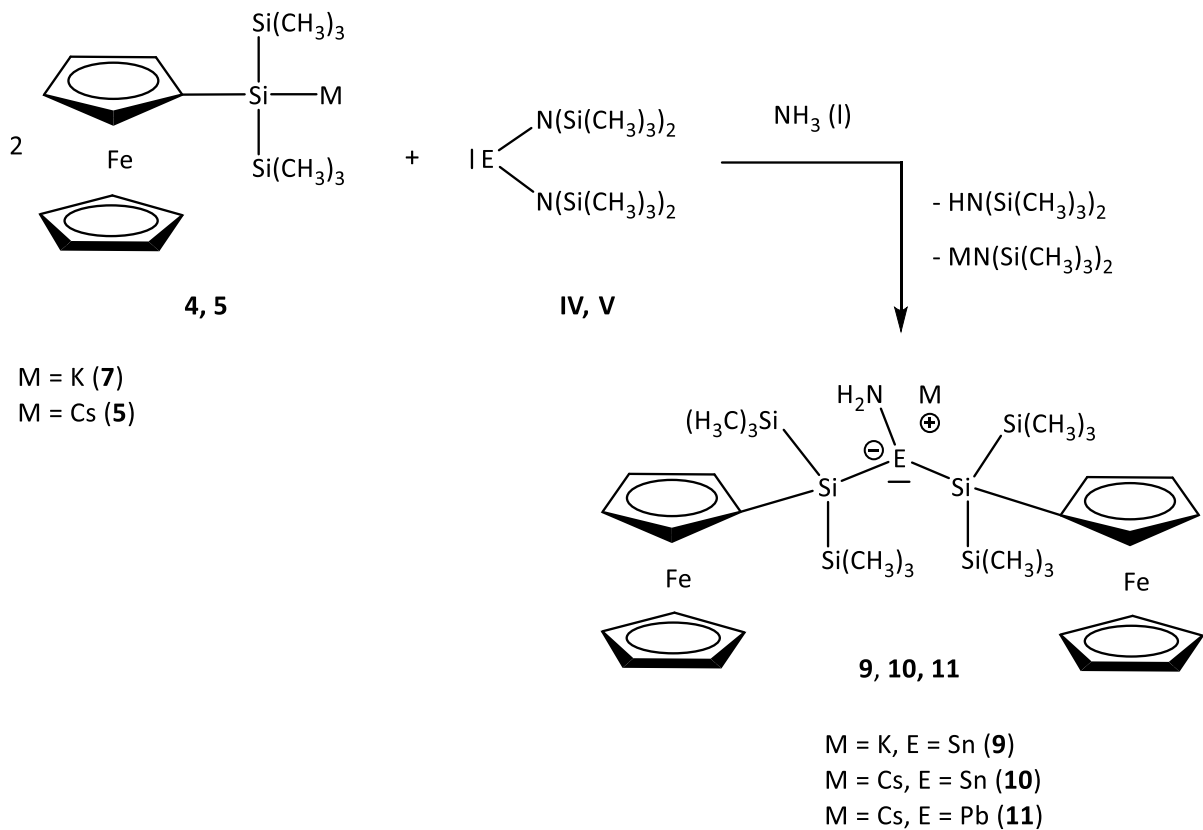


Abbildung 4.1f: Synthesen der ferrocenylsubstituierten Amidotetranide **7** bis **11**.

Das als Nebenprodukt entstandene leichtflüchtige Bis(trimethylsilyl)amin ließ sich unter vermindertem Druck weitestgehend entfernen. Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amide blieben aber auch nach dem Aufreinigungsschritt im Produktgemisch weiterhin bestehen, sodass die Isolierung nur durch eine anschließende fraktionierte Kristallisation in Toluol gelungen ist. Verbindung **8** konnte leider nicht in kristalliner Form erhalten werden und Verbindung **7**

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

kristallisierte zusammen mit dem Kalium-bis(trimethylsilyl)amid als Doppelsalz aus. Das Plumbanid **11** weist im Gegensatz zu den Stannaniden **9** und **10** eine dimere Struktur auf.

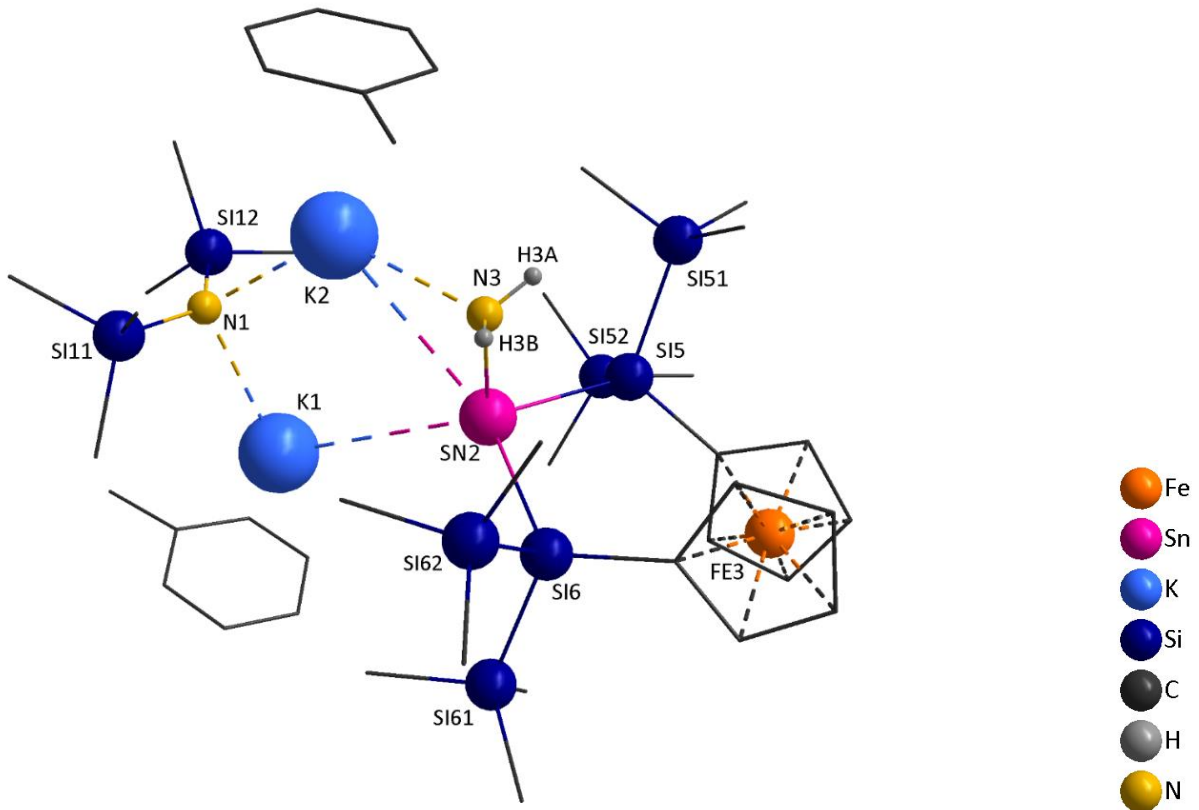


Abbildung 4.1g: Molekülstruktur der Verbindung 7.

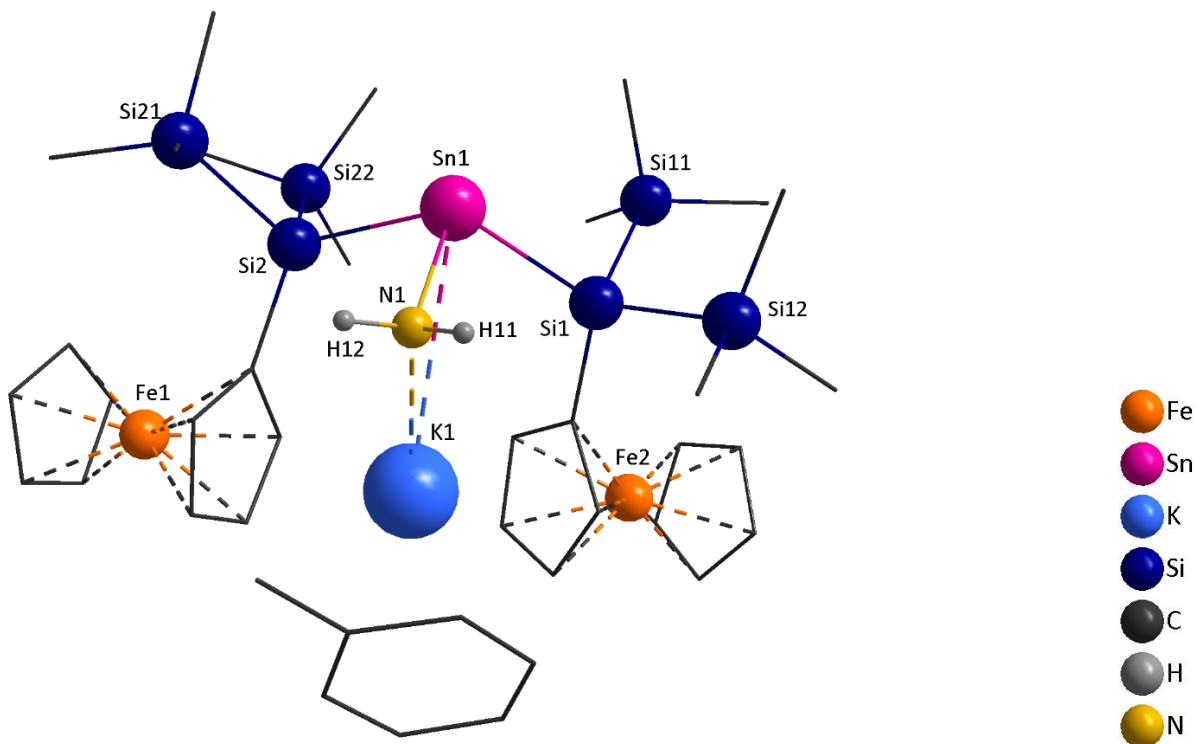
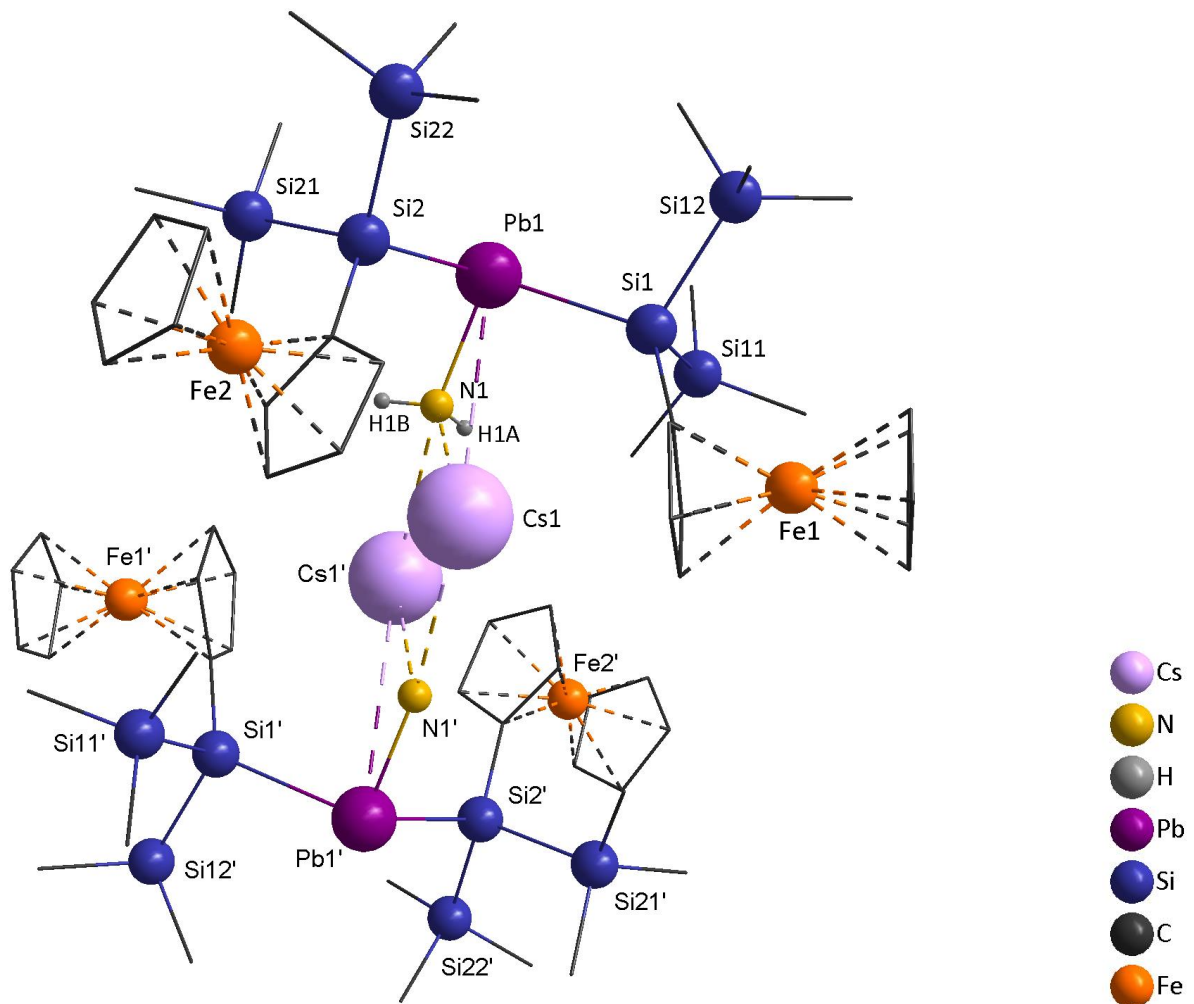
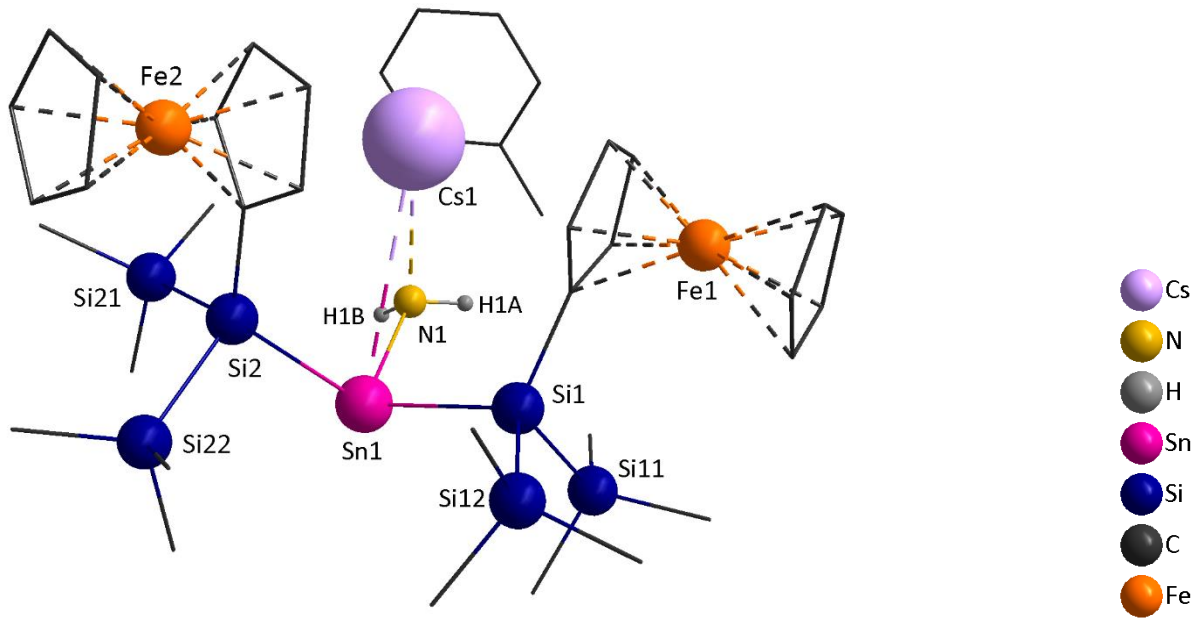


Abbildung 4.1h: Molekülstruktur der Verbindung 9.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick



#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Alle Amidotetranidionen sind trigonal-pyramidal aufgebaut. Der negative Ladungsschwerpunkt ist in Richtung des Stickstoffatoms verschoben, da dieser eine höhere Elektronegativität im Vergleich zum Tetrelatom aufweist. So koordiniert das Alkalimetallkation vorzugsweise an der  $\text{NH}_2$ -Gruppe, also dort wo der Großteil der negativen Ladung lokalisiert ist.

In den  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ - und  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren sind für die Trimethylsilylgruppen aufgrund der Diastereotopie jeweils zwei Signalsätze auffindbar.

Die quantitative Bildung der Verbindungen **7** bis **11** deutet darauf hin, dass die Metathese von Zinn(II)- und Blei(II)-salzen mit Alkalimetallsilaniden in flüssigem Ammoniak eine sehr gute Alternative zur Metathese in organischen Lösungsmitteln darstellt. Hierbei werden nämlich primär gebildete Tetrylene durch Addukt-Bildung mit Ammoniak vor weiteren ungewünschten Folgereaktionen geschützt.

Allerdings ist die Isolierung der Amidotetranide mit einem enormen zeitlichen Aufwand und Ausbeuteverlust (maximal werden die Ausbeuten von 23 % erreicht) verbunden. Trotz der verbesserungsbedürftigen Ausbeuten bilden die Amidotetranide eine interessante Plattform für weitere Untersuchungen.

Die nächste Herausforderung war die erhaltenen Verbindungen **7** bis **11** in die zugrundeliegenden Tetrylene zu überführen. Hierzu war eine Umsetzung mit Trimethylchlorsilan in Toluol geplant. Es stellte sich heraus, dass einheitliche Produkte nur dann entstehen, wenn die eingesetzten Amidotetranide in absolut reiner Form vorliegen. Folglich scheiterten die von **7** und **8** ausgehenden Umsetzungen. Da zudem die Isolierung der Kristalle des Cäsiumplumbanids **11** leider nicht erfolgreich war, hat auch die Umsetzung von **11** mit Trimethylchlorsilan kein zufriedenstellendes Ergebnis geliefert.

Die Reaktionen von **9** und **10** mit TMS-Cl lieferten hingegen eindeutiges Resultat (Abbildung 4.1k). Die entstandenen Kristalle eigneten sich für eine röntgenkristallographische Strukturanalyse. Demnach handelte es bei ihnen nicht um das erwartete Stannylene, sondern um das Chlorostannan **12** (Abbildung 4.1l). Es wurde in 54 %-iger Ausbeute erhalten.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

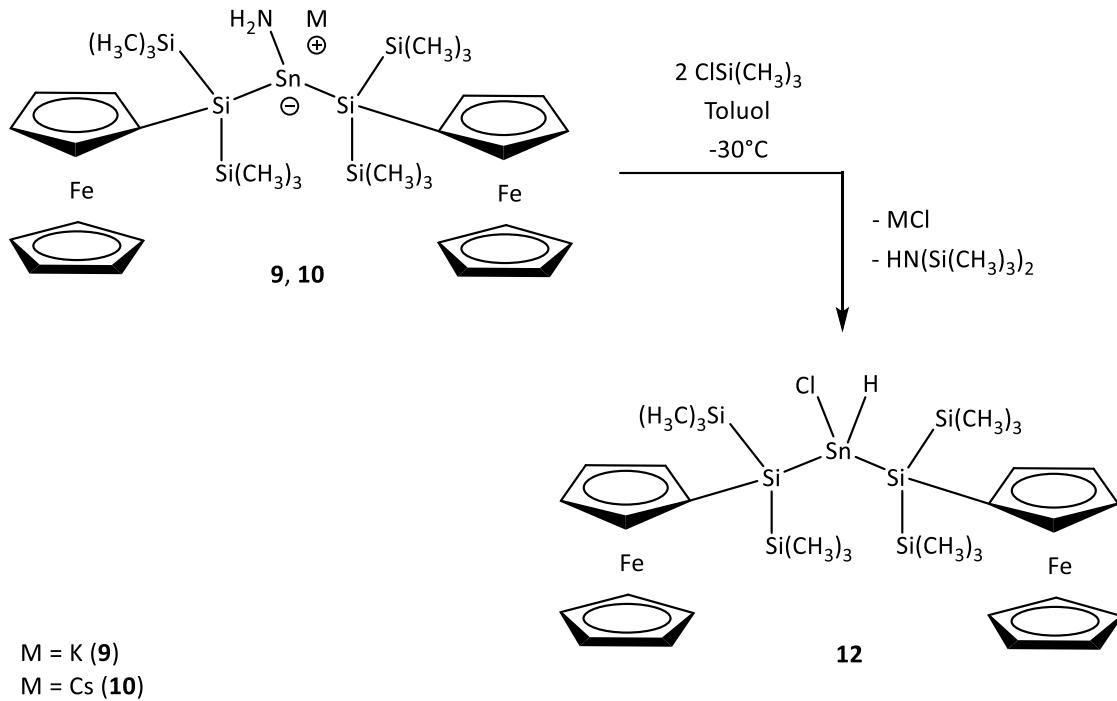


Abbildung 4.1k: Syntheseweg zur Herstellung von **12**.

Die Molekülstruktur enthält ein vierfach koordiniertes Zinnatom, dessen Koordinationssphäre aufgrund des enormen Platzbedarfs der ferrocenylsubstituierten Silylresten deutlich vom idealen Tetraeder abweicht.

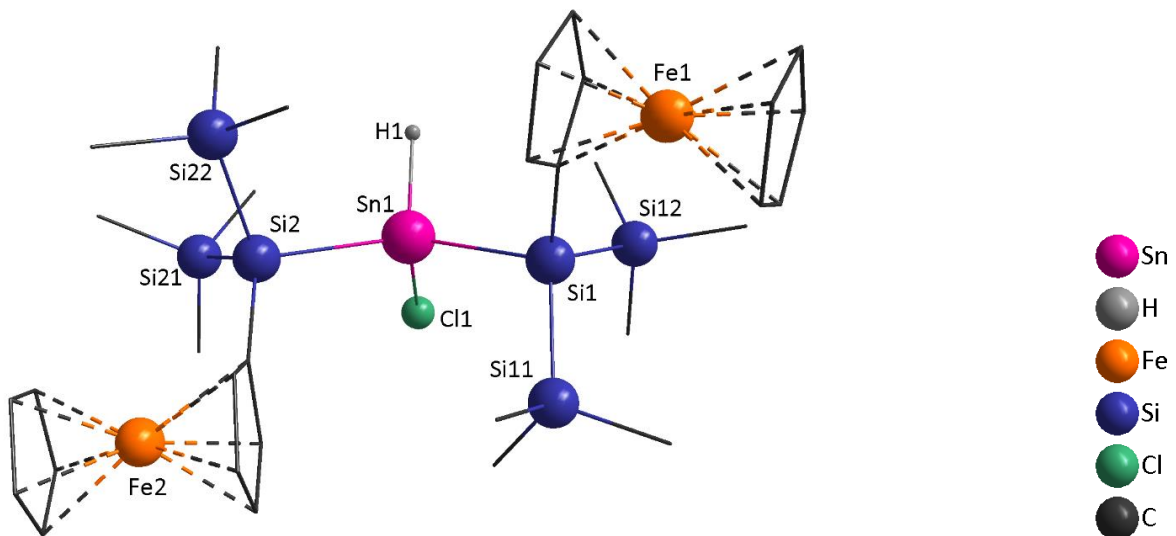


Abbildung 4.1l: Molekülstruktur der Verbindung **12**.

## 4.2 Ausblick

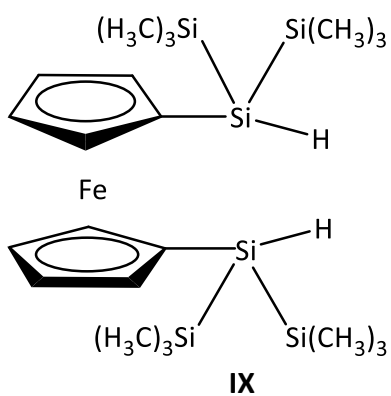
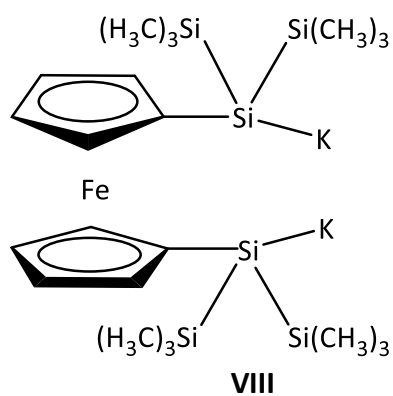
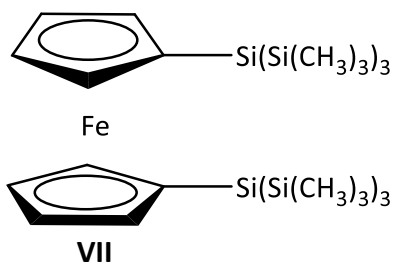
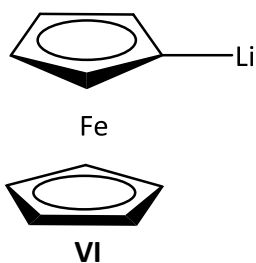
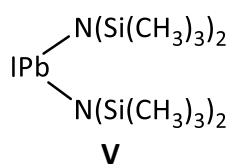
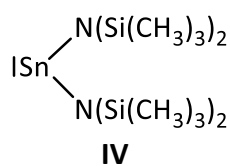
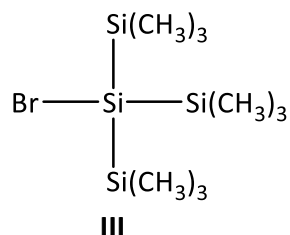
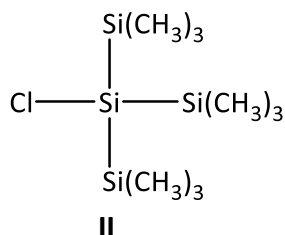
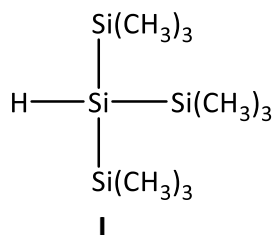
Trotz zahlreicher Anstrengungen ist es bisher nicht gelungen Plumbylene mit ferrocenylsubstituierten Silylliganden herzustellen. NMR-spektroskopische Untersuchungen lieferten lediglich Hinweise auf deren Anwesenheit, die Isolierung blieb jedoch erfolglos. Dies liegt unter anderem daran, dass die durchgeführten Syntheseveruche von Nebenreaktionen begleitet waren und im entstandenen Produktgemisch diverse nicht identifizierbare Spezies neben dem Hauptprodukt vorlagen. Auch an Stelle der gewünschten Stannylene sind unerwartet Chloro-Stannane erhalten worden. Um die ursprünglich gesetzten Ziele zu erreichen, besteht nach wie vor die Notwendigkeit die als Präkursor eingesetzten Alkalimetall-amidotetranide effizient von dem störenden Nebenprodukt Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amid zu separieren und somit auch deren Ausbeute zu erhöhen. Zukünftig wäre an dieser Stelle eine Filtration direkt im Reaktionsmedium, dem flüssigen Ammoniak, denkbar. Außerdem soll untersucht werden, ob analoge Reaktionen auf entsprechende Derivate der leichteren Tetrele Germanium und Silizium übertragbar sind und ob diese ähnliche Eigenschaften und Reaktionsverhalten vorweisen.

In weiteren Experimenten soll auch untersucht werden, ob es alternative Varianten zur Überführung der erhaltenen Amidotetranide in die zugrundeliegenden Tetrylene gibt. Vorstellbar wäre eine Erzeugung der Ammoniak-Addukte der Tetrylene durch sanfte Protolyse der Tetranide und anschließende Abspaltung des neutralen koordinierenden Ammoniaks.

Zusammengefasst lässt sich festhalten, dass die hier vorgestellten Ergebnisse einen Zugang zu weiteren Untersuchungen eröffnen, sodass neuartige Erkenntnisse im Rahmen der Grundlagenforschung gewonnen werden können.

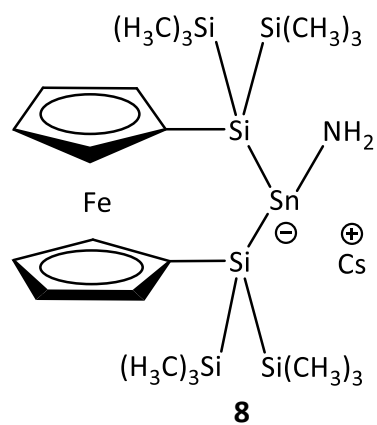
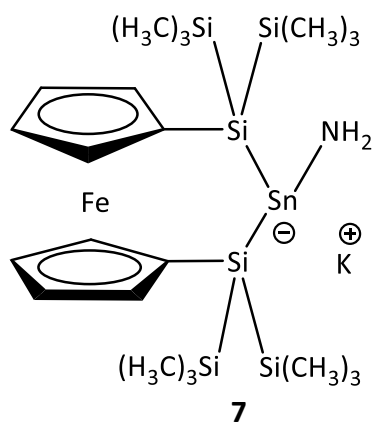
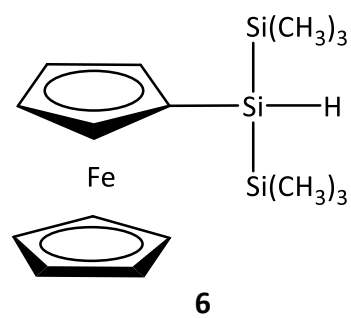
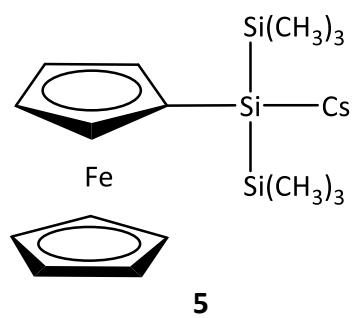
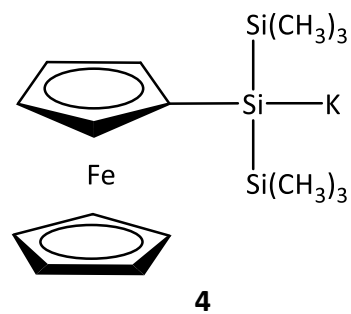
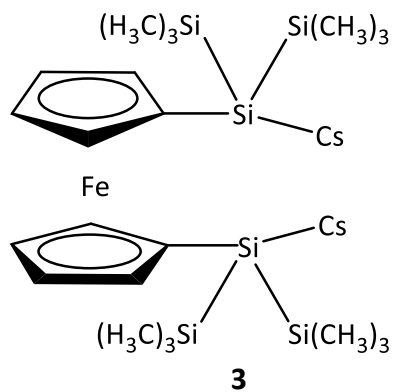
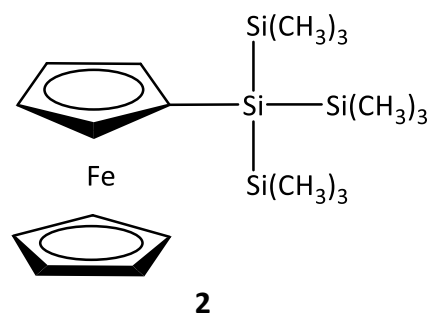
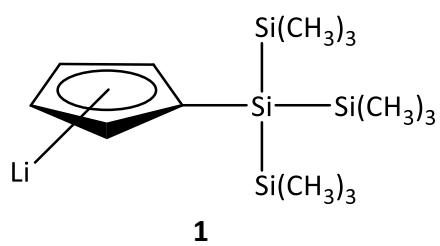
## 5. Anhang

### 5.1 Liste der nummerierten Verbindungen

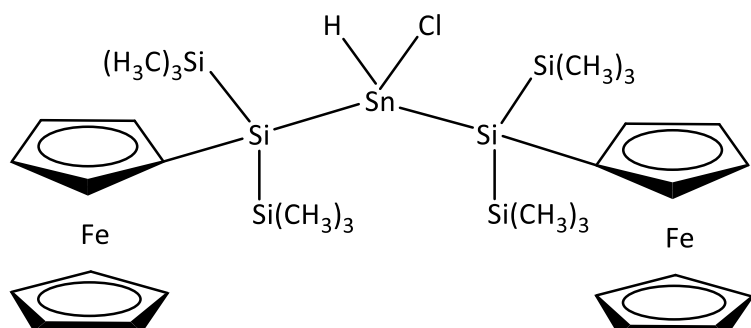
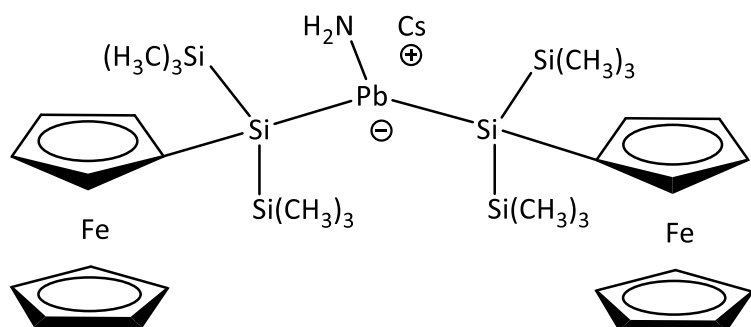
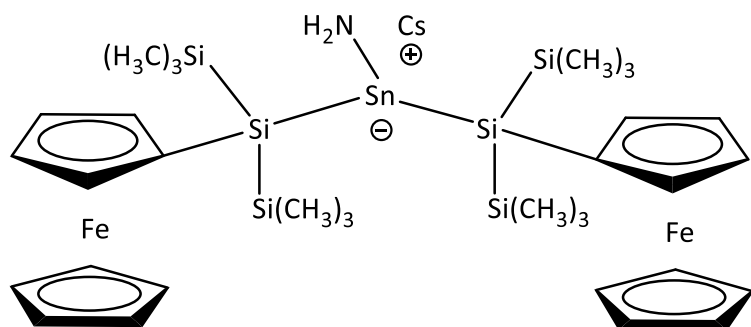
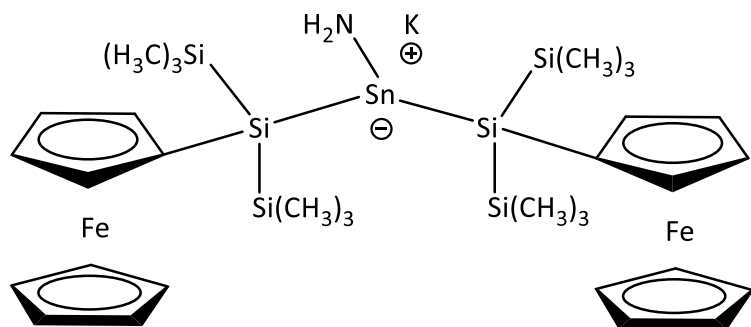




5. Anhang



## 5. Anhang



## 5.2 Abkürzungsverzeichnis

as	Antisymmetrische Valenzschwingung
br	breites Signal (NMR-Spektroskopie)
Cp	Cyclopentadienid
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarization Transfer
ESR	Elektronenspinresonanz
Et <sub>2</sub> O	Diethylether
Flu	Fluorenyl
GOF	Goodness of Fit
GPC	Gel-Permeations-Chromatographie
h	Stunden
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Correlation
HOMO	Highest Occupied Molecular Orbital
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Correlation
Hyp	Hypersilyl
Hz	Herz
IR	Infrarot
K	Kelvin
K <sup>t</sup> OBu	Kalium- <i>tert</i> -butanolat
LUMO	Lowest Occupied Molecular Orbital
m	Multiplett (NMR-Spektroskopie), mittel (IR-Spektroskopie)
MTBE	Methyl- <i>tert</i> -butylether
<sup>n</sup> BuLi	<i>n</i> -Bytyllithium
NMR	Nuclear Magnetic Resonanz, Kernspinresonanz
PMDETA	Pentamethylethylentriamin
ppm	Parts per million
PVC	Polyvinylchlorid
RT	Raumtemperatur
s	Singulett (NMR-Spektroskopie), stark (IR-Spektroskopie), Symmetrische Valenzschwingung
<sup>t</sup> BuLi	<i>tert</i> -Bytyllithium
THF	Tetrahydrofuran
TMEDA	Tetramethylethylendiamin
UV	Ultraviolett
vs	sehr stark (IR-Spektroskopie)
vw	sehr schwach (IR-Spektroskopie)
w	Schwach (IR-Spektroskopie)

## 5.3 Röntgendiffraktometrische Daten

### 5.3.1 Lithium-tris(trimethylsilyl)silyl-cyclopentadienid (1)

**Tabelle 5.3.1a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 1.

Summenformel	C <sub>18</sub> H <sub>39</sub> LiOSi <sub>4</sub>	
Molekulargewicht	390,79 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	
Dimension der Elementarzelle	a = 15,9492(12) Å	$\alpha = 90,414(2)^\circ$
	b = 18,044(1) Å	$\beta = 108,440(2)^\circ$
	c = 20,420(2) Å	$\gamma = 110,483(2)^\circ$
Volumen	5184,0(7) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	8; 1,001 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	0,232 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	1712	
Messbereich	2,30° ≤ $\theta$ ≤ 27,86°	
Messbereich des reziproken Raumes	-20 ≤ h ≤ 20; -23 ≤ k ≤ 23; -26 ≤ l ≤ 26	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	113481 / 24593 [R <sub>int</sub> = 0,0658]	
Vollständigkeit bis $\theta = 27,86^\circ$	97,7 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	24593 / 33 / 929	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,989	
Gütefaktoren [ $ I  > 2\sigma(I)$ ]	R1 = 0,0522, wR2 = 0,1348	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,0936, wR2 = 0,1496	
Max. / min. Restelektronendichte	0,620 e/Å <sup>3</sup> und -0,504 e/Å <sup>3</sup>	

**Tabelle 5.3.1b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung 1.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
Li(1)	47(3)	3127(2)	2568(2)	39(1)	
Li(3)	1689(3)	3043(2)	4526(2)	36(1)	
Si(1)	2604(1)	2973(1)	3065(1)	30(1)	
Si(11)	-4809(3)	1919(4)	6359(2)	74(2)	
C(13B)	1401(2)	892(2)	2610(2)	80(1)	
C(14B)	3132(2)	1636(2)	2188(2)	79(1)	
C(19B)	1273(3)	1881(2)	1421(2)	83(1)	
Si(12)	-3351(3)	3157(3)	7592(2)	66(1)	
C(13)	4110(2)	3685(2)	4790(1)	58(1)	
C(8B)	5006(2)	3233(2)	3826(2)	69(1)	
C(24B)	3616(3)	1947(2)	4337(2)	71(1)	
Si(13)	-3028(1)	982(1)	5938(1)	57(1)	
C(32)	2253(2)	4336(2)	1880(2)	72(1)	
C(5B)	3964(2)	4988(2)	3208(2)	59(1)	
C(11B)	3976(2)	3901(2)	2058(2)	69(1)	
Si(2)	-2566(1)	1917(1)	2112(1)	31(1)	
Si(21)	-2070(6)	706(6)	5769(4)	85(3)	
C(33)	-3799(2)	2500(2)	654(2)	56(1)	
C(17B)	-5035(2)	1046(2)	1129(2)	63(1)	
C(20B)	-3665(2)	898(2)	424(2)	67(1)	
Si(22)	-3806(3)	95(3)	6231(3)	88(2)	
C(37)	-3960(3)	1719(2)	3147(2)	84(1)	
C(9B)	-3532(2)	3265(2)	2511(2)	66(1)	
C(21B)	-1982(3)	3024(2)	3714(2)	83(1)	
Si(23)	-3907(2)	1299(2)	6904(1)	54(1)	
C(38)	-3527(2)	-99(2)	2263(2)	72(1)	
C(23B)	-1566(3)	480(2)	2133(3)	95(2)	
C(27B)	-1807(3)	849(2)	3491(2)	102(2)	
C(61)	-2142(3)	-49(2)	9556(3)	120(2)	
C(62)	1273(3)	1881(2)	1421(2)	83(1)	
C(63)	-3665(2)	898(2)	424(2)	67(1)	
C(64)	-1982(3)	3024(2)	3714(2)	83(1)	
C(65)	-1566(3)	480(2)	2133(3)	95(2)	
C(81)	1725(3)	4570(2)	8100(2)	98(2)	
C(82)	47(3)	3127(2)	2568(2)	39(1)	
C(83)	2018(3)	4167(2)	9569(2)	99(2)	
C(84)	1689(3)	3043(2)	4526(2)	36(1)	
C(85)	-1526(3)	2039(2)	8703(2)	35(1)	
O(1)	-2906(4)	3458(4)	5666(3)	84(2)	
O(2)	-1185(4)	4192(2)	6976(3)	76(2)	
C(011)	2604(1)	2973(1)	3065(1)	30(1)	

## 5. Anhang

C(012)	-2566(1)	1917(1)	2112(1)	31(1)	
C(013)	-3829(1)	1562(1)	1047(1)	42(1)	
C(014)	3220(1)	4092(1)	2532(1)	45(1)	
C(021)	3879(1)	2953(1)	4038(1)	42(1)	
C(022)	-3017(1)	2513(1)	2900(1)	50(1)	
C(023)	2076(1)	1804(1)	2294(1)	50(1)	
C(024)	-2354(1)	753(1)	2517(1)	53(1)	
Molekül 2					
Li(2)	88(3)	1938(2)	7554(2)	37(1)	
Li(4)	-1526(3)	2039(2)	8703(2)	35(1)	
Si(3)	2689(1)	3096(1)	8484(1)	29(1)	
Si(31)	3030(1)	2418(1)	9449(1)	40(1)	
C(34)	3976(2)	3135(2)	10213(2)	68(1)	
C(4B)	3475(2)	1628(2)	9271(2)	64(1)	
C(26B)	1956(2)	1935(2)	9706(2)	74(1)	
Si(32)	3967(1)	3456(1)	8066(1)	44(1)	
C(35)	3955(2)	2525(2)	7642(2)	73(1)	
C(39)	5182(2)	3972(2)	8741(2)	58(1)	
C(10B)	3754(2)	4107(2)	7365(2)	72(1)	
Si(33)	2515(1)	4264(1)	8839(1)	51(1)	
C(16B)	3699(2)	5102(2)	9165(2)	72(1)	
C(33B)	1725(3)	4570(2)	8100(2)	98(2)	
C(37B)	2018(3)	4167(2)	9569(2)	99(2)	
Si(4)	-2432(1)	2082(1)	6765(1)	35(1)	
Si(41)	-1860(1)	3288(1)	6300(1)	54(1)	0,71766
C(411)	-2906(4)	3458(4)	5666(3)	84(2)	0,71766
C(412)	-1185(4)	4192(2)	6976(3)	76(2)	0,71766
C(413)	-1068(4)	3215(4)	5812(3)	96(2)	0,71766
Si(42)	-3680(1)	2144(1)	7122(1)	44(1)	0,71766
C(421)	-3914(4)	1386(4)	7735(3)	67(2)	0,71766
C(422)	-4809(3)	1919(4)	6359(2)	74(2)	0,71766
C(423)	-3351(3)	3157(3)	7592(2)	66(1)	0,71766
Si(43)	-3028(1)	982(1)	5938(1)	57(1)	0,71766
C(431)	-3737(6)	1185(7)	5059(3)	102(5)	0,71766
C(432)	-2070(6)	706(6)	5769(4)	85(3)	0,71766
C(433)	-3806(3)	95(3)	6231(3)	88(2)	0,71766
Si(44)	-3907(2)	1299(2)	6904(1)	54(1)	0,28234
C(441)	-3850(10)	1606(9)	7806(5)	52(5)	0,28234
C(442)	-4962(6)	1451(7)	6268(6)	82(5)	0,28234
C(443)	-4110(7)	213(4)	6822(6)	70(3)	0,28234
Si(45)	-2304(3)	3353(2)	6627(2)	65(1)	0,28234
C(451)	-3240(8)	3421(7)	5814(5)	75(5)	0,28234
C(452)	-1107(6)	4002(6)	6577(7)	87(5)	0,28234
C(453)	-2452(10)	3835(6)	7390(5)	112(5)	0,28234
Si(46)	-2477(2)	1425(2)	5711(1)	55(1)	0,28234
C(461)	-3743(10)	1075(14)	5081(7)	93(10)	0,28234
C(462)	-2162(15)	521(9)	5888(7)	62(6)	0,28234

## 5. Anhang

C(463)	-1606(7)	2142(6)	5363(5)	84(4)	0,28234
C(51)	-1466(2)	2002(1)	7542(1)	28(1)	
C(52)	-1388(2)	1283(1)	7788(1)	30(1)	
C(53)	-138(2)	2295(1)	8527(1)	33(1)	
C(54)	-673(2)	2627(1)	8012(1)	30(1)	
C(55)	-585(2)	1460(1)	8381(1)	33(1)	
C(71)	3616(3)	1947(2)	4337(2)	71(1)	
C(72)	1956(2)	1935(2)	9706(2)	74(1)	
C(73)	-1807(3)	849(2)	3491(2)	102(2)	
C(74)	2374(4)	5127(2)	5746(3)	140(2)	
C(75)	88(3)	1938(2)	7554(2)	37(1)	
O(3)	-1580(1)	2947(1)	9191(1)	44(1)	
O(4)	-1904(1)	1241(1)	9301(1)	41(1)	
C(031)	2515(1)	4264(1)	8839(1)	51(1)	
C(032)	-1580(1)	2947(1)	9191(1)	44(1)	
C(033)	-1466(2)	2002(1)	7542(1)	28(1)	
C(034)	1739(1)	2111(1)	5012(1)	45(1)	
C(041)	-1904(1)	1241(1)	9301(1)	41(1)	
C(042)	2109(1)	3834(1)	5335(1)	47(1)	
C(043)	-1388(2)	1283(1)	7788(1)	30(1)	
C(044)	-138(2)	2295(1)	8527(1)	33(1)	

**Tabelle 5.3.1c:** Bindungslängen in Å von Verbindung 1.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Molekül 1		Si(31)-C(4B)	1,878(3)
Si(1)-C(64)	1,880(2)	Si(31)-C(26B)	1,874(3)
Si(1)-Si(11)	2,3486(9)	Si(32)-C(35)	1,876(3)
Si(1)-Si(12)	2,3617(9)	Si(32)-C(39)	1,888(3)
Si(1)-Si(13)	2,3590(10)	Si(32)-C(10B)	1,881(3)
Si(11)-C(13B)	1,874(4)	Si(33)-C(16B)	1,873(3)
Si(11)-C(14B)	1,886(3)	Si(33)-C(33B)	1,859(3)
Si(11)-C(19B)	1,877(3)	Si(33)-C(37B)	1,881(4)
Si(12)-C(13)	1,874(3)	Si(4)-C(51)	1,878(2)
Si(12)-C(8B)	1,881(3)	Si(4)-Si(41)	2,3810(13)
Si(12)-C(24B)	1,870(3)	Si(4)-Si(42)	2,3614(12)
Si(13)-C(32)	1,876(3)	Si(4)-Si(43)	2,3074(13)
Si(13)-C(5B)	1,879(3)	Si(4)-Si(44)	2,394(2)
Si(13)-C(11B)	1,878(3)	Si(4)-Si(45)	2,258(2)
Si(2)-C(81)	1,867(2)	Si(4)-Si(46)	2,418(3)
Si(2)-Si(21)	2,3485(9)	Si(41)-C(411)	1,884(4)

## 5. Anhang

Si(2)-Si(22)	2,3454(10)	Si(41)-C(412)	1,880(5)
Si(2)-Si(23)	2,3540(10)	Si(41)-C(413)	1,874(5)
Si(21)-C(33)	1,871(3)	Si(42)-C(421)	1,883(7)
Si(21)-C(17B)	1,887(3)	Si(42)-C(422)	1,882(4)
Si(21)-C(20B)	1,878(3)	Si(42)-C(423)	1,879(4)
Si(22)-C(37)	1,888(4)	Si(43)-C(431)	1,910(7)
Si(22)-C(9B)	1,877(3)	Si(43)-C(432)	1,887(6)
Si(22)-C(21B)	1,877(3)	Si(43)-C(433)	1,888(5)
Si(23)-C(38)	1,875(3)	Si(44)-C(441)	1,885(6)
Si(23)-C(23B)	1,868(4)	Si(44)-C(442)	1,881(6)
Si(23)-C(27B)	1,882(4)	Si(44)-C(443)	1,869(6)
C(61)-C(65)	1,399(3)	Si(45)-C(451)	1,888(8)
C(61)-C(64)	1,421(3)	Si(45)-C(452)	1,899(6)
C(61)-Li(1)	2,504(4)	Si(45)-C(453)	1,895(6)
C(61)-Li(3)	2,393(4)	Si(46)-C(461)	1,896(8)
C(62)-C(65)	1,403(3)	Si(46)-C(462)	1,872(7)
C(62)-C(63)	1,408(3)	Si(46)-C(463)	1,871(6)
C(62)-Li(1)	2,259(5)	C(51)-C(54)	1,422(3)
C(62)-Li(3)	2,258(5)	C(51)-C(52)	1,425(3)
C(63)-C(64)	1,420(3)	C(51)-Li(2)	2,513(4)
C(63)-Li(1)	2,381(4)	C(51)-Li(4)	2,405(5)
C(63)-Li(3)	2,285(4)	C(52)-C(55)	1,393(3)
C(64)-Li(1)	2,560(4)	C(52)-Li(2)	2,440(4)
C(64)-Li(3)	2,380(4)	C(52)-Li(4)	2,416(4)
C(65)-Li(1)	2,328(5)	C(53)-C(54)	1,409(3)
C(65)-Li(3)	2,339(4)	C(53)-C(55)	1,408(3)
C(81)-C(82)	1,417(3)	C(53)-Li(2)	2,254(5)
C(81)-C(84)	1,418(3)	C(53)-Li(4)	2,245(4)
C(81)-Li(1)	2,278(4)	C(54)-Li(2)	2,374(4)
C(82)-C(83)	1,396(4)	C(54)-Li(4)	2,281(5)
C(82)-Li(1)	2,260(4)	C(55)-Li(2)	2,296(5)
C(83)-C(85)	1,400(4)	C(55)-Li(4)	2,342(4)
C(83)-Li(1)	2,246(5)	C(71)-C(72)	1,422(3)
C(84)-C(85)	1,396(4)	C(71)-C(74)	1,419(3)
C(84)-Li(1)	2,241(4)	C(71)-Li(2)	2,276(4)
C(85)-Li(1)	2,228(5)	C(72)-C(75)	1,404(4)
O(1)-Li(3)	1,972(4)	C(72)-Li(2)	2,233(5)
O(2)-Li(3)	1,954(4)	C(73)-C(74)	1,406(3)
O(1)-C(011)	1,450(3)	C(73)-C(75)	1,401(4)



## 5. Anhang

O(1)-C(014)	1,434(3)	C(73)-Li(2)	2,240(5)
O(2)-C(021)	1,430(3)	C(74)-Li(2)	2,260(5)
O(2)-C(024)	1,437(4)	C(75)-Li(2)	2,228(5)
C(011)-C(012)	1,494(4)	O(3)-Li(4)	1,953(4)
C(013)-C(012)	1,509(4)	O(4)-Li(4)	1,954(4)
C(013)-C(014)	1,475(4)	O(3)-C(031)	1,445(3)
C(021)-C(022)	1,464(5)	O(3)-C(034)	1,432(3)
C(022)-C(023)	1,362(6)	O(4)-C(041)	1,438(3)
C(024)-C(023)	1,491(5)	O(4)-C(044)	1,442(3)
Molekül 2		C(031)-C(032)	1,484(4)
Si(3)-C(71)	1,864(2)	C(033)-C(032)	1,492(4)
Si(3)-Si(31)	2,3435(9)	C(033)-C(034)	1,474(4)
Si(3)-Si(32)	2,3457(10)	C(041)-C(042)	1,452(5)
Si(3)-Si(33)	2,3565(10)	C(043)-C(042)	1,388(5)
Si(31)-C(34)	1,873(3)	C(043)-C(044)	1,463(5)

**Tabelle 5.3.1d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung 1.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom	Winkel
Molekül 1		Si(45)-Si(4)-Si(41)	28,53(10)
Si(1)-C(64)-Li(1)	127,23(14)	Si(45)-Si(4)-Si(42)	79,38(11)
Si(1)-C(64)-Li(3)	121,86(14)	Si(45)-Si(4)-Si(43)	129,74(9)
Si(11)-Si(1)-Si(12)	108,05(4)	Si(45)-Si(4)-Si(44)	112,49(13)
Si(11)-Si(1)-Si(13)	109,62(4)	Si(45)-Si(4)-Si(46)	109,54(12)
Si(13)-Si(1)-Si(12)	106,64(4)	C(4B)-Si(31)-Si(3)	111,60(11)
Si(2)-C(81)-Li(1)	130,57(15)	C(10B)-Si(32)-C(39)	109,64(14)
Si(21)-Si(2)-Si(23)	108,93(4)	C(10B)-Si(32)-Si(3)	108,28(10)
Si(22)-Si(2)-Si(21)	106,84(4)	C(16B)-Si(33)-C(37B)	106,06(18)
Si(22)-Si(2)-Si(23)	108,90(4)	C(16B)-Si(33)-Si(3)	110,14(11)
C(5B)-Si(13)-Si(1)	110,03(11)	C(26B)-Si(31)-C(4B)	108,34(16)
C(8B)-Si(12)-Si(1)	110,93(10)	C(26B)-Si(31)-Si(3)	111,39(10)
C(9B)-Si(22)-C(21B)	108,24(16)	C(33B)-Si(33)-C(16B)	107,95(17)
C(9B)-Si(22)-C(37)	107,53(16)	C(33B)-Si(33)-C(37B)	107,7(2)
C(9B)-Si(22)-Si(2)	111,99(10)	C(33B)-Si(33)-Si(3)	111,01(13)
C(11B)-Si(13)-C(5B)	108,94(15)	C(34)-Si(31)-C(26B)	107,79(17)
C(11B)-Si(13)-Si(1)	110,30(11)	C(34)-Si(31)-C(4B)	107,67(14)
C(13)-Si(12)-C(8B)	107,27(15)	C(34)-Si(31)-Si(3)	109,90(11)

## 5. Anhang

C(13)-Si(12)-Si(1)	111,07(10)	C(35)-Si(32)-C(10B)	107,00(17)
C(13B)-Si(11)-C(14B)	106,81(17)	C(35)-Si(32)-C(39)	108,10(14)
C(13B)-Si(11)-C(19B)	107,32(18)	C(35)-Si(32)-Si(3)	107,84(11)
C(13B)-Si(11)-Si(1)	113,07(12)	C(37B)-Si(33)-Si(3)	113,72(12)
C(14B)-Si(11)-Si(1)	109,50(11)	C(39)-Si(32)-Si(3)	115,64(10)
C(17B)-Si(21)-Si(2)	113,92(10)	C(411)-Si(41)-Si(4)	108,58(19)
C(19B)-Si(11)-C(14B)	109,30(17)	C(412)-Si(41)-C(411)	107,6(3)
C(19B)-Si(11)-Si(1)	110,71(11)	C(412)-Si(41)-Si(4)	113,83(16)
C(20B)-Si(21)-C(17B)	108,29(15)	C(413)-Si(41)-C(411)	107,7(3)
C(20B)-Si(21)-Si(2)	110,92(10)	C(413)-Si(41)-C(412)	108,1(3)
C(21B)-Si(22)-C(37)	108,43(19)	C(413)-Si(41)-Si(4)	110,77(18)
C(21B)-Si(22)-Si(2)	111,44(11)	C(421)-Si(42)-Si(4)	109,1(2)
C(23B)-Si(23)-C(27B)	107,2(2)	C(422)-Si(42)-C(421)	108,3(3)
C(23B)-Si(23)-C(38)	108,40(17)	C(422)-Si(42)-Si(4)	111,50(16)
C(23B)-Si(23)-Si(2)	110,37(12)	C(423)-Si(42)-C(421)	108,3(3)
C(24B)-Si(12)-C(13)	107,30(15)	C(423)-Si(42)-C(422)	108,8(2)
C(24B)-Si(12)-C(8B)	108,93(17)	C(423)-Si(42)-Si(4)	110,75(15)
C(24B)-Si(12)-Si(1)	111,19(11)	C(431)-Si(43)-Si(4)	110,6(3)
C(27B)-Si(23)-Si(2)	113,68(12)	C(432)-Si(43)-C(431)	105,1(4)
C(32)-Si(13)-C(11B)	107,50(16)	C(432)-Si(43)-C(433)	108,0(4)
C(32)-Si(13)-C(5B)	108,01(16)	C(432)-Si(43)-Si(4)	113,1(2)
C(32)-Si(13)-Si(1)	111,96(10)	C(433)-Si(43)-C(431)	110,1(5)
C(33)-Si(21)-C(17B)	109,08(14)	C(433)-Si(43)-Si(4)	109,77(17)
C(33)-Si(21)-C(20B)	107,18(15)	C(441)-Si(44)-Si(4)	108,1(4)
C(33)-Si(21)-Si(2)	107,23(10)	C(442)-Si(44)-C(441)	107,4(5)
C(37)-Si(22)-Si(2)	109,06(12)	C(442)-Si(44)-Si(4)	113,1(4)
C(38)-Si(23)-C(27B)	106,61(17)	C(443)-Si(44)-C(441)	107,9(5)
C(38)-Si(23)-Si(2)	110,36(11)	C(443)-Si(44)-C(442)	108,7(4)
C(61)-C(64)-Li(1)	71,55(15)	C(443)-Si(44)-Si(4)	111,5(3)
C(61)-C(64)-Li(3)	73,17(15)	C(451)-Si(45)-C(452)	106,9(5)
C(61)-C(64)-Si(1)	125,93(17)	C(451)-Si(45)-C(453)	107,1(5)
C(61)-C(65)-C(62)	107,9(2)	C(451)-Si(45)-Si(4)	112,4(4)
C(61)-C(65)-Li(1)	80,21(17)	C(452)-Si(45)-Si(4)	113,1(4)
C(61)-C(65)-Li(3)	74,90(16)	C(453)-Si(45)-C(452)	106,7(4)
C(61)-Li(1)-C(64)	32,58(8)	C(453)-Si(45)-Si(4)	110,4(4)
C(62)-C(63)-C(64)	109,2(2)	C(461)-Si(46)-Si(4)	107,7(4)
C(62)-C(63)-Li(1)	67,67(16)	C(462)-Si(46)-C(461)	107,3(6)
C(62)-C(63)-Li(3)	70,88(16)	C(462)-Si(46)-Si(4)	111,0(4)
C(62)-C(65)-Li(1)	69,54(17)	C(463)-Si(46)-C(461)	112,8(7)

## 5. Anhang

C(62)-C(65)-Li(3)	69,09(16)	C(463)-Si(46)-C(462)	109,4(7)
C(62)-Li(1)-C(61)	56,54(12)	C(463)-Si(46)-Si(4)	108,6(3)
C(62)-Li(1)-C(63)	35,20(10)	C(51)-C(52)-Li(2)	76,13(16)
C(62)-Li(1)-C(64)	56,75(12)	C(51)-C(52)-Li(4)	72,38(15)
C(62)-Li(1)-C(65)	35,58(10)	C(51)-C(54)-Li(2)	78,55(16)
C(62)-Li(1)-C(81)	111,07(19)	C(51)-C(54)-Li(4)	77,16(16)
C(62)-Li(1)-C(82)	121,3(2)	C(51)-Li(4)-C(52)	34,38(9)
C(62)-Li(3)-C(61)	58,24(12)	C(51)-Si(4)-Si(41)	110,34(8)
C(62)-Li(3)-C(63)	36,10(10)	C(51)-Si(4)-Si(42)	108,98(8)
C(62)-Li(3)-C(64)	59,54(12)	C(51)-Si(4)-Si(43)	110,53(8)
C(62)-Li(3)-C(65)	35,49(10)	C(51)-Si(4)-Si(44)	106,41(10)
C(63)-C(62)-Li(1)	77,13(17)	C(51)-Si(4)-Si(45)	113,21(11)
C(63)-C(62)-Li(3)	73,02(16)	C(51)-Si(4)-Si(46)	110,96(10)
C(63)-C(64)-C(61)	105,62(19)	C(52)-C(51)-Li(2)	70,47(15)
C(63)-C(64)-Li(1)	66,50(15)	C(52)-C(51)-Li(4)	73,24(15)
C(63)-C(64)-Li(3)	68,69(16)	C(52)-C(51)-Si(4)	126,33(17)
C(63)-C(64)-Si(1)	128,43(17)	C(52)-C(55)-C(53)	107,7(2)
C(63)-Li(1)-C(61)	55,15(11)	C(52)-C(55)-Li(2)	78,62(17)
C(63)-Li(1)-C(64)	33,17(9)	C(52)-C(55)-Li(4)	75,94(16)
C(63)-Li(3)-C(61)	57,83(12)	C(52)-Li(2)-C(51)	33,40(9)
C(63)-Li(3)-C(64)	35,38(10)	C(53)-C(54)-C(51)	109,2(2)
C(63)-Li(3)-C(65)	58,80(12)	C(53)-C(54)-Li(2)	67,68(16)
C(64)-C(61)-Li(1)	75,86(15)	C(53)-C(54)-Li(4)	70,48(16)
C(64)-C(61)-Li(3)	72,17(15)	C(53)-C(55)-Li(2)	70,34(17)
C(64)-C(63)-Li(1)	80,34(16)	C(53)-C(55)-Li(4)	68,44(16)
C(64)-C(63)-Li(3)	75,93(16)	C(53)-Li(2)-C(51)	57,59(12)
C(64)-Li(3)-C(61)	34,66(9)	C(53)-Li(2)-C(52)	57,46(12)
C(64)-Si(1)-Si(11)	112,01(7)	C(53)-Li(2)-C(54)	35,34(10)
C(64)-Si(1)-Si(12)	110,59(7)	C(53)-Li(2)-C(55)	36,04(10)
C(64)-Si(1)-Si(13)	109,77(7)	C(53)-Li(2)-C(71)	108,60(18)
C(65)-C(61)-C(64)	109,5(2)	C(53)-Li(2)-C(74)	120,4(2)
C(65)-C(61)-Li(1)	66,38(16)	C(53)-Li(4)-C(51)	59,38(12)
C(65)-C(61)-Li(3)	70,73(16)	C(53)-Li(4)-C(52)	57,92(12)
C(65)-C(62)-C(63)	107,8(2)	C(53)-Li(4)-C(54)	36,27(10)
C(65)-C(62)-Li(1)	74,88(17)	C(53)-Li(4)-C(55)	35,68(10)
C(65)-C(62)-Li(3)	75,42(16)	C(54)-C(51)-C(52)	105,34(19)
C(65)-Li(1)-C(61)	33,41(9)	C(54)-C(51)-Li(2)	67,78(15)
C(65)-Li(1)-C(63)	57,65(12)	C(54)-C(51)-Li(4)	67,64(15)
C(65)-Li(1)-C(64)	55,98(11)	C(54)-C(51)-Si(4)	128,33(17)

## 5. Anhang

C(65)-Li(3)-C(61)	34,37(10)	C(54)-C(53)-Li(2)	76,98(17)
C(65)-Li(3)-C(64)	58,41(12)	C(54)-C(53)-Li(4)	73,25(16)
C(81)-C(82)-Li(1)	72,52(16)	C(54)-Li(2)-C(51)	33,67(9)
C(81)-C(84)-Li(1)	73,15(17)	C(54)-Li(2)-C(52)	56,08(11)
C(81)-Li(1)-C(61)	161,3(2)	C(54)-Li(4)-C(51)	35,20(9)
C(81)-Li(1)-C(63)	124,5(2)	C(54)-Li(4)-C(52)	57,53(12)
C(81)-Li(1)-C(64)	156,0(2)	C(54)-Li(4)-C(55)	59,01(12)
C(81)-Li(1)-C(65)	128,2(2)	C(55)-C(52)-C(51)	109,9(2)
C(81)-Si(2)-Si(21)	104,90(7)	C(55)-C(52)-Li(2)	67,33(16)
C(81)-Si(2)-Si(22)	112,48(8)	C(55)-C(52)-Li(4)	70,05(16)
C(81)-Si(2)-Si(23)	114,41(8)	C(55)-C(53)-C(54)	107,8(2)
C(82)-C(81)-C(84)	105,5(2)	C(55)-C(53)-Li(2)	73,62(17)
C(82)-C(81)-Li(1)	71,10(16)	C(55)-C(53)-Li(4)	75,89(17)
C(82)-C(81)-Si(2)	127,25(19)	C(55)-Li(2)-C(51)	57,14(12)
C(82)-C(83)-C(85)	108,0(2)	C(55)-Li(2)-C(52)	34,05(9)
C(82)-C(83)-Li(1)	72,51(18)	C(55)-Li(2)-C(54)	58,34(12)
C(82)-Li(1)-C(61)	134,0(2)	C(55)-Li(4)-C(51)	58,17(12)
C(82)-Li(1)-C(63)	152,4(2)	C(55)-Li(4)-C(52)	34,01(9)
C(82)-Li(1)-C(64)	166,5(2)	C(71)-C(72)-Li(2)	73,29(17)
C(82)-Li(1)-C(65)	113,7(2)	C(71)-C(74)-Li(2)	72,41(17)
C(82)-Li(1)-C(81)	36,38(10)	C(71)-Li(2)-C(51)	155,9(2)
C(83)-C(82)-C(81)	109,3(2)	C(71)-Li(2)-C(52)	158,8(2)
C(83)-C(82)-Li(1)	71,39(18)	C(71)-Li(2)-C(54)	123,37(19)
C(83)-C(85)-Li(1)	72,44(18)	C(71)-Li(2)-C(55)	125,2(2)
C(83)-Li(1)-C(61)	122,39(19)	C(71)-Si(3)-Si(31)	111,55(8)
C(83)-Li(1)-C(62)	152,6(2)	C(71)-Si(3)-Si(32)	103,23(7)
C(83)-Li(1)-C(63)	171,3(2)	C(71)-Si(3)-Si(33)	115,32(7)
C(83)-Li(1)-C(64)	139,8(2)	C(72)-C(71)-Li(2)	69,96(16)
C(83)-Li(1)-C(65)	125,9(2)	C(72)-C(71)-Si(3)	127,34(18)
C(83)-Li(1)-C(81)	60,96(13)	C(72)-C(75)-Li(2)	71,82(18)
C(83)-Li(1)-C(82)	36,10(11)	C(72)-Li(2)-C(51)	132,7(2)
C(84)-C(81)-Li(1)	70,28(16)	C(72)-Li(2)-C(52)	164,2(2)
C(84)-C(81)-Si(2)	126,47(18)	C(72)-Li(2)-C(53)	127,4(2)
C(84)-C(85)-C(83)	107,8(2)	C(72)-Li(2)-C(54)	117,5(2)
C(84)-C(85)-Li(1)	72,30(18)	C(72)-Li(2)-C(55)	158,9(2)
C(84)-Li(1)-C(61)	162,1(2)	C(72)-Li(2)-C(71)	36,75(10)
C(84)-Li(1)-C(62)	130,5(2)	C(72)-Li(2)-C(73)	60,97(14)
C(84)-Li(1)-C(63)	118,9(2)	C(72)-Li(2)-C(74)	60,52(14)
C(84)-Li(1)-C(64)	132,4(2)	C(73)-C(74)-C(71)	109,3(2)

## 5. Anhang

C(84)-Li(1)-C(65)	162,2(2)	C(73)-C(74)-Li(2)	71,01(17)
C(84)-Li(1)-C(81)	36,57(10)	C(73)-C(75)-C(72)	108,0(2)
C(84)-Li(1)-C(82)	60,20(13)	C(73)-C(75)-Li(2)	72,17(19)
C(84)-Li(1)-C(83)	60,48(14)	C(73)-Li(2)-C(51)	140,0(2)
C(85)-C(83)-Li(1)	71,09(18)	C(73)-Li(2)-C(52)	122,8(2)
C(85)-C(84)-C(81)	109,4(2)	C(73)-Li(2)-C(53)	153,2(2)
C(85)-C(84)-Li(1)	71,29(17)	C(73)-Li(2)-C(54)	171,1(2)
C(85)-Li(1)-C(61)	133,9(2)	C(73)-Li(2)-C(55)	126,6(2)
C(85)-Li(1)-C(62)	166,1(2)	C(73)-Li(2)-C(71)	61,35(13)
C(85)-Li(1)-C(63)	137,5(2)	C(73)-Li(2)-C(74)	36,41(11)
C(85)-Li(1)-C(64)	125,2(2)	C(74)-C(71)-C(72)	105,7(2)
C(85)-Li(1)-C(65)	158,3(2)	C(74)-C(71)-Li(2)	71,14(17)
C(85)-Li(1)-C(81)	61,26(13)	C(74)-C(71)-Si(3)	126,38(17)
C(85)-Li(1)-C(82)	60,51(14)	C(74)-C(73)-Li(2)	72,58(17)
C(85)-Li(1)-C(83)	36,47(12)	C(74)-Li(2)-C(51)	166,1(2)
C(85)-Li(1)-C(84)	36,41(11)	C(74)-Li(2)-C(52)	132,8(2)
Li(1)-C(65)-Li(3)	121,16(17)	C(74)-Li(2)-C(54)	151,8(2)
Li(3)-C(61)-Li(1)	112,23(16)	C(74)-Li(2)-C(55)	112,27(19)
Li(3)-C(62)-Li(1)	128,32(18)	C(74)-Li(2)-C(71)	36,45(10)
Li(3)-C(63)-Li(1)	121,18(17)	C(75)-C(72)-C(71)	109,2(2)
Li(3)-C(64)-Li(1)	110,74(16)	C(75)-C(72)-Li(2)	71,48(18)
O(1)-C(011)-C(012)	105,8(2)	C(75)-C(73)-C(74)	107,8(2)
O(1)-C(014)-C(013)	108,6(2)	C(75)-C(73)-Li(2)	71,30(18)
O(1)-Li(3)-C(61)	156,3(2)	C(75)-Li(2)-C(51)	125,81(19)
O(1)-Li(3)-C(62)	113,0(2)	C(75)-Li(2)-C(52)	135,9(2)
O(1)-Li(3)-C(63)	101,44(18)	C(75)-Li(2)-C(53)	163,4(2)
O(1)-Li(3)-C(64)	121,8(2)	C(75)-Li(2)-C(54)	136,8(2)
O(1)-Li(3)-C(65)	147,3(2)	C(75)-Li(2)-C(55)	160,5(2)
O(2)-C(021)-C(022)	106,7(3)	C(75)-Li(2)-C(71)	61,51(13)
O(2)-C(024)-C(023)	105,3(3)	C(75)-Li(2)-C(72)	36,70(11)
O(2)-Li(3)-C(61)	104,21(18)	C(75)-Li(2)-C(73)	36,53(12)
O(2)-Li(3)-C(62)	121,3(2)	C(75)-Li(2)-C(74)	60,69(14)
O(2)-Li(3)-C(63)	155,1(2)	Li(2)-C(55)-Li(4)	121,05(17)
O(2)-Li(3)-C(64)	136,2(2)	Li(4)-C(51)-Li(2)	110,33(15)
O(2)-Li(3)-C(65)	96,47(18)	Li(4)-C(52)-Li(2)	112,49(16)
O(2)-Li(3)-O(1)	98,91(18)	Li(4)-C(53)-Li(2)	127,63(18)
C(011)-C(012)-C(013)	103,8(2)	Li(4)-C(54)-Li(2)	120,29(17)
C(011)-O(1)-Li(3)	125,87(19)	O(3)-C(031)-C(032)	105,8(2)
C(014)-C(013)-C(012)	104,0(2)	O(3)-C(034)-C(033)	108,0(2)

## 5. Anhang

C(014)-O(1)-C(011)	108,39(19)	O(3)-Li(4)-C(51)	123,7(2)
C(014)-O(1)-Li(3)	125,11(19)	O(3)-Li(4)-C(52)	157,9(2)
C(021)-O(2)-C(024)	109,3(2)	O(3)-Li(4)-C(53)	113,5(2)
C(021)-O(2)-Li(3)	127,2(2)	O(3)-Li(4)-C(54)	102,79(18)
C(022)-C(023)-C(024)	109,2(4)	O(3)-Li(4)-C(55)	147,6(2)
C(023)-C(022)-C(021)	109,4(3)	O(3)-Li(4)-O(4)	98,63(19)
C(024)-O(2)-Li(3)	113,1(2)	O(4)-C(041)-C(042)	106,5(3)
<hr/> Molekül 2 <hr/>			
Si(3)-C(71)-Li(2)	130,14(15)	O(4)-C(044)-C(043)	105,9(3)
Si(31)-Si(3)-Si(32)	108,76(4)	O(4)-Li(4)-C(51)	135,2(2)
Si(31)-Si(3)-Si(33)	108,94(4)	O(4)-Li(4)-C(52)	103,18(18)
Si(32)-Si(3)-Si(33)	108,72(4)	O(4)-Li(4)-C(53)	119,6(2)
Si(4)-C(51)-Li(2)	126,52(14)	O(4)-Li(4)-C(54)	153,5(2)
Si(4)-C(51)-Li(4)	123,01(14)	O(4)-Li(4)-C(55)	94,69(17)
Si(41)-Si(4)-Si(44)	135,64(8)	C(031)-C(032)-C(033)	104,4(2)
Si(41)-Si(4)-Si(46)	85,51(9)	C(031)-O(3)-Li(4)	125,36(19)
Si(42)-Si(4)-Si(41)	106,76(5)	C(034)-C(033)-C(032)	106,2(2)
Si(42)-Si(4)-Si(44)	36,01(8)	C(034)-O(3)-C(031)	107,71(19)
Si(42)-Si(4)-Si(46)	130,46(9)	C(034)-O(3)-Li(4)	125,75(19)
Si(43)-Si(4)-Si(41)	111,65(6)	C(041)-O(4)-C(044)	109,0(2)
Si(43)-Si(4)-Si(42)	108,46(5)	C(041)-O(4)-Li(4)	125,6(2)
Si(43)-Si(4)-Si(44)	76,44(9)	C(042)-C(043)-C(044)	109,0(3)
Si(43)-Si(4)-Si(46)	28,92(8)	C(043)-C(042)-C(041)	109,2(3)
Si(44)-Si(4)-Si(46)	103,82(11)	C(044)-O(4)-Li(4)	114,5(2)

**Tabelle 5.3.1e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 1.

Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>23</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>12</sub>
<hr/> Molekül 1 <hr/>						
Si(1)	29(1)	32(1)	29(1)	2(1)	9(1)	14(1)
Si(2)	29(1)	30(1)	34(1)	4(1)	8(1)	13(1)
Si(11)	49(1)	51(1)	46(1)	-15(1)	6(1)	25(1)
Si(12)	34(1)	55(1)	38(1)	1(1)	6(1)	24(1)
Si(13)	38(1)	50(1)	49(1)	16(1)	20(1)	14(1)
Si(21)	26(1)	50(1)	40(1)	2(1)	5(1)	9(1)
Si(22)	57(1)	66(1)	43(1)	8(1)	22(1)	38(1)
Si(23)	43(1)	27(1)	76(1)	11(1)	6(1)	11(1)
C(5B)	46(2)	43(2)	84(2)	11(2)	26(2)	9(1)
C(8B)	38(2)	114(3)	59(2)	2(2)	11(1)	39(2)

## 5. Anhang

C(9B)	73(2)	82(2)	69(2)	10(2)	33(2)	52(2)
C(11B)	71(2)	83(2)	67(2)	18(2)	45(2)	24(2)
C(13B)	77(2)	39(2)	113(3)	-18(2)	24(2)	18(2)
C(14B)	69(2)	86(3)	88(3)	-29(2)	22(2)	40(2)
C(19B)	83(3)	107(3)	50(2)	-29(2)	-5(2)	50(2)
C(20B)	58(2)	73(2)	56(2)	-18(2)	11(2)	14(2)
C(21B)	101(3)	111(3)	52(2)	-19(2)	7(2)	74(3)
C(23B)	76(2)	44(2)	184(5)	17(2)	49(3)	39(2)
C(24B)	85(2)	70(2)	60(2)	17(2)	8(2)	46(2)
C(17B)	30(1)	78(2)	61(2)	13(2)	6(1)	6(1)
C(27B)	107(3)	47(2)	95(3)	36(2)	-21(2)	12(2)
C(13)	50(2)	73(2)	44(2)	-8(2)	8(1)	24(2)
C(32)	53(2)	79(2)	80(2)	45(2)	21(2)	19(2)
C(33)	43(2)	74(2)	50(2)	22(2)	12(1)	25(2)
C(37)	95(3)	112(3)	83(3)	38(2)	62(2)	55(3)
C(38)	56(2)	39(2)	99(3)	12(2)	13(2)	1(1)
C(61)	34(1)	29(1)	29(1)	5(1)	8(1)	14(1)
C(62)	29(1)	46(2)	32(1)	8(1)	10(1)	12(1)
C(63)	32(1)	29(1)	28(1)	4(1)	4(1)	10(1)
C(64)	26(1)	29(1)	23(1)	5(1)	5(1)	13(1)
C(65)	37(1)	41(1)	30(1)	5(1)	9(1)	23(1)
C(81)	26(1)	32(1)	29(1)	2(1)	1(1)	12(1)
C(82)	35(1)	32(1)	47(2)	8(1)	5(1)	16(1)
C(83)	36(1)	42(2)	51(2)	19(1)	1(1)	7(1)
C(84)	33(1)	46(2)	28(1)	-4(1)	3(1)	12(1)
C(85)	37(1)	68(2)	30(1)	10(1)	9(1)	15(1)
Li(1)	35(2)	44(2)	33(2)	5(2)	6(2)	15(2)
Li(2)	35(2)	46(2)	36(2)	7(2)	18(2)	16(2)
O(1)	52(1)	33(1)	37(1)	9(1)	1(1)	13(1)
O(2)	69(1)	39(1)	35(1)	4(1)	18(1)	21(1)
C(011)	55(2)	44(2)	35(1)	10(1)	1(1)	17(1)
C(012)	62(2)	49(2)	53(2)	18(1)	2(2)	21(2)
C(013)	68(2)	39(2)	50(2)	10(1)	13(2)	15(1)
C(014)	78(2)	42(2)	69(2)	22(2)	-14(2)	3(2)
C(021)	75(2)	43(2)	62(2)	-4(1)	24(2)	17(2)
C(022)	183(5)	55(3)	229(7)	-9(3)	143(5)	33(3)
C(023)	152(5)	78(3)	196(6)	-11(3)	112(5)	46(3)
C(024)	100(3)	68(2)	50(2)	13(2)	46(2)	29(2)
Molekül 2						
Si(3)	27(1)	26(1)	34(1)	5(1)	11(1)	11(1)
Si(4)	30(1)	43(1)	32(1)	8(1)	7(1)	17(1)
Si(31)	37(1)	46(1)	36(1)	11(1)	7(1)	18(1)
Si(32)	27(1)	60(1)	43(1)	8(1)	13(1)	13(1)
Si(33)	38(1)	26(1)	85(1)	-4(1)	18(1)	11(1)
Si(41)	53(1)	63(1)	54(1)	31(1)	16(1)	32(1)
Si(42)	29(1)	59(1)	45(1)	1(1)	7(1)	22(1)
Si(43)	40(1)	67(1)	49(1)	-22(1)	-4(1)	21(1)

## 5. Anhang

Si(44)	28(1)	79(2)	47(2)	16(2)	6(1)	14(1)
Si(45)	84(3)	47(2)	58(2)	17(2)	1(2)	38(2)
Si(46)	62(2)	67(2)	26(1)	4(1)	8(1)	19(2)
C(411)	77(4)	112(5)	86(4)	62(3)	24(3)	64(4)
C(412)	84(4)	39(2)	99(4)	32(3)	22(3)	22(2)
C(413)	90(4)	137(5)	96(4)	73(4)	60(3)	58(4)
C(421)	41(3)	77(5)	79(4)	5(3)	28(2)	11(3)
C(422)	33(2)	116(5)	62(3)	-15(3)	-8(2)	39(3)
C(423)	63(3)	76(3)	70(3)	-5(2)	20(2)	42(3)
C(431)	87(5)	155(9)	32(3)	-28(3)	-31(3)	55(5)
C(432)	61(4)	109(6)	75(4)	-46(4)	11(4)	30(4)
C(433)	55(3)	52(3)	123(5)	-35(3)	6(3)	2(2)
C(4B)	67(2)	57(2)	66(2)	14(2)	4(2)	39(2)
C(10B)	41(2)	105(3)	59(2)	36(2)	19(2)	12(2)
C(16B)	50(2)	35(2)	112(3)	-12(2)	17(2)	3(1)
C(26B)	59(2)	98(3)	81(2)	63(2)	34(2)	38(2)
C(33B)	69(2)	48(2)	157(4)	13(2)	-5(2)	37(2)
C(37B)	101(3)	53(2)	162(4)	-27(2)	83(3)	17(2)
C(34)	64(2)	91(3)	38(2)	-2(2)	4(2)	29(2)
C(35)	56(2)	101(3)	69(2)	-11(2)	27(2)	33(2)
C(39)	30(1)	76(2)	59(2)	10(2)	10(1)	13(1)
C(51)	25(1)	31(1)	30(1)	6(1)	11(1)	12(1)
C(52)	33(1)	26(1)	35(1)	5(1)	16(1)	12(1)
C(53)	26(1)	43(1)	28(1)	3(1)	8(1)	10(1)
C(54)	29(1)	28(1)	35(1)	5(1)	16(1)	9(1)
C(55)	36(1)	41(1)	33(1)	13(1)	16(1)	23(1)
C(71)	24(1)	37(1)	32(1)	4(1)	12(1)	13(1)
C(72)	33(1)	53(2)	33(1)	15(1)	16(1)	13(1)
C(73)	38(1)	50(2)	50(2)	-17(1)	14(1)	10(1)
C(74)	38(1)	37(1)	46(2)	-1(1)	11(1)	19(1)
C(75)	36(1)	82(2)	28(1)	2(1)	12(1)	17(1)
Li(3)	47(2)	33(2)	30(2)	7(2)	13(2)	16(2)
Li(4)	38(2)	32(2)	39(2)	6(2)	19(2)	12(2)
O(3)	49(1)	30(1)	59(1)	-1(1)	34(1)	8(1)
O(4)	52(1)	29(1)	43(1)	5(1)	24(1)	8(1)
C(031)	55(2)	40(2)	64(2)	6(1)	37(2)	16(1)
C(032)	65(2)	49(2)	105(3)	-2(2)	48(2)	21(2)
C(033)	71(2)	37(2)	92(2)	-2(2)	46(2)	11(2)
C(034)	60(2)	35(2)	106(3)	-16(2)	47(2)	-1(1)
C(041)	66(2)	35(2)	58(2)	9(1)	22(2)	-1(1)
C(042)	139(4)	44(2)	121(4)	24(2)	-13(3)	18(2)
C(043)	134(4)	76(3)	124(4)	45(3)	-15(3)	33(3)
C(044)	73(2)	59(2)	33(1)	5(1)	14(1)	12(2)



**Tabelle 5.3.1f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **1**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.*

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
H(01A)	2135	2352	6058	59	
H(01B)	3012	2472	5788	59	
H(01C)	1224	289	5134	67	
H(01D)	793	716	5568	67	
H(01E)	2323	1195	6294	71	
H(01F)	2731	1160	5671	71	
H(01G)	1164	1103	4348	94	
H(01H)	420	1291	4635	94	
H(02A)	2835	4813	5005	73	
H(02B)	3396	4686	5775	73	
H(02C)	1368	3486	5987	82	
H(02D)	731	3560	5221	82	
H(02E)	2836	5417	6204	169	
H(02F)	2253	5524	5435	169	
H(02G)	1017	4802	5543	153	
H(02H)	1597	4711	6319	153	
H(11A)	3594	3432	1707	104	
H(11B)	4513	3805	2391	104	
H(11C)	4215	4365	1831	104	
H(13A)	4259	4222	4652	86	
H(13B)	4649	3673	5183	86	
H(13C)	3545	3543	4928	86	
H(13D)	1799	835	3068	119	
H(13E)	1226	421	2280	119	
H(13F)	824	941	2646	119	
H(14A)	3506	2101	2023	118	
H(14B)	2910	1162	1850	118	
H(14C)	3528	1556	2638	118	
H(17A)	-5055	554	1335	94	
H(17B)	-5526	917	667	94	
H(17C)	-5152	1399	1428	94	
H(19A)	1605	2355	1240	125	
H(19B)	699	1924	1468	125	
H(19C)	1097	1405	1098	125	
H(20A)	-3675	399	614	101	
H(20B)	-3054	1167	357	101	
H(20C)	-4181	781	-25	101	
H(21A)	-1702	2640	3925	125	
H(21B)	-2201	3236	4044	125	
H(21C)	-1504	3461	3599	125	
H(23A)	-951	923	2256	143	

## 5. Anhang

H(23B)	-1863	371	1625	143
H(23C)	-1470	4	2315	143
H(24A)	3494	1549	3955	107
H(24B)	3055	1813	4479	107
H(24C)	4162	1952	4733	107
H(27A)	-2202	995	3711	152
H(27B)	-1168	1263	3644	152
H(27C)	-1766	339	3625	152
H(32A)	1853	3875	1522	109
H(32B)	2536	4794	1662	109
H(32C)	1863	4464	2116	109
H(33A)	1099	4139	7919	147
H(33B)	2003	4680	7730	147
H(33C)	1656	5051	8262	147
H(33D)	-3882	2863	967	83
H(33E)	-4314	2374	204	83
H(33F)	-3187	2756	586	83
H(37A)	2420	4003	9965	148
H(37B)	1371	3767	9411	148
H(37C)	2006	4682	9711	148
H(37D)	-4504	1444	2726	126
H(37E)	-4166	1967	3464	126
H(37F)	-3698	1334	3378	126
H(38A)	-3954	37	2454	109
H(38B)	-3431	-575	2448	109
H(38C)	-3810	-207	1754	109
H(5BA)	4474	4875	3555	89
H(5BB)	3565	5114	3437	89
H(5BC)	4241	5444	2985	89
H(61A)	2010	4311	3577	37
H(62A)	-273	2512	3752	43
H(63A)	661	1897	3293	37
H(65A)	548	4006	3904	41
H(82A)	-1427	3781	2247	47
H(83A)	-182	4328	1694	58
H(84A)	-1066	1912	1403	46
H(85A)	53	3173	1181	56
H(8BA)	5151	3761	3671	103
H(8BB)	4925	2840	3455	103
H(8BC)	5530	3244	4242	103
H(9BA)	-4072	3010	2083	99
H(9BB)	-3045	3703	2403	99
H(9BC)	-3747	3475	2845	99
<hr/>				
Molekül 2				
H(03A)	-1977	2707	10035	59
H(03B)	-2858	2531	9321	59
H(03C)	-1270	4700	9434	77

## 5. Anhang

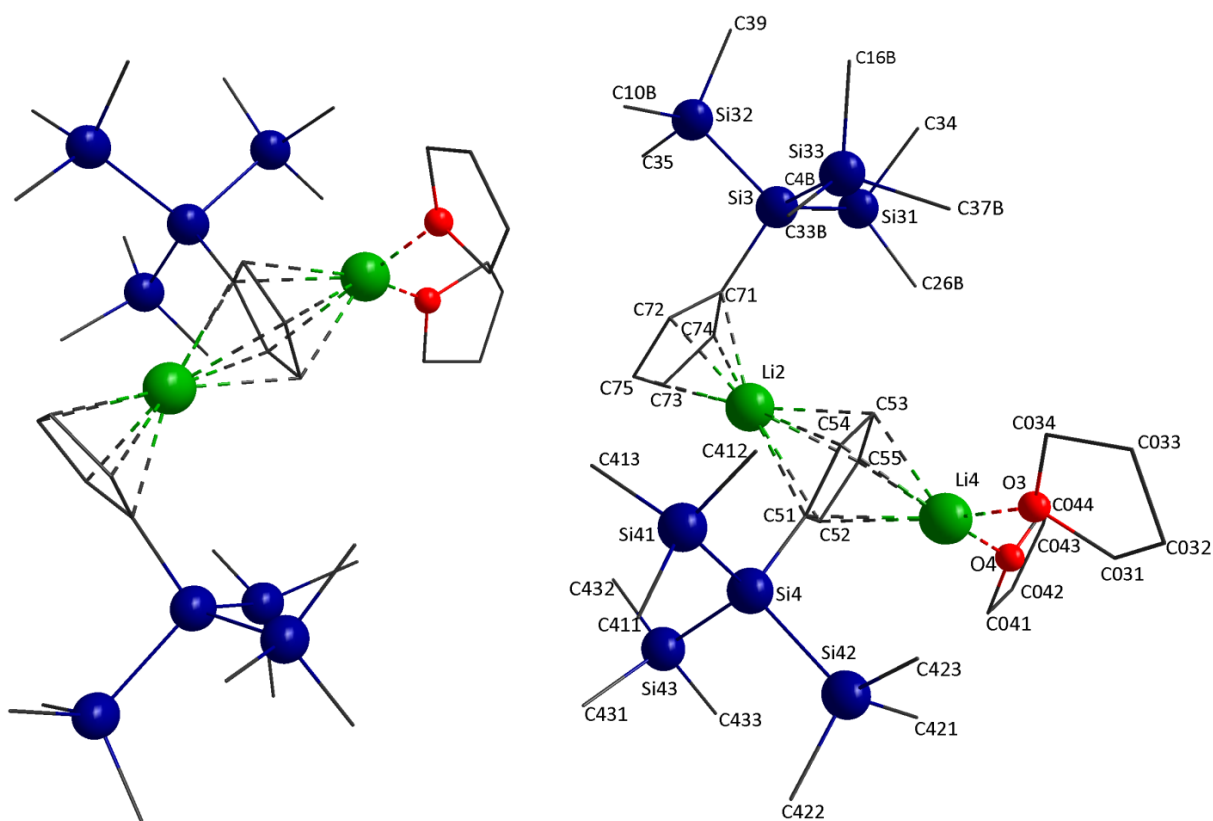
H(03D)	-779	4455	10173	77	
H(03E)	-2251	3822	10150	81	
H(03F)	-2690	3811	9321	81	
H(03G)	-818	3947	8908	81	
H(03H)	-266	3751	9651	81	
H(04A)	-2571	262	8592	70	
H(04B)	-3181	356	9060	70	
H(04C)	-759	315	10003	153	
H(04D)	-1315	372	10522	153	
H(04E)	-1182	1570	10329	72	
H(04F)	-522	1546	9881	72	
H(04G)	-2597	-327	9791	144	
H(04H)	-2028	-455	9305	144	
H(10A)	3757	4603	7567	108	
H(10B)	3137	3827	7003	108	
H(10C)	4257	4232	7160	108	
H(16A)	4127	4958	9560	108	
H(16B)	3620	5583	9316	108	
H(16C)	3971	5204	8792	108	
H(26A)	1717	2340	9805	111	
H(26B)	2128	1679	10123	111	
H(26C)	1461	1534	9325	111	
H(34A)	3764	3556	10317	101	
H(34B)	4560	3372	10102	101	
H(34C)	4100	2851	10618	101	
H(35A)	4066	2169	7992	110	
H(35B)	4457	2663	7434	110	
H(35C)	3336	2256	7278	110	
H(39A)	5206	4464	8968	87	
H(39B)	5665	4103	8516	87	
H(39C)	5307	3619	9091	87	
H(41A)	-3334	3498	5907	126	0,71766
H(41B)	-3248	3011	5289	126	0,71766
H(41C)	-2681	3954	5471	126	0,71766
H(41D)	-1586	4241	7238	114	0,71766
H(41E)	-1008	4669	6746	114	0,71766
H(41F)	-610	4138	7294	114	0,71766
H(41G)	-1408	2749	5454	144	0,71766
H(41H)	-497	3160	6136	144	0,71766
H(41I)	-886	3698	5591	144	0,71766
H(42A)	-3332	1492	8136	100	0,71766
H(42B)	-4113	850	7493	100	0,71766
H(42C)	-4418	1420	7897	100	0,71766
H(42D)	-4699	2306	6031	110	0,71766
H(42E)	-5310	1956	6523	110	0,71766
H(42F)	-5006	1380	6124	110	0,71766
H(42G)	-2764	3280	7991	99	0,71766

## 5. Anhang

H(42H)	-3865	3162	7756	99	0,71766
H(42I)	-3253	3558	7274	99	0,71766
H(43A)	-4242	1346	5112	153	0,71766
H(43B)	-4019	701	4723	153	0,71766
H(43C)	-3313	1614	4892	153	0,71766
H(43D)	-1660	1157	5611	128	0,71766
H(43E)	-2364	243	5408	128	0,71766
H(43F)	-1690	575	6198	128	0,71766
H(43G)	-4304	227	6330	132	0,71766
H(43H)	-3419	-44	6653	132	0,71766
H(43I)	-4099	-360	5862	132	0,71766
H(44A)	-3741	2175	7863	78	0,28234
H(44B)	-3328	1505	8152	78	0,28234
H(44C)	-4451	1297	7872	78	0,28234
H(44D)	-4859	2020	6301	124	0,28234
H(44E)	-5534	1155	6377	124	0,28234
H(44F)	-5042	1257	5794	124	0,28234
H(44G)	-3566	125	7153	105	0,28234
H(44H)	-4183	30	6347	105	0,28234
H(44I)	-4688	-87	6922	105	0,28234
H(45A)	-3235	3124	5413	112	0,28234
H(45B)	-3104	3981	5741	112	0,28234
H(45C)	-3866	3194	5865	112	0,28234
H(45D)	-598	3969	6984	130	0,28234
H(45E)	-1066	4556	6568	130	0,28234
H(45F)	-1037	3815	6152	130	0,28234
H(45G)	-1977	3811	7824	167	0,28234
H(45H)	-3091	3551	7406	167	0,28234
H(45I)	-2365	4393	7334	167	0,28234
H(46A)	-3938	1534	4987	140	0,28234
H(46B)	-4167	696	5286	140	0,28234
H(46C)	-3781	814	4645	140	0,28234
H(46D)	-2616	146	6072	93	0,28234
H(46E)	-1519	679	6229	93	0,28234
H(46F)	-2184	265	5454	93	0,28234
H(46G)	-1785	2605	5252	126	0,28234
H(46H)	-1608	1879	4940	126	0,28234
H(46I)	-968	2316	5713	126	0,28234
H(4B1)	2994	1245	8872	95	
H(4B2)	3601	1352	9682	95	
H(4B3)	4063	1876	9167	95	
H(52A)	-1819	761	7578	36	
H(53A)	424	2583	8904	40	
H(54A)	-526	3180	7984	36	
H(55A)	-376	1084	8642	40	
H(72A)	1251	3180	7018	47	
H(73A)	319	756	6765	58	

5. Anhang

H(74A)	1541	1257	7962	48
H(75A)	152	1945	6178	59



**Abbildung 5.1:** Molekülstruktur von **1**; Lagefehlordnungskonformer mit 72 % Anteil.

### 5.3.2 Mono[tris(trimethylsilyl)silyl]ferrocen (2)

**Tabelle 5.3.2a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 2.

Summenformel	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> FeSi <sub>4</sub>	
Molekulargewicht	432,68 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, P2 <sub>1</sub> /c	
Dimension der Elementarzelle	a = 16,1938(14) Å	α = 90°
	b = 9,3847(8) Å	β = 92,761(2)°
	c = 32,830(3) Å	γ = 90°
Volumen	4983,5(7) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	8; 1,153 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	0,798 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	1856	
Messbereich	2,48° ≤ θ ≤ 28,09°	
Messbereich des reziproken Raumes	-21 ≤ h ≤ 21; -12 ≤ k ≤ 12; -43 ≤ l ≤ 41	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	98486 / 12015 [R <sub>int</sub> = 0,2886]	
Vollständigkeit bis θ = 28,09°	98,9 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	12015 / 568 / 632	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,722	
Gütefaktoren [ >2σ(I)]	R1 = 0,0442, wR2 = 0,0524	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,1886, wR2 = 0,0718	
Max. / min. Restelektronendichte	0,300 e/Å <sup>3</sup> und -0,276 e/Å <sup>3</sup>	

**Tabelle 5.3.2b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung 2.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
Fe(1)	3699(1)	6215(1)	2270(1)	35(1)	
Si(1)	3800(1)	4583(1)	1271(1)	32(1)	
Si(11)	4882(1)	3215(1)	1020(1)	38(1)	
C(111)	5205(2)	1872(4)	1421(1)	58(1)	
C(112)	5772(2)	4409(4)	920(1)	63(1)	
C(113)	4576(2)	2226(3)	537(1)	52(1)	
Si(12)	2598(1)	3181(1)	1250(1)	45(1)	
C(121)	2840(2)	1327(4)	1431(1)	70(1)	
C(122)	2170(2)	3086(5)	708(1)	80(2)	
C(123)	1778(2)	3907(4)	1573(1)	62(1)	
Si(13)	3622(1)	6633(1)	858(1)	49(1)	
C(131)	2566(2)	7425(4)	880(1)	73(1)	
C(132)	3765(2)	6117(4)	315(1)	72(1)	
C(133)	4398(2)	8031(4)	1006(1)	74(1)	
C(1A1)	4149(2)	4954(4)	1818(1)	31(1)	
C(1A2)	4762(2)	5951(4)	1966(1)	37(1)	
C(1A3)	4906(2)	5762(4)	2392(1)	44(1)	
C(1A4)	4414(2)	4625(4)	2510(1)	43(1)	
C(1A5)	3944(2)	4124(3)	2168(1)	35(1)	
C(1B1)	2640(3)	7215(5)	2061(1)	58(1)	
C(1B2)	3267(3)	8226(4)	2165(1)	62(1)	
C(1B3)	3503(2)	8049(4)	2581(1)	46(1)	
C(1B4)	3021(2)	6937(4)	2730(1)	44(1)	
C(1B5)	2492(2)	6421(4)	2414(1)	51(1)	
Molekül 2					
Fe(2)	1617(1)	11375(1)	3014(1)	55(1)	
Si(2)	1323(1)	13252(1)	3968(1)	29(1)	
Si(2A)	2416(10)	14349(17)	4371(5)	35(2)	0,420(8)
C(211)	2116(17)	15090(30)	4869(6)	79(8)	0,420(8)
C(212)	3232(15)	12950(20)	4468(9)	68(6)	0,420(8)
C(213)	2847(12)	15824(19)	4066(7)	71(6)	0,420(8)
Si(2B)	2294(8)	14590(14)	4345(4)	51(3)	0,580(8)
C(214)	1961(12)	15060(20)	4873(4)	77(5)	0,580(8)
C(215)	3296(11)	13599(16)	4394(7)	93(6)	0,580(8)
C(216)	2492(10)	16339(15)	4091(6)	94(5)	0,580(8)
Si(2C)	602(7)	11798(9)	4388(4)	41(2)	0,420(8)
C(221)	-128(12)	10652(15)	4066(7)	65(5)	0,420(8)
C(222)	1328(12)	10610(20)	4698(6)	64(5)	0,420(8)
C(223)	-31(15)	12860(20)	4744(6)	81(6)	0,420(8)
Si(2D)	810(5)	11374(7)	4372(3)	46(1)	0,580(8)
C(224)	144(10)	10089(13)	4067(5)	101(6)	0,580(8)

## 5. Anhang

C(225)	1677(10)	10318(19)	4637(5)	87(5)	0,580(8)
C(226)	183(11)	12220(17)	4769(5)	87(5)	0,580(8)
Si(2E)	398(8)	14988(12)	3691(3)	47(2)	0,580(8)
C(231)	-668(12)	14270(20)	3574(7)	70(5)	0,580(8)
C(232)	783(15)	15785(19)	3208(4)	67(4)	0,580(8)
C(233)	304(9)	16457(12)	4072(3)	97(4)	0,580(8)
Si(2F)	242(12)	14734(17)	3749(5)	54(3)	0,420(8)
C(234)	-688(17)	13710(30)	3549(10)	79(8)	0,420(8)
C(235)	580(20)	16000(30)	3346(6)	85(7)	0,420(8)
C(236)	-78(12)	15809(15)	4192(5)	87(6)	0,420(8)
C(2A1)	1915(14)	12274(15)	3582(6)	37(2)	0,580(8)
C(2A2)	2373(6)	12812(10)	3257(3)	45(2)	0,580(8)
C(2A3)	2823(6)	11698(10)	3074(3)	49(2)	0,580(8)
C(2A4)	2644(5)	10415(10)	3290(2)	52(2)	0,580(8)
C(2A5)	2076(5)	10744(10)	3593(3)	45(2)	0,580(8)
C(2A6)	1920(20)	12520(20)	3543(8)	40(2)	0,420(8)
C(2A7)	2199(9)	13376(14)	3204(4)	48(3)	0,420(8)
C(2A8)	2772(7)	12541(13)	2992(4)	55(3)	0,420(8)
C(2A9)	2857(10)	11186(15)	3183(4)	53(3)	0,420(8)
C(2A0)	2357(7)	11194(15)	3524(4)	46(2)	0,420(8)
C(2B1)	1355(8)	10908(14)	2416(4)	54(2)	0,580(8)
C(2B2)	1158(8)	9666(12)	2645(4)	54(2)	0,580(8)
C(2B3)	547(8)	10084(15)	2925(3)	55(2)	0,580(8)
C(2B4)	387(9)	11523(13)	2862(4)	57(2)	0,580(8)
C(2B5)	848(8)	12080(15)	2556(4)	55(2)	0,580(8)
C(2B6)	1182(11)	11520(19)	2414(5)	53(3)	0,420(8)
C(2B7)	1389(10)	10140(20)	2530(5)	54(3)	0,420(8)
C(2B8)	909(10)	9825(17)	2862(6)	53(2)	0,420(8)
C(2B9)	400(12)	11000(20)	2957(5)	50(3)	0,420(8)
C(2B0)	575(10)	12060(20)	2680(5)	52(3)	0,420(8)

**Tabelle 5.3.2c:** Bindungslängen in Å von Verbindung 2.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Molekül 1		Si(2)-C(2A1)	1,869(11)
Fe(1)-C(1A1)	2,060(3)	Si(2)-C(2A6)	1,866(16)
Fe(1)-C(1A2)	2,046(3)	Si(2)-Si(2A)	2,390(15)
Fe(1)-C(1A3)	2,021(3)	Si(2)-Si(2B)	2,322(12)
Fe(1)-C(1A4)	2,026(3)	Si(2)-Si(2C)	2,296(12)
Fe(1)-C(1A5)	2,033(3)	Si(2)-Si(2D)	2,377(8)
Fe(1)-C(1B1)	2,044(4)	Si(2)-Si(2E)	2,366(14)
Fe(1)-C(1B2)	2,035(4)	Si(2)-Si(2F)	2,32(2)
Fe(1)-C(1B3)	2,034(3)	Si(2A)-C(211)	1,864(11)
Fe(1)-C(1B4)	2,027(3)	Si(2A)-C(212)	1,881(11)



## 5. Anhang

Fe(1)-C(1B5)	2,043(3)	Si(2A)-C(213)	1,863(11)
Si(1)-Si(11)	2,3527(14)	Si(2B)-C(214)	1,893(9)
Si(1)-Si(12)	2,3477(14)	Si(2B)-C(215)	1,870(10)
Si(1)-Si(13)	2,3630(14)	Si(2B)-C(216)	1,876(9)
Si(11)-C(111)	1,879(3)	Si(2C)-C(221)	1,884(11)
Si(11)-C(112)	1,867(3)	Si(2C)-C(222)	1,885(10)
Si(11)-C(113)	1,881(3)	Si(2C)-C(223)	1,877(10)
Si(12)-C(121)	1,874(4)	Si(2D)-C(224)	1,875(9)
Si(12)-C(122)	1,882(3)	Si(2D)-C(225)	1,897(8)
Si(12)-C(123)	1,867(3)	Si(2D)-C(226)	1,867(8)
Si(13)-C(131)	1,870(3)	Si(2E)-C(231)	1,876(9)
Si(13)-C(132)	1,873(3)	Si(2E)-C(232)	1,885(8)
Si(13)-C(133)	1,864(3)	Si(2E)-C(233)	1,873(9)
C(1A1)-Si(1)	1,889(3)	Si(2F)-C(234)	1,880(11)
C(1A1)-C(1A2)	1,432(4)	Si(2F)-C(235)	1,883(11)
C(1A1)-C(1A5)	1,440(4)	Si(2F)-C(236)	1,864(11)
C(1A2)-C(1A3)	1,417(4)	C(2A1)-C(2A2)	1,419(9)
C(1A3)-C(1A4)	1,397(4)	C(2A1)-C(2A5)	1,459(9)
C(1A4)-C(1A5)	1,409(4)	C(2A2)-C(2A3)	1,424(9)
C(1B1)-C(1B2)	1,419(5)	C(2A3)-C(2A4)	1,433(9)
C(1B1)-C(1B5)	1,407(5)	C(2A4)-C(2A5)	1,421(8)
C(1B2)-C(1B3)	1,410(4)	C(2A6)-C(2A7)	1,461(11)
C(1B3)-C(1B4)	1,406(4)	C(2A6)-C(2A0)	1,437(12)
C(1B4)-C(1B5)	1,400(4)	C(2A7)-C(2A8)	1,422(11)
Molekül 2			
Fe(2)-C(2A2)	1,964(11)	C(2A8)-C(2A9)	1,421(12)
Fe(2)-C(2A3)	1,976(11)	C(2A9)-C(2A0)	1,413(11)
Fe(2)-C(2A4)	2,062(7)	C(2B1)-C(2B2)	1,431(13)
Fe(2)-C(2A9)	2,063(16)	C(2B1)-C(2B5)	1,459(14)
Fe(2)-C(2A0)	2,019(13)	C(2B2)-C(2B3)	1,436(13)
Fe(2)-C(2B1)	2,037(11)	C(2B3)-C(2B4)	1,389(14)
Fe(2)-C(2B4)	2,036(13)	C(2B4)-C(2B5)	1,383(14)
Fe(2)-C(2B5)	2,018(11)	C(2B6)-C(2B7)	1,386(18)
Fe(2)-C(2B6)	2,066(16)	C(2B6)-C(2B0)	1,439(19)
Fe(2)-C(2B7)	1,987(15)	C(2B7)-C(2B8)	1,401(19)
Fe(2)-C(2B8)	1,905(15)	C(2B8)-C(2B9)	1,42(2)
		C(2B9)-C(2B0)	1,385(19)

**Tabelle 5.3.2d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung 2.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
Molekül 1			
Si(1)-C(1A1)-Fe(1)	133,69(17)	C(233)-Si(2E)-Si(2)	108,6(7)
Si(11)-Si(1)-Si(13)	108,40(5)	C(234)-Si(2F)-C(235)	109,6(11)
Si(12)-Si(1)-Si(11)	108,31(5)	C(234)-Si(2F)-Si(2)	112,3(13)
		C(235)-Si(2F)-Si(2)	110,8(12)

## 5. Anhang

Si(12)-Si(1)-Si(13)	111,20(6)	C(236)-Si(2F)-C(234)	107,6(10)
C(111)-Si(11)-C(113)	108,20(16)	C(236)-Si(2F)-C(235)	108,0(9)
C(111)-Si(11)-Si(1)	107,92(11)	C(236)-Si(2F)-Si(2)	108,4(10)
C(112)-Si(11)-C(111)	109,47(16)	C(2A0)-C(2A6)-C(2A7)	105,7(9)
C(112)-Si(11)-C(113)	108,85(16)	C(2A0)-C(2A6)-Fe(2)	67,3(11)
C(112)-Si(11)-Si(1)	109,15(12)	C(2A0)-C(2A6)-Si(2)	128,7(12)
C(113)-Si(11)-Si(1)	113,21(11)	C(2A0)-C(2A9)-C(2A8)	107,4(10)
C(121)-Si(12)-C(122)	108,54(18)	C(2A0)-C(2A9)-Fe(2)	68,1(8)
C(121)-Si(12)-Si(1)	110,53(12)	C(2A0)-Fe(2)-C(2A4)	33,4(4)
C(122)-Si(12)-Si(1)	108,73(13)	C(2A0)-Fe(2)-C(2A9)	40,5(3)
C(123)-Si(12)-C(121)	107,58(17)	C(2A0)-Fe(2)-C(2B1)	150,4(5)
C(123)-Si(12)-C(122)	108,37(16)	C(2A0)-Fe(2)-C(2B4)	138,1(5)
C(123)-Si(12)-Si(1)	112,99(12)	C(2A0)-Fe(2)-C(2B6)	163,5(6)
C(131)-Si(13)-C(132)	107,17(17)	C(2A1)-C(2A2)-C(2A3)	110,6(7)
C(131)-Si(13)-Si(1)	112,79(12)	C(2A1)-C(2A2)-Fe(2)	73,9(10)
C(132)-Si(13)-Si(1)	108,55(13)	C(2A1)-C(2A5)-Fe(2)	69,1(9)
C(133)-Si(13)-C(131)	108,46(18)	C(2A1)-Si(2)-Si(2A)	101,4(9)
C(133)-Si(13)-C(132)	108,52(18)	C(2A1)-Si(2)-Si(2B)	105,7(9)
C(133)-Si(13)-Si(1)	111,19(13)	C(2A1)-Si(2)-Si(2C)	114,1(5)
C(1A1)-C(1A2)-Fe(1)	70,09(19)	C(2A1)-Si(2)-Si(2D)	102,7(5)
C(1A1)-C(1A5)-Fe(1)	70,39(18)	C(2A1)-Si(2)-Si(2E)	114,3(6)
C(1A1)-Si(1)-Si(11)	103,87(11)	C(2A1)-Si(2)-Si(2F)	119,1(8)
C(1A1)-Si(1)-Si(12)	109,93(12)	C(2A2)-C(2A1)-C(2A5)	105,6(7)
C(1A1)-Si(1)-Si(13)	114,70(11)	C(2A2)-C(2A1)-Fe(2)	65,1(8)
C(1A2)-C(1A1)-C(1A5)	105,4(3)	C(2A2)-C(2A1)-Si(2)	129,7(9)
C(1A2)-C(1A1)-Fe(1)	69,10(18)	C(2A2)-C(2A3)-C(2A4)	106,8(7)
C(1A2)-C(1A1)-Si(1)	127,9(3)	C(2A2)-C(2A3)-Fe(2)	68,4(6)
C(1A2)-C(1A3)-Fe(1)	70,58(19)	C(2A2)-Fe(2)-C(2A0)	52,3(5)
C(1A2)-Fe(1)-C(1A1)	40,81(11)	C(2A2)-Fe(2)-C(2A3)	42,4(3)
C(1A3)-C(1A2)-C(1A1)	109,3(3)	C(2A2)-Fe(2)-C(2A4)	69,4(3)
C(1A3)-C(1A2)-Fe(1)	68,65(19)	C(2A2)-Fe(2)-C(2A9)	51,0(4)
C(1A3)-C(1A4)-C(1A5)	109,0(3)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B1)	129,5(5)
C(1A3)-C(1A4)-Fe(1)	69,6(2)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B4)	129,5(4)
C(1A3)-Fe(1)-C(1A1)	69,42(13)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B5)	115,3(4)
C(1A3)-Fe(1)-C(1A2)	40,77(11)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B6)	121,3(6)
C(1A3)-Fe(1)-C(1A4)	40,40(12)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B7)	144,4(6)
C(1A3)-Fe(1)-C(1A5)	68,59(13)	C(2A2)-Fe(2)-C(2B9)	138,6(6)
C(1A3)-Fe(1)-C(1B1)	161,94(18)	C(2A3)-C(2A2)-Fe(2)	69,3(6)
C(1A3)-Fe(1)-C(1B2)	123,35(17)	C(2A3)-C(2A4)-Fe(2)	66,0(5)
C(1A3)-Fe(1)-C(1B3)	104,61(15)	C(2A3)-Fe(2)-C(2A0)	52,2(4)
C(1A3)-Fe(1)-C(1B4)	118,46(15)	C(2A3)-Fe(2)-C(2A4)	41,5(2)
C(1A3)-Fe(1)-C(1B5)	154,33(16)	C(2A3)-Fe(2)-C(2A9)	16,9(4)
C(1A4)-C(1A3)-C(1A2)	107,6(3)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B1)	106,7(4)
C(1A4)-C(1A3)-Fe(1)	70,0(2)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B4)	164,7(4)
C(1A4)-C(1A5)-C(1A1)	108,6(3)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B5)	126,5(4)
C(1A4)-C(1A5)-Fe(1)	69,40(19)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B6)	112,0(6)
C(1A4)-Fe(1)-C(1A1)	69,00(13)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B7)	108,3(6)

## 5. Anhang

C(1A4)-Fe(1)-C(1A2)	67,80(14)	C(2A3)-Fe(2)-C(2B9)	178,7(6)
C(1A4)-Fe(1)-C(1A5)	40,62(11)	C(2A4)-C(2A3)-Fe(2)	72,5(5)
C(1A4)-Fe(1)-C(1B1)	157,44(18)	C(2A4)-C(2A5)-C(2A1)	108,5(7)
C(1A4)-Fe(1)-C(1B2)	159,07(18)	C(2A4)-C(2A5)-Fe(2)	68,9(4)
C(1A4)-Fe(1)-C(1B3)	121,88(15)	C(2A4)-Fe(2)-C(2A9)	24,7(3)
C(1A4)-Fe(1)-C(1B4)	106,00(15)	C(2A4)-Fe(2)-C(2B6)	132,7(6)
C(1A4)-Fe(1)-C(1B5)	121,00(17)	C(2A5)-C(2A1)-Fe(2)	69,9(8)
C(1A5)-C(1A1)-Fe(1)	68,42(18)	C(2A5)-C(2A1)-Si(2)	124,3(7)
C(1A5)-C(1A1)-Si(1)	126,1(3)	C(2A5)-C(2A4)-C(2A3)	108,4(7)
C(1A5)-C(1A4)-Fe(1)	69,98(19)	C(2A5)-C(2A4)-Fe(2)	71,1(4)
C(1A5)-Fe(1)-C(1A1)	41,19(11)	C(2A6)-C(2A0)-Fe(2)	71,7(15)
C(1A5)-Fe(1)-C(1A2)	68,12(13)	C(2A6)-C(2A7)-Fe(2)	66,3(13)
C(1A5)-Fe(1)-C(1B1)	123,69(16)	C(2A6)-Si(2)-C(2A1)	8,1(9)
C(1A5)-Fe(1)-C(1B2)	159,17(16)	C(2A6)-Si(2)-Si(2A)	100,2(13)
C(1A5)-Fe(1)-C(1B3)	159,41(15)	C(2A6)-Si(2)-Si(2B)	103,7(13)
C(1A5)-Fe(1)-C(1B5)	109,01(15)	C(2A6)-Si(2)-Si(2C)	121,8(7)
C(1B1)-C(1B2)-Fe(1)	70,0(2)	C(2A6)-Si(2)-Si(2D)	110,6(6)
C(1B1)-C(1B5)-Fe(1)	69,9(2)	C(2A6)-Si(2)-Si(2E)	107,7(8)
C(1B1)-Fe(1)-C(1A1)	110,06(14)	C(2A6)-Si(2)-Si(2F)	113,3(10)
C(1B1)-Fe(1)-C(1A2)	127,17(16)	C(2A7)-C(2A6)-Fe(2)	73,6(12)
C(1B2)-C(1B1)-Fe(1)	69,3(2)	C(2A7)-C(2A6)-Si(2)	124,0(11)
C(1B2)-C(1B3)-Fe(1)	69,8(2)	C(2A7)-C(2A8)-Fe(2)	71,2(7)
C(1B2)-Fe(1)-C(1A1)	122,77(15)	C(2A8)-C(2A7)-C(2A6)	107,7(9)
C(1B2)-Fe(1)-C(1A2)	108,65(15)	C(2A8)-C(2A7)-Fe(2)	70,6(7)
C(1B2)-Fe(1)-C(1B1)	40,72(14)	C(2A8)-C(2A9)-Fe(2)	74,5(8)
C(1B2)-Fe(1)-C(1B5)	68,09(16)	C(2A9)-C(2A0)-C(2A6)	109,9(10)
C(1B3)-C(1B2)-C(1B1)	108,1(4)	C(2A9)-C(2A0)-Fe(2)	71,4(8)
C(1B3)-C(1B2)-Fe(1)	69,7(2)	C(2A9)-C(2A8)-C(2A7)	109,2(9)
C(1B3)-C(1B4)-Fe(1)	70,0(2)	C(2A9)-C(2A8)-Fe(2)	66,4(8)
C(1B3)-Fe(1)-C(1A1)	156,57(15)	C(2A9)-Fe(2)-C(2B6)	123,0(6)
C(1B3)-Fe(1)-C(1A2)	120,19(15)	C(2B0)-C(2B6)-Fe(2)	69,8(9)
C(1B3)-Fe(1)-C(1B1)	68,34(15)	C(2B0)-C(2B9)-C(2B8)	105,9(16)
C(1B3)-Fe(1)-C(1B2)	40,54(13)	C(2B0)-C(2B9)-Fe(2)	72,8(10)
C(1B3)-Fe(1)-C(1B5)	68,24(15)	C(2B1)-C(2B2)-C(2B3)	106,9(10)
C(1B4)-C(1B3)-C(1B2)	107,2(4)	C(2B1)-C(2B2)-Fe(2)	66,7(5)
C(1B4)-C(1B3)-Fe(1)	69,5(2)	C(2B1)-C(2B5)-Fe(2)	69,6(6)
C(1B4)-C(1B5)-C(1B1)	107,7(4)	C(2B1)-Fe(2)-C(2A4)	117,1(4)
C(1B4)-C(1B5)-Fe(1)	69,3(2)	C(2B1)-Fe(2)-C(2A9)	113,3(5)
C(1B4)-Fe(1)-C(1A1)	162,34(15)	C(2B1)-Fe(2)-C(2B4)	67,7(5)
C(1B4)-Fe(1)-C(1A2)	154,56(15)	C(2B1)-Fe(2)-C(2B6)	17,9(4)
C(1B4)-Fe(1)-C(1A5)	124,22(15)	C(2B2)-C(2B1)-C(2B5)	107,8(10)
C(1B4)-Fe(1)-C(1B1)	67,70(14)	C(2B2)-C(2B1)-Fe(2)	73,2(6)
C(1B4)-Fe(1)-C(1B2)	67,84(15)	C(2B2)-C(2B3)-Fe(2)	70,3(5)
C(1B4)-Fe(1)-C(1B3)	40,51(12)	C(2B3)-C(2B2)-Fe(2)	70,2(6)
C(1B4)-Fe(1)-C(1B5)	40,25(12)	C(2B3)-C(2B4)-Fe(2)	73,9(7)
C(1B5)-C(1B1)-C(1B2)	107,8(4)	C(2B4)-C(2B3)-C(2B2)	107,5(11)
C(1B5)-C(1B1)-Fe(1)	69,8(2)	C(2B4)-C(2B3)-Fe(2)	67,2(7)

## 5. Anhang

C(1B5)-C(1B4)-C(1B3)	109,2(3)	C(2B4)-C(2B5)-C(2B1)	106,0(11)
C(1B5)-C(1B4)-Fe(1)	70,5(2)	C(2B4)-C(2B5)-Fe(2)	70,8(7)
C(1B5)-Fe(1)-C(1A1)	126,69(14)	C(2B4)-Fe(2)-C(2A4)	153,7(4)
C(1B5)-Fe(1)-C(1A2)	164,05(15)	C(2B4)-Fe(2)-C(2A9)	178,3(5)
C(1B5)-Fe(1)-C(1B1)	40,28(13)	C(2B4)-Fe(2)-C(2B6)	58,4(5)
<hr/> Molekül 2 <hr/>			
Si(2)-C(2A1)-Fe(2)	134,7(13)	C(2B5)-C(2B1)-Fe(2)	68,2(5)
Si(2)-C(2A6)-Fe(2)	135,0(19)	C(2B5)-C(2B4)-C(2B3)	111,8(12)
Si(2B)-Si(2)-Si(2A)	7,3(8)	C(2B5)-C(2B4)-Fe(2)	69,3(7)
Si(2B)-Si(2)-Si(2D)	110,5(4)	C(2B5)-Fe(2)-C(2A0)	165,1(6)
Si(2B)-Si(2)-Si(2E)	103,5(4)	C(2B5)-Fe(2)-C(2A4)	157,8(5)
Si(2B)-Si(2)-Si(2F)	108,8(5)	C(2B5)-Fe(2)-C(2A9)	141,8(5)
Si(2C)-Si(2)-Si(2A)	108,0(5)	C(2B5)-Fe(2)-C(2B1)	42,2(4)
Si(2C)-Si(2)-Si(2B)	110,7(4)	C(2B5)-Fe(2)-C(2B4)	39,9(4)
Si(2C)-Si(2)-Si(2D)	12,8(3)	C(2B5)-Fe(2)-C(2B6)	25,5(4)
Si(2C)-Si(2)-Si(2E)	108,0(4)	C(2B6)-C(2B0)-Fe(2)	69,5(9)
Si(2C)-Si(2)-Si(2F)	98,3(4)	C(2B6)-C(2B7)-C(2B8)	106,0(14)
Si(2D)-Si(2)-Si(2A)	106,3(4)	C(2B6)-C(2B7)-Fe(2)	73,1(9)
Si(2E)-Si(2)-Si(2A)	110,8(5)	C(2B7)-C(2B6)-C(2B0)	108,9(15)
Si(2E)-Si(2)-Si(2D)	119,5(3)	C(2B7)-C(2B6)-Fe(2)	66,9(8)
Si(2F)-Si(2)-Si(2A)	116,1(6)	C(2B7)-C(2B8)-C(2B9)	110,9(15)
Si(2F)-Si(2)-Si(2D)	109,8(4)	C(2B7)-C(2B8)-Fe(2)	72,1(8)
Si(2F)-Si(2)-Si(2E)	9,8(6)	C(2B7)-Fe(2)-C(2A0)	134,0(7)
C(211)-Si(2A)-C(212)	108,9(11)	C(2B7)-Fe(2)-C(2A4)	102,2(6)
C(211)-Si(2A)-Si(2)	115,4(11)	C(2B7)-Fe(2)-C(2A9)	107,8(6)
C(212)-Si(2A)-Si(2)	106,8(11)	C(2B7)-Fe(2)-C(2B1)	23,2(4)
C(213)-Si(2A)-C(211)	108,2(10)	C(2B7)-Fe(2)-C(2B4)	72,6(6)
C(213)-Si(2A)-C(212)	109,3(8)	C(2B7)-Fe(2)-C(2B5)	60,7(5)
C(213)-Si(2A)-Si(2)	108,1(10)	C(2B7)-Fe(2)-C(2B6)	39,9(5)
C(214)-Si(2B)-Si(2)	113,4(8)	C(2B7)-Fe(2)-C(2B9)	71,2(7)
C(215)-Si(2B)-C(214)	108,8(9)	C(2B8)-C(2B7)-Fe(2)	65,8(8)
C(215)-Si(2B)-C(216)	107,9(7)	C(2B8)-C(2B9)-Fe(2)	65,1(9)
C(215)-Si(2B)-Si(2)	109,8(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2A0)	118,6(6)
C(216)-Si(2B)-C(214)	105,5(8)	C(2B8)-Fe(2)-C(2A2)	170,6(6)
C(216)-Si(2B)-Si(2)	111,2(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2A3)	136,3(6)
C(221)-Si(2C)-C(222)	108,8(8)	C(2B8)-Fe(2)-C(2A4)	104,1(5)
C(221)-Si(2C)-Si(2)	109,1(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2A9)	124,8(6)
C(222)-Si(2C)-Si(2)	110,7(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B1)	59,2(5)
C(223)-Si(2C)-C(221)	107,8(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B4)	54,4(5)
C(223)-Si(2C)-C(222)	108,8(7)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B5)	73,3(6)
C(223)-Si(2C)-Si(2)	111,6(9)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B6)	68,1(7)
C(224)-Si(2D)-C(225)	107,7(6)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B7)	42,1(5)
C(224)-Si(2D)-Si(2)	112,8(6)	C(2B8)-Fe(2)-C(2B9)	42,5(5)
C(225)-Si(2D)-Si(2)	111,8(7)	C(2B9)-C(2B0)-C(2B6)	108,3(17)
C(226)-Si(2D)-C(224)	109,1(7)	C(2B9)-C(2B0)-Fe(2)	67,5(10)
C(226)-Si(2D)-C(225)	108,5(5)	C(2B9)-C(2B8)-Fe(2)	72,4(9)
C(226)-Si(2D)-Si(2)	106,9(6)	C(2B9)-Fe(2)-C(2A0)	127,2(5)
		C(2B9)-Fe(2)-C(2A4)	137,2(5)

## 5. Anhang

C(231)-Si(2E)-C(232)	108,1(7)	C(2B9)-Fe(2)-C(2A9)	161,8(6)
C(231)-Si(2E)-Si(2)	113,0(9)	C(2B9)-Fe(2)-C(2B1)	73,3(6)
C(232)-Si(2E)-Si(2)	111,6(9)	C(2B9)-Fe(2)-C(2B4)	16,5(4)
C(233)-Si(2E)-C(231)	107,3(7)	C(2B9)-Fe(2)-C(2B5)	54,4(5)
C(233)-Si(2E)-C(232)	108,0(6)	C(2B9)-Fe(2)-C(2B6)	68,5(7)

**Tabelle 5.3.2e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 2.

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Molekül 1						
Fe(1)	42(1)	31(1)	33(1)	-3(1)	2(1)	6(1)
Si(1)	33(1)	31(1)	33(1)	-2(1)	1(1)	2(1)
Si(11)	39(1)	35(1)	41(1)	-8(1)	3(1)	4(1)
C(111)	61(3)	60(3)	53(3)	-7(2)	-7(2)	22(2)
C(112)	39(3)	51(3)	99(3)	-19(2)	19(2)	2(2)
C(113)	67(3)	47(3)	42(3)	-8(2)	2(2)	14(2)
Si(12)	39(1)	58(1)	38(1)	-6(1)	-2(1)	-10(1)
C(121)	71(3)	49(3)	92(3)	-2(3)	15(3)	-28(3)
C(122)	60(3)	135(4)	44(3)	-21(3)	-7(2)	-25(3)
C(123)	36(3)	90(4)	59(3)	-8(3)	2(2)	-12(3)
Si(13)	61(1)	42(1)	45(1)	11(1)	14(1)	14(1)
C(131)	83(4)	70(3)	66(3)	27(2)	9(3)	37(3)
C(132)	98(4)	69(3)	50(3)	10(2)	14(2)	17(3)
C(133)	101(4)	34(3)	89(3)	11(2)	29(3)	-8(3)
C(1A1)	27(2)	29(2)	36(2)	-5(2)	4(2)	1(2)
C(1A2)	38(2)	36(3)	39(2)	-8(2)	6(2)	3(2)
C(1A3)	39(3)	38(3)	53(3)	-16(2)	-9(2)	-1(2)
C(1A4)	53(3)	36(3)	39(3)	-5(2)	-13(2)	8(2)
C(1A5)	43(3)	27(2)	34(2)	2(2)	-8(2)	7(2)
C(1B1)	62(3)	72(4)	39(3)	-11(3)	-3(2)	39(3)
C(1B2)	90(4)	38(3)	61(3)	14(3)	30(3)	33(3)
C(1B3)	53(3)	32(3)	55(3)	-11(2)	14(2)	9(2)
C(1B4)	54(3)	44(3)	35(2)	-5(2)	11(2)	-1(2)
C(1B5)	39(3)	65(3)	49(3)	-15(3)	3(2)	3(2)
Molekül 2						
Fe(2)	50(1)	80(1)	34(1)	-22(1)	-5(1)	14(1)
Si(2)	31(1)	31(1)	26(1)	-2(1)	5(1)	0(1)
Si(2A)	34(4)	40(4)	31(3)	-10(3)	-2(3)	-14(4)
C(211)	61(11)	86(18)	93(15)	7(12)	40(11)	24(11)
C(212)	39(9)	91(16)	70(10)	-20(12)	-23(7)	9(11)
C(213)	60(14)	77(14)	76(10)	-5(10)	4(9)	-52(10)
Si(2B)	49(4)	56(4)	47(3)	-8(3)	-1(3)	-3(3)
C(214)	103(11)	88(13)	39(7)	-40(7)	-18(6)	-25(9)
C(215)	58(7)	97(12)	121(14)	-51(11)	-24(7)	1(9)

## 5. Anhang

C(216)	103(14)	64(9)	116(9)	0(8)	23(10)	-45(8)
Si(2C)	62(5)	26(4)	35(2)	-2(3)	10(3)	-6(3)
C(221)	79(11)	24(9)	91(10)	14(8)	-6(7)	-37(8)
C(222)	113(13)	40(11)	39(9)	8(7)	-11(9)	-7(8)
C(223)	105(14)	90(17)	54(9)	4(8)	58(8)	0(9)
Si(2D)	75(4)	30(3)	34(2)	5(2)	5(2)	-13(2)
C(224)	177(15)	52(10)	70(7)	21(7)	-39(8)	-69(10)
C(225)	159(14)	55(8)	43(7)	16(6)	-19(8)	26(8)
C(226)	91(10)	109(14)	64(7)	0(8)	45(7)	-25(8)
Si(2E)	48(4)	52(4)	41(3)	2(3)	3(2)	18(3)
C(231)	39(6)	96(13)	76(9)	22(8)	5(6)	25(7)
C(232)	85(9)	63(7)	53(8)	31(6)	5(7)	3(7)
C(233)	147(13)	64(9)	78(8)	-17(6)	-5(7)	53(8)
Si(2F)	60(7)	42(4)	61(6)	3(4)	0(4)	15(4)
C(234)	28(8)	110(20)	100(13)	-3(12)	-5(8)	20(11)
C(235)	110(19)	77(13)	66(13)	37(11)	-24(10)	3(11)
C(236)	125(17)	55(11)	84(10)	-1(7)	26(9)	56(10)
C(2A1)	37(3)	53(5)	22(4)	-9(4)	-1(3)	7(4)
C(2A2)	34(4)	64(5)	38(4)	-14(4)	3(3)	8(4)
C(2A3)	44(4)	67(6)	37(4)	-8(4)	4(3)	24(5)
C(2A4)	48(4)	71(5)	36(4)	-13(4)	-4(3)	26(4)
C(2A5)	47(5)	60(5)	28(4)	-17(3)	-2(3)	14(4)
C(2A6)	39(4)	56(5)	26(4)	-9(4)	2(4)	7(4)
C(2A7)	38(5)	67(6)	39(5)	-13(5)	14(4)	4(5)
C(2A8)	46(4)	76(6)	44(5)	-20(5)	13(4)	5(5)
C(2A9)	43(4)	77(6)	39(5)	-17(5)	7(4)	16(5)
C(2A0)	39(5)	67(6)	32(4)	-15(4)	-1(4)	12(4)
C(2B1)	69(5)	55(6)	36(4)	-15(4)	-4(3)	7(5)
C(2B2)	70(5)	50(4)	40(5)	-19(4)	-4(4)	3(4)
C(2B3)	63(5)	55(5)	48(4)	-19(4)	-2(4)	-2(5)
C(2B4)	63(4)	58(5)	48(5)	-15(4)	-11(4)	4(5)
C(2B5)	64(5)	58(4)	41(5)	-11(4)	-16(4)	12(4)
C(2B6)	64(5)	58(6)	37(4)	-9(5)	-6(4)	8(5)
C(2B7)	65(5)	53(6)	43(5)	-16(5)	2(4)	6(5)
C(2B8)	62(6)	47(5)	48(5)	-13(4)	-4(5)	-1(5)
C(2B9)	57(5)	50(6)	42(5)	-9(5)	-9(4)	0(5)
C(2B0)	59(5)	57(5)	39(6)	-4(4)	-8(4)	11(5)

**Tabelle 5.3.2f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **2**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.*

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
H(11A)	4737	1247	1474	87	
H(11B)	5383	2368	1673	87	
H(11C)	5664	1300	1326	87	
H(11D)	5936	4931	1170	94	
H(11E)	5609	5087	704	94	
H(11F)	6239	3835	835	94	
H(11G)	4105	1602	586	78	
H(11H)	5043	1649	454	78	
H(11I)	4420	2910	322	78	
H(12A)	3275	921	1269	106	
H(12B)	2342	737	1400	106	
H(12C)	3030	1354	1719	106	
H(12D)	2596	2721	533	120	
H(12E)	2001	4041	615	120	
H(12F)	1691	2448	692	120	
H(12G)	1990	3960	1857	92	
H(12H)	1294	3279	1554	92	
H(12I)	1620	4862	1477	92	
H(13A)	2150	6700	806	109	
H(13B)	2512	8226	690	109	
H(13C)	2482	7763	1158	109	
H(13D)	3363	5377	233	108	
H(13E)	4326	5750	288	108	
H(13F)	3680	6953	139	108	
H(13G)	4956	7631	997	111	
H(13H)	4305	8363	1283	111	
H(13I)	4341	8833	816	111	
H(1A2)	5030	6633	1804	45	
H(1A3)	5270	6308	2565	52	
H(1A4)	4400	4252	2779	52	
H(1A5)	3555	3366	2168	42	
H(1B1)	2368	7096	1800	69	
H(1B2)	3490	8903	1985	75	
H(1B3)	3911	8583	2732	55	
H(1B4)	3050	6590	3002	53	
H(1B5)	2102	5670	2434	62	
Molekül 2					
H(21A)	1854	14348	5027	118	0,420(8)
H(21B)	1726	15882	4820	118	0,420(8)
H(21C)	2610	15446	5021	118	0,420(8)
H(21D)	3006	12172	4629	101	0,420(8)

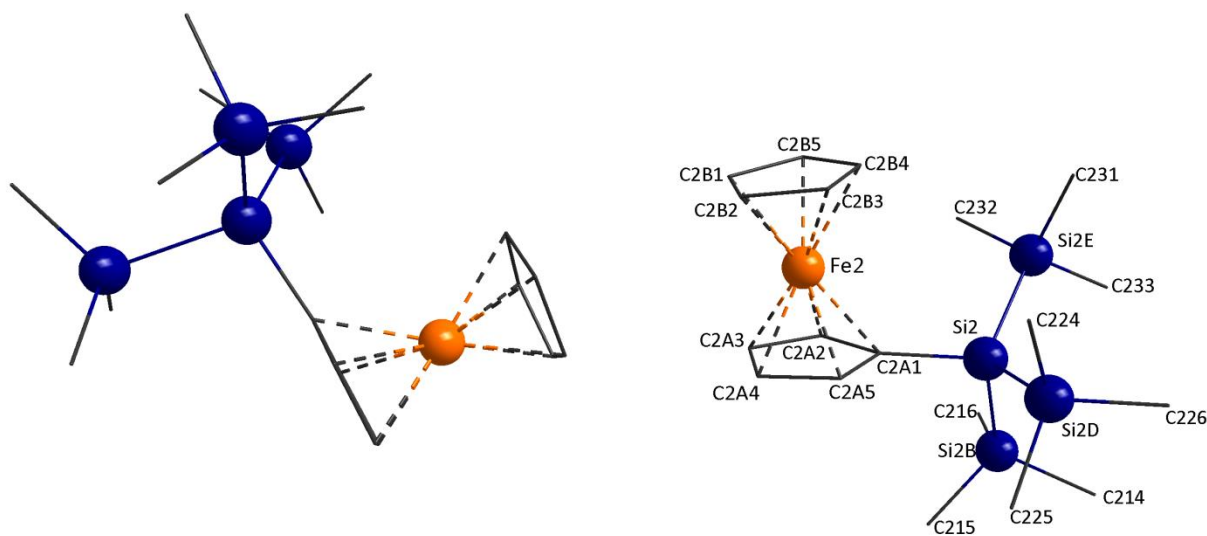
## 5. Anhang

H(21E)	3708	13371	4620	101	0,420(8)
H(21F)	3408	12575	4208	101	0,420(8)
H(21G)	3046	15440	3811	107	0,420(8)
H(21H)	3307	16273	4223	107	0,420(8)
H(21I)	2415	16533	4005	107	0,420(8)
H(21J)	1424	15542	4852	116	0,580(8)
H(21K)	2372	15692	5007	116	0,580(8)
H(21L)	1914	14187	5035	116	0,580(8)
H(21M)	3469	13334	4122	139	0,580(8)
H(21N)	3225	12736	4557	139	0,580(8)
H(21O)	3719	14207	4529	139	0,580(8)
H(21P)	1980	16895	4071	140	0,580(8)
H(21Q)	2685	16167	3817	140	0,580(8)
H(21R)	2916	16868	4252	140	0,580(8)
H(22A)	-462	11257	3879	98	0,420(8)
H(22B)	-492	10128	4243	98	0,420(8)
H(22C)	190	9976	3909	98	0,420(8)
H(22D)	1643	11177	4901	97	0,420(8)
H(22E)	1709	10139	4517	97	0,420(8)
H(22F)	1008	9880	4836	97	0,420(8)
H(22G)	-421	13463	4586	122	0,420(8)
H(22H)	335	13455	4918	122	0,420(8)
H(22I)	-338	12206	4914	122	0,420(8)
H(22J)	447	9735	3836	151	0,580(8)
H(22K)	-361	10573	3965	151	0,580(8)
H(22L)	-3	9287	4240	151	0,580(8)
H(22M)	2008	9856	4433	130	0,580(8)
H(22N)	1443	9592	4812	130	0,580(8)
H(22O)	2030	10962	4804	130	0,580(8)
H(22P)	545	12793	4952	130	0,580(8)
H(22Q)	-84	11477	4925	130	0,580(8)
H(22R)	-240	12834	4637	130	0,580(8)
H(23A)	-639	13461	3387	105	0,580(8)
H(23B)	-1016	15018	3448	105	0,580(8)
H(23C)	-908	13955	3828	105	0,580(8)
H(23D)	1351	16127	3259	100	0,580(8)
H(23E)	427	16585	3122	100	0,580(8)
H(23F)	772	15060	2994	100	0,580(8)
H(23G)	855	16821	4152	145	0,580(8)
H(23H)	39	16090	4313	145	0,580(8)
H(23I)	-33	17229	3950	145	0,580(8)
H(23J)	-854	13027	3756	119	0,420(8)
H(23K)	-550	13188	3302	119	0,420(8)
H(23L)	-1144	14367	3484	119	0,420(8)
H(23M)	776	15461	3114	128	0,420(8)
H(23N)	1033	16602	3459	128	0,420(8)
H(23O)	116	16607	3254	128	0,420(8)



5. Anhang

H(23P)	-217	15170	4415	131	0,420(8)
H(23Q)	-562	16387	4110	131	0,420(8)
H(23R)	378	16436	4285	131	0,420(8)
H(2A2)	2378	13781	3174	54	0,580(8)
H(2A3)	3173	11788	2852	59	0,580(8)
H(2A4)	2868	9500	3239	62	0,580(8)
H(2A5)	1841	10080	3772	54	0,580(8)
H(2A7)	2029	14320	3138	57	0,420(8)
H(2A8)	3054	12842	2760	66	0,420(8)
H(2A9)	3187	10417	3097	63	0,420(8)
H(2A0)	2318	10434	3714	55	0,420(8)
H(2B1)	1745	10960	2210	65	0,580(8)
H(2B2)	1387	8742	2617	64	0,580(8)
H(2B3)	299	9486	3118	66	0,580(8)
H(2B4)	5	12059	3011	68	0,580(8)
H(2B5)	838	13032	2457	66	0,580(8)
H(2B6)	1405	12028	2194	64	0,420(8)
H(2B7)	1778	9534	2409	65	0,420(8)
H(2B8)	921	8943	3004	63	0,420(8)
H(2B9)	19	11051	3168	60	0,420(8)
H(2B0)	334	12982	2668	62	0,420(8)



**Abbildung 5.2:** Molekülstruktur von **2**; Lagefehlordnungskonformer mit 58 % Anteil

### 5.3.3 Kalium-1,1'-ansa-Bis[bis(trimethylsilyl)silyl]ferrocenylamidostannanid (7)

**Tabelle 5.3.3a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 7.

Summenformel	C <sub>49</sub> H <sub>89</sub> FeK <sub>2</sub> N <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> Sn	
Molekulargewicht	1183,68 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71069 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	
Dimension der Elementarzelle	a = 17,9391(14) Å	$\alpha = 62,818(2)^\circ$
	b = 20,0838(6) Å	$\beta = 89,692(2)^\circ$
	c = 21,1660(6) Å	$\gamma = 78,418(2)^\circ$
Volumen	6612,8(4) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	4; 1,189 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	0,898 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	2492	
Kristallgröße	0,5 x 0,5 x 0,15 mm <sup>3</sup>	
Messbereich	2,28° ≤ $\theta$ ≤ 24,48°	
Messbereich des reziproken Raumes	-20 ≤ h ≤ 20; -23 ≤ k ≤ 23; -24 ≤ l ≤ 24	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	59263 / 21584 [R <sub>int</sub> = 0,0795]	
Vollständigkeit bis $\theta = 27,86^\circ$	98,3 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	21584 / 54 / 1139	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,997	
Gütefaktoren [ $ I  > 2\sigma(I)$ ]	R1 = 0,0585, wR2 = 0,1359	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,0860, wR2 = 0,1534	
Max. / min. Restelektronendichte	1,042 e/Å <sup>3</sup> und -1,002 e/Å <sup>3</sup>	

**Tabelle 5.3.3b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung 7.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
Fe(3)	6105(1)	13838(1)	-5263(1)	42(1)	
Sn(2)	5314(1)	12964(1)	-6771(1)	49(1)	
K(1)	3688(1)	12472(1)	-7432(1)	82(1)	
K(2)	5832(1)	12578(1)	-8281(1)	99(1)	
Si(5)	6231(1)	12223(1)	-5576(1)	46(1)	
Si(51)	7493(1)	11851(1)	-5786(1)	64(1)	
Si(52)	5844(1)	11098(1)	-4818(1)	76(1)	
C(511)	7994(4)	12654(5)	-6141(5)	92(2)	
C(512)	7466(5)	11479(6)	-6453(5)	111(3)	
C(513)	8090(5)	11054(5)	-4963(5)	99(3)	
C(521)	4780(6)	11312(6)	-4757(6)	125(4)	
C(522)	6070(6)	10333(5)	-5112(5)	105(3)	
C(523)	6337(8)	10711(5)	-3901(4)	128(4)	
Si(6)	4943(1)	14324(1)	-6813(1)	43(1)	
Si(61)	3673(1)	14584(1)	-6588(1)	57(1)	
Si(62)	4991(1)	15184(1)	-8016(1)	61(1)	
C(611)	3468(4)	13886(5)	-5695(4)	86(2)	
C(612)	3309(5)	15559(5)	-6655(5)	100(3)	
C(613)	3102(4)	14521(6)	-7288(5)	96(3)	
C(621)	4579(5)	14877(4)	-8613(3)	77(2)	
C(622)	4475(6)	16190(4)	-8310(4)	102(3)	
C(623)	6012(5)	15221(6)	-8188(4)	111(3)	
N(1)	4471(3)	12234(3)	-8457(2)	57(1)	
Si(11)	4025(1)	12924(1)	-9231(1)	63(1)	
Si(12)	4679(1)	11288(1)	-8124(1)	72(1)	
C(111)	4576(5)	13689(5)	-9682(4)	94(2)	
C(112)	3091(5)	13457(6)	-9135(5)	124(4)	
C(113)	3838(6)	12620(6)	-9924(4)	108(3)	
C(121)	5321(8)	10916(7)	-8644(8)	180(7)	
C(122)	3816(6)	10874(6)	-8061(7)	134(4)	
C(123)	5139(9)	10800(6)	-7175(6)	173(6)	
N(3)	6154(5)	13231(5)	-7534(4)	63(3)	0,65976
N(3A)	4361(11)	12462(11)	-6394(10)	82(6)	0,34024
C(11)	6420(3)	14372(3)	-6265(3)	48(1)	
C(12)	5604(3)	14552(3)	-6295(3)	43(1)	
C(13)	5435(4)	14923(3)	-5846(3)	56(1)	
C(14)	6128(4)	14953(3)	-5556(3)	63(2)	
C(15)	6739(4)	14612(4)	-5816(3)	63(2)	
C(21)	5508(3)	13008(3)	-4769(3)	49(1)	
C(22)	6196(3)	12690(3)	-4980(3)	45(1)	
C(23)	6807(3)	12789(3)	-4622(3)	52(1)	

## 5. Anhang

C(24)	6495(4)	13151(3)	-4207(3)	58(2)
C(25)	5693(4)	13289(3)	-4304(3)	58(2)
C(011)	6804(4)	13293(5)	-9774(4)	83(2)
C(012)	7133(4)	13486(5)	-9320(4)	82(2)
C(013)	7544(4)	12879(6)	-8676(4)	85(2)
C(014)	7601(5)	12153(6)	-8536(5)	95(3)
C(015)	7263(6)	11974(6)	-9000(6)	103(3)
C(016)	6868(5)	12533(6)	-9607(5)	102(3)
C(017)	7082(6)	14283(6)	-9480(7)	137(4)
C(021)	2423(6)	11433(6)	-6502(7)	110(3)
C(022)	2030(6)	11798(7)	-7173(7)	103(3)
C(023)	1788(5)	12587(6)	-7487(5)	100(3)
C(024)	1916(5)	12989(5)	-7150(5)	89(2)
C(025)	2302(5)	12615(5)	-6490(5)	91(2)
C(026)	2562(5)	11835(5)	-6167(5)	97(3)
C(027)	1814(8)	11380(10)	-7550(10)	193(7)
Molekül 2				
Fe(4)	-664(1)	14186(1)	-649(1)	50(1)
Sn(1)	623(1)	13068(1)	-1929(1)	54(1)
K(3)	285(1)	12080(1)	-2973(1)	105(1)
K(4)	2443(1)	12360(1)	-2474(1)	84(1)
Si(7)	293(1)	14508(1)	-2173(1)	47(1)
Si(71)	1402(1)	14871(1)	-2003(1)	61(1)
Si(72)	-123(1)	15267(1)	-3397(1)	65(1)
C(711)	2016(4)	14813(6)	-2699(5)	100(3)
C(712)	1257(6)	15871(5)	-2121(5)	112(3)
C(713)	1931(5)	14265(5)	-1106(4)	109(3)
C(721)	-91(6)	16305(5)	-3716(4)	109(3)
C(722)	463(5)	14939(5)	-3971(4)	92(2)
C(723)	-1140(5)	15260(6)	-3563(4)	111(3)
Si(8)	59(1)	12434(1)	-686(1)	54(1)
Si(81)	-1005(1)	11951(1)	-761(1)	69(1)
Si(82)	1035(1)	11409(1)	93(1)	79(1)
C(811)	-784(6)	11372(5)	-1251(5)	101(3)
C(812)	-1246(6)	11299(5)	142(4)	103(3)
C(813)	-1879(5)	12710(5)	-1235(5)	99(3)
C(821)	1278(6)	10644(5)	-194(5)	113(3)
C(822)	790(7)	10949(6)	1031(5)	140(4)
C(823)	1919(6)	11768(6)	101(7)	148(5)
N(2)	1807(3)	11640(3)	-3090(2)	59(1)
Si(21)	2029(1)	10716(1)	-2509(1)	68(1)
Si(22)	1904(2)	12096(2)	-3945(1)	94(1)
C(211)	1172(6)	10334(6)	-2092(5)	115(3)
C(212)	2493(8)	10056(5)	-2861(6)	144(5)
C(213)	2680(6)	10511(5)	-1717(5)	106(3)
C(221)	1463(8)	11723(10)	-4501(6)	178(6)
C(222)	2898(7)	11989(10)	-4183(6)	206(8)

## 5. Anhang

C(223)	1408(17)	13093(8)	-4299(7)	324(17)	
N(4)	-318(4)	13174(4)	-2626(4)	62(2)	0,72934
N(4A)	1800(12)	12629(12)	-1541(11)	71(7)	0,27066
C(31)	-521(3)	14783(3)	-1714(3)	48(1)	
C(32)	-1212(3)	14519(4)	-1621(3)	58(2)	
C(33)	-1681(4)	14833(4)	-1232(3)	70(2)	
C(34)	-1297(4)	15294(4)	-1085(3)	70(2)	
C(35)	-585(4)	15267(3)	-1375(3)	58(1)	
C(41)	-154(3)	13031(3)	-210(3)	52(1)	
C(42)	347(4)	13460(3)	-124(3)	57(1)	
C(43)	10(4)	13845(4)	260(3)	71(2)	
C(44)	-705(5)	13655(4)	435(3)	74(2)	
C(45)	-815(4)	13160(4)	145(3)	61(2)	
C(031)	4377(4)	11971(6)	-2505(7)	101(3)	
C(032)	4287(5)	11701(6)	-1808(6)	107(3)	
C(033)	3983(7)	12119(8)	-1484(6)	129(4)	
C(034)	3773(6)	12888(7)	-1899(7)	117(3)	
C(035)	3850(5)	13232(6)	-2614(6)	103(3)	
C(036)	4131(5)	12811(6)	-2940(6)	107(3)	
C(037)	4721(8)	11530(9)	-2845(9)	178(6)	
C(041)	-1214(8)	11709(6)	-3460(7)	87(4)	0,500
C(042)	-833(8)	11903(7)	-4081(6)	74(4)	0,500
C(043)	-886(11)	12711(8)	-4500(8)	111(6)	0,500
C(044)	-1189(10)	13208(9)	-4371(9)	110(6)	0,500
C(045)	-1496(10)	12976(8)	-3719(9)	111(6)	0,500
C(046)	-1527(19)	12265(9)	-3286(12)	102(18)	0,500
C(047)	-1244(15)	10917(8)	-2950(10)	145(9)	0,500
C(051)	-1279(8)	12724(6)	-3984(7)	95(5)	0,500
C(052)	-838(9)	12325(7)	-4306(7)	84(4)	0,500
C(053)	-706(10)	11507(8)	-3899(9)	104(6)	0,500
C(054)	-921(12)	11148(8)	-3340(10)	129(7)	0,500
C(055)	-1376(10)	11573(7)	-3057(8)	98(5)	0,500
C(056)	-1526(17)	12324(9)	-3344(10)	90(16)	0,500
C(057)	-1428(12)	13563(7)	-4269(10)	117(6)	0,500
<hr/>					
Kokristallisiertes Toluol					
<hr/>					
C(1)	9926(5)	8639(6)	-3623(5)	100(3)	
C(2)	10056(6)	7980(5)	-2957(7)	128(4)	
C(3)	10354(9)	8087(10)	-2391(6)	180(9)	
C(4)	10481(10)	8656(12)	-2425(9)	248(17)	
C(5)	10368(9)	9284(9)	-3103(9)	196(8)	
C(6)	10106(7)	9284(6)	-3679(7)	137(4)	
C(7)	9607(7)	8673(9)	-4278(6)	169(6)	
C(1A1)	3290(9)	9484(8)	1282(8)	151(5)	
C(1A2)	3129(9)	9219(10)	1974(9)	163(5)	
C(1A3)	3317(9)	8442(10)	2395(8)	156(5)	
C(1A4)	3575(9)	7950(8)	2162(10)	157(5)	
C(1A5)	3683(9)	8294(10)	1480(10)	177(7)	

C(1A6)	3556(10)	8972(17)	1001(8)	211(10)
C(1A7)	3733(12)	9281(15)	263(7)	299(14)

**Tabelle 5.3.3c:** Bindungslängen in Å von Verbindung 7.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Molekül 1		Sn(1)-N(4A)	2,13(2)
Fe(3)-C(11)	2,031(5)	Sn(1)-Si(7)	2,6329(17)
Fe(3)-C(12)	2,068(5)	Sn(1)-Si(8)	2,6444(16)
Fe(3)-C(13)	2,056(6)	Sn(1)-K(3)	3,6992(17)
Fe(3)-C(14)	2,043(6)	Sn(1)-K(4)	3,6882(16)
Fe(3)-C(15)	2,029(6)	K(4)-N(2)	2,737(5)
Fe(3)-C(21)	2,031(5)	K(4)-N(4A)	2,50(2)
Fe(3)-C(22)	2,069(5)	K(4)-C(213)	3,236(9)
Fe(3)-C(23)	2,051(6)	K(4)-C(031)	3,407(7)
Fe(3)-C(24)	2,050(6)	K(4)-C(032)	3,358(9)
Fe(3)-C(25)	2,036(5)	K(4)-C(033)	3,294(11)
Sn(2)-N(3)	2,162(7)	K(4)-C(034)	3,245(9)
Sn(2)-N(3A)	2,127(18)	K(4)-C(035)	3,289(9)
Sn(2)-Si(5)	2,6352(16)	K(4)-C(036)	3,350(9)
Sn(2)-Si(6)	2,6373(15)	K(4)-Si(21)	3,560(3)
Sn(2)-K(1)	3,7295(16)	K(4)-Si(22)	3,558(3)
Sn(2)-K(2)	3,6899(17)	K(3)-N(2)	2,742(5)
K(1)-N(1)	2,749(5)	K(3)-N(4)	2,655(7)
K(1)-N(3A)	2,502(18)	K(3)-C(211)	3,181(11)
K(1)-C(021)	3,388(9)	K(3)-C(041)	3,223(15)
K(1)-C(022)	3,449(9)	K(3)-C(042)	3,279(15)
K(1)-C(023)	3,368(9)	K(3)-C(045)	3,330(18)
K(1)-C(024)	3,279(8)	K(3)-C(046)	3,23(4)
K(1)-C(025)	3,228(8)	K(3)-C(051)	3,194(15)
K(1)-C(026)	3,277(8)	K(3)-C(052)	3,265(17)
K(1)-C(112)	3,276(9)	K(3)-C(053)	3,353(19)
K(1)-Si(11)	3,567(2)	K(3)-C(055)	3,367(17)
K(1)-Si(12)	3,525(3)	K(3)-C(056)	3,23(3)
K(2)-N(1)	2,739(5)	Si(7)-C(31)	1,880(5)
K(2)-N(3)	2,601(8)	Si(7)-Si(71)	2,334(2)
K(2)-C(011)	3,449(7)	Si(7)-Si(72)	2,355(2)
K(2)-C(012)	3,406(7)	Si(71)-C(711)	1,868(8)
K(2)-C(013)	3,279(7)	Si(71)-C(712)	1,870(9)
K(2)-C(014)	3,226(8)	Si(71)-C(713)	1,852(8)
K(2)-C(015)	3,283(9)	Si(72)-C(721)	1,889(9)
K(2)-C(016)	3,384(9)	Si(72)-C(722)	1,857(7)
K(2)-C(111)	3,296(9)	Si(72)-C(723)	1,864(8)
K(2)-Si(11)	3,594(3)	Si(8)-C(41)	1,876(6)

## 5. Anhang

K(2)-Si(12)	3,529(3)	Si(8)-Si(81)	2,346(2)
Si(5)-C(22)	1,880(5)	Si(8)-Si(82)	2,346(3)
Si(5)-Si(51)	2,344(2)	Si(81)-C(811)	1,870(8)
Si(5)-Si(52)	2,337(2)	Si(81)-C(812)	1,867(7)
Si(51)-C(511)	1,856(8)	Si(81)-C(813)	1,857(9)
Si(51)-C(512)	1,881(8)	Si(82)-C(821)	1,872(8)
Si(51)-C(513)	1,879(8)	Si(82)-C(822)	1,862(10)
Si(52)-C(521)	1,888(10)	Si(82)-C(823)	1,873(11)
Si(52)-C(522)	1,878(8)	N(2)-Si(21)	1,655(5)
Si(52)-C(523)	1,875(10)	N(2)-Si(22)	1,642(5)
Si(6)-C(12)	1,874(5)	Si(21)-C(211)	1,890(9)
Si(6)-Si(61)	2,330(2)	Si(21)-C(212)	1,858(9)
Si(6)-Si(62)	2,348(2)	Si(21)-C(213)	1,883(9)
Si(61)-C(611)	1,858(7)	Si(22)-C(221)	1,904(12)
Si(61)-C(612)	1,876(8)	Si(22)-C(222)	1,847(12)
Si(61)-C(613)	1,869(7)	Si(22)-C(223)	1,812(15)
Si(62)-C(621)	1,853(7)	C(31)-C(35)	1,437(8)
Si(62)-C(622)	1,853(8)	C(32)-C(31)	1,421(8)
Si(62)-C(623)	1,875(8)	C(32)-C(33)	1,428(9)
N(1)-Si(11)	1,654(5)	C(34)-C(33)	1,398(10)
N(1)-Si(12)	1,656(5)	C(34)-C(35)	1,416(9)
Si(11)-C(111)	1,872(8)	C(41)-C(42)	1,428(8)
Si(11)-C(112)	1,863(8)	C(41)-C(45)	1,442(8)
Si(11)-C(113)	1,884(8)	C(42)-C(43)	1,416(9)
Si(12)-C(121)	1,867(10)	C(45)-C(44)	1,429(9)
Si(12)-C(122)	1,876(10)	C(44)-C(43)	1,411(10)
Si(12)-C(123)	1,889(11)	C(031)-C(032)	1,342(13)
C(11)-C(12)	1,429(7)	C(031)-C(036)	1,474(14)
C(11)-C(15)	1,413(8)	C(032)-C(033)	1,345(15)
C(12)-C(13)	1,449(7)	C(033)-C(034)	1,353(15)
C(14)-C(13)	1,415(9)	C(034)-C(035)	1,366(14)
C(14)-C(15)	1,418(10)	C(035)-C(036)	1,343(13)
C(22)-C(21)	1,438(7)	C(037)-C(031)	1,427(14)
C(22)-C(23)	1,430(8)	C(041)-C(042)	1,404(11)
C(23)-C(24)	1,426(8)	C(041)-C(046)	1,349(11)
C(25)-C(24)	1,406(9)	C(041)-C(047)	1,471(11)
C(25)-C(21)	1,411(8)	C(042)-C(043)	1,433(14)
C(011)-C(012)	1,364(11)	C(043)-C(044)	1,181(16)
C(011)-C(016)	1,381(13)	C(044)-C(045)	1,390(16)
C(012)-C(013)	1,421(11)	C(045)-C(046)	1,310(16)
C(012)-C(017)	1,461(13)	C(051)-C(052)	1,404(11)
C(013)-C(014)	1,330(12)	C(051)-C(056)	1,349(11)
C(014)-C(015)	1,371(13)	C(051)-C(057)	1,472(11)
C(015)-C(016)	1,336(13)	C(052)-C(053)	1,432(14)
C(021)-C(022)	1,379(15)	C(053)-C(054)	1,181(16)
C(021)-C(026)	1,351(14)	C(054)-C(055)	1,390(16)
C(022)-C(023)	1,381(14)	C(055)-C(056)	1,310(16)

## 5. Anhang

C(022)-C(027)	1,497(15)	Kokristallisiertes Toluol	
C(024)-C(023)	1,346(13)	C(1)-C(2)	1,403(11)
C(024)-C(025)	1,355(12)	C(1)-C(6)	1,349(11)
C(025)-C(026)	1,368(12)	C(1)-C(7)	1,471(11)
Molekül 2		C(2)-C(3)	1,432(14)
Fe(4)-C(31)	2,058(5)	C(3)-C(4)	1,181(16)
Fe(4)-C(32)	2,037(6)	C(4)-C(5)	1,390(16)
Fe(4)-C(33)	2,037(7)	C(5)-C(6)	1,310(16)
Fe(4)-C(34)	2,053(7)	C(1A1)-C(1A2)	1,362(18)
Fe(4)-C(35)	2,041(6)	C(1A1)-C(1A6)	1,41(2)
Fe(4)-C(41)	2,066(6)	C(1A2)-C(1A3)	1,365(18)
Fe(4)-C(42)	2,031(6)	C(1A3)-C(1A4)	1,302(19)
Fe(4)-C(43)	2,030(6)	C(1A5)-C(1A4)	1,32(2)
Fe(4)-C(44)	2,050(6)	C(1A5)-C(1A6)	1,25(2)
Fe(4)-C(45)	2,050(6)	C(1A6)-C(1A7)	1,453(19)
Sn(1)-N(4)	2,160(7)		

**Tabelle 5.3.3d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung 7.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
Molekül 1		C(35)-Fe(4)-C(44)	133,7(3)
C(11)-Fe(3)-C(12)	40,8(2)	C(35)-Fe(4)-C(45)	173,3(2)
C(11)-Fe(3)-C(13)	68,0(2)	C(42)-Fe(4)-C(31)	108,6(2)
C(11)-Fe(3)-C(14)	68,3(2)	C(42)-Fe(4)-C(32)	133,1(2)
C(11)-Fe(3)-C(21)	134,4(2)	C(42)-Fe(4)-C(33)	173,1(3)
C(11)-Fe(3)-C(22)	108,8(2)	C(42)-Fe(4)-C(34)	146,0(3)
C(11)-Fe(3)-C(23)	114,1(2)	C(42)-Fe(4)-C(35)	115,0(3)
C(11)-Fe(3)-C(24)	144,8(2)	C(42)-Fe(4)-C(41)	40,8(2)
C(11)-Fe(3)-C(25)	174,2(2)	C(42)-Fe(4)-C(44)	68,1(3)
C(12)-Fe(3)-C(22)	112,2(2)	C(42)-Fe(4)-C(45)	68,0(3)
C(13)-Fe(3)-C(12)	41,2(2)	C(43)-Fe(4)-C(31)	133,0(3)
C(13)-Fe(3)-C(22)	144,0(2)	C(43)-Fe(4)-C(32)	172,5(3)
C(14)-Fe(3)-C(12)	69,2(2)	C(43)-Fe(4)-C(33)	145,4(3)
C(14)-Fe(3)-C(13)	40,4(3)	C(43)-Fe(4)-C(34)	114,8(3)
C(14)-Fe(3)-C(22)	174,3(3)	C(43)-Fe(4)-C(35)	109,6(3)
C(14)-Fe(3)-C(23)	135,3(2)	C(43)-Fe(4)-C(41)	69,3(3)
C(14)-Fe(3)-C(24)	110,5(2)	C(43)-Fe(4)-C(42)	40,8(3)
C(15)-Fe(3)-C(11)	40,7(2)	C(43)-Fe(4)-C(44)	40,5(3)
C(15)-Fe(3)-C(12)	69,2(2)	C(43)-Fe(4)-C(45)	68,5(3)
C(15)-Fe(3)-C(13)	68,2(3)	C(44)-Fe(4)-C(31)	172,8(3)
C(15)-Fe(3)-C(14)	40,8(3)	C(44)-Fe(4)-C(34)	109,9(3)
C(15)-Fe(3)-C(21)	174,2(3)	C(44)-Fe(4)-C(41)	69,2(2)
C(15)-Fe(3)-C(22)	133,9(3)	C(44)-Fe(4)-C(45)	40,8(3)



## 5. Anhang

C(15)-Fe(3)-C(23)	110,0(3)	C(45)-Fe(4)-C(31)	144,9(2)
C(15)-Fe(3)-C(24)	114,5(2)	C(45)-Fe(4)-C(34)	133,8(3)
C(15)-Fe(3)-C(25)	144,5(3)	C(45)-Fe(4)-C(41)	41,0(2)
C(21)-Fe(3)-C(12)	109,0(2)	C(031)-K(4)-Si(21)	99,74(17)
C(21)-Fe(3)-C(13)	114,4(2)	C(031)-K(4)-Si(22)	98,92(18)
C(21)-Fe(3)-C(14)	144,5(3)	C(031)-K(4)-Sn(1)	155,59(17)
C(21)-Fe(3)-C(22)	41,0(2)	C(032)-K(4)-C(031)	22,9(2)
C(21)-Fe(3)-C(23)	67,8(2)	C(032)-K(4)-Si(21)	101,0(2)
C(21)-Fe(3)-C(24)	67,8(2)	C(032)-K(4)-Si(22)	117,4(2)
C(21)-Fe(3)-C(25)	40,6(2)	C(032)-K(4)-Sn(1)	136,8(2)
C(23)-Fe(3)-C(12)	143,4(2)	C(033)-K(4)-C(031)	41,9(3)
C(23)-Fe(3)-C(13)	174,9(2)	C(033)-K(4)-C(032)	23,3(3)
C(23)-Fe(3)-C(22)	40,6(2)	C(033)-K(4)-C(036)	49,4(3)
C(24)-Fe(3)-C(12)	174,3(2)	C(033)-K(4)-Si(21)	118,1(3)
C(24)-Fe(3)-C(13)	135,0(2)	C(033)-K(4)-Si(22)	140,3(2)
C(24)-Fe(3)-C(22)	68,8(2)	C(033)-K(4)-Sn(1)	114,8(2)
C(24)-Fe(3)-C(23)	40,7(2)	C(034)-K(4)-C(031)	48,7(3)
C(25)-Fe(3)-C(12)	134,3(2)	C(034)-K(4)-C(032)	40,7(3)
C(25)-Fe(3)-C(13)	110,2(2)	C(034)-K(4)-C(033)	23,9(3)
C(25)-Fe(3)-C(14)	114,2(2)	C(034)-K(4)-C(035)	24,1(2)
C(25)-Fe(3)-C(22)	69,2(2)	C(034)-K(4)-C(036)	41,8(3)
C(25)-Fe(3)-C(23)	68,2(2)	C(034)-K(4)-Si(21)	141,1(2)
C(25)-Fe(3)-C(24)	40,3(3)	C(034)-K(4)-Si(22)	140,9(2)
C(021)-K(1)-C(022)	23,2(2)	C(034)-K(4)-Sn(1)	107,3(2)
C(021)-K(1)-Si(11)	125,0(2)	C(035)-K(4)-C(031)	42,4(2)
C(021)-K(1)-Si(12)	101,22(18)	C(035)-K(4)-C(032)	47,7(3)
C(021)-K(1)-Sn(2)	129,5(2)	C(035)-K(4)-C(033)	42,5(3)
C(022)-K(1)-Si(11)	104,98(19)	C(035)-K(4)-C(036)	23,3(2)
C(022)-K(1)-Si(12)	97,56(16)	C(035)-K(4)-Si(21)	141,7(2)
C(022)-K(1)-Sn(2)	151,09(19)	C(035)-K(4)-Si(22)	118,1(2)
C(023)-K(1)-C(021)	40,9(3)	C(035)-K(4)-Sn(1)	118,4(2)
C(023)-K(1)-C(022)	23,3(2)	C(036)-K(4)-C(031)	25,2(2)
C(023)-K(1)-Si(11)	101,45(17)	C(036)-K(4)-C(032)	41,6(3)
C(023)-K(1)-Si(12)	113,5(2)	C(036)-K(4)-Si(21)	119,39(19)
C(023)-K(1)-Sn(2)	145,5(2)	C(036)-K(4)-Si(22)	99,3(2)
C(024)-K(1)-C(021)	48,2(2)	C(036)-K(4)-Sn(1)	140,93(19)
C(024)-K(1)-C(022)	41,4(2)	C(213)-K(4)-C(031)	83,8(3)
C(024)-K(1)-C(023)	23,3(2)	C(213)-K(4)-C(032)	75,8(2)
C(024)-K(1)-Si(11)	116,38(18)	C(213)-K(4)-C(033)	88,1(3)
C(024)-K(1)-Si(12)	136,76(18)	C(213)-K(4)-C(034)	112,0(3)
C(024)-K(1)-Sn(2)	122,18(18)	C(213)-K(4)-C(035)	123,2(3)
C(025)-K(1)-C(021)	41,6(2)	C(213)-K(4)-C(036)	108,7(3)
C(025)-K(1)-C(022)	48,3(2)	C(213)-K(4)-Si(21)	31,72(15)
C(025)-K(1)-C(023)	41,4(2)	C(213)-K(4)-Si(22)	79,40(17)
C(025)-K(1)-C(024)	24,0(2)	C(213)-K(4)-Sn(1)	105,57(19)
C(025)-K(1)-C(026)	24,3(2)	K(4)-Sn(1)-K(3)	69,82(4)
C(025)-K(1)-C(112)	110,1(2)	N(2)-K(4)-C(031)	109,34(19)

## 5. Anhang

C(025)-K(1)-Si(11)	140,36(18)	N(2)-K(4)-C(032)	119,5(2)
C(025)-K(1)-Si(12)	142,75(18)	N(2)-K(4)-C(033)	140,9(3)
C(025)-K(1)-Sn(2)	106,45(18)	N(2)-K(4)-C(034)	158,1(3)
C(026)-K(1)-C(021)	23,3(2)	N(2)-K(4)-C(035)	141,3(2)
C(026)-K(1)-C(022)	41,3(3)	N(2)-K(4)-C(036)	119,2(2)
C(026)-K(1)-C(023)	48,2(2)	N(2)-K(4)-C(213)	58,25(19)
C(026)-K(1)-C(024)	42,3(2)	N(2)-K(4)-Si(21)	26,59(11)
C(026)-K(1)-Si(11)	146,2(2)	N(2)-K(4)-Si(22)	26,33(11)
C(026)-K(1)-Si(12)	121,17(19)	N(2)-K(4)-Sn(1)	94,57(11)
C(026)-K(1)-Sn(2)	109,8(2)	N(4)-Sn(1)-K(3)	45,0(2)
C(112)-K(1)-C(021)	111,1(3)	N(4)-Sn(1)-K(4)	109,53(19)
C(112)-K(1)-C(022)	87,9(3)	N(4)-Sn(1)-Si(7)	96,2(2)
C(112)-K(1)-C(023)	75,8(2)	N(4)-Sn(1)-Si(8)	99,65(18)
C(112)-K(1)-C(024)	86,2(2)	N(4A)-K(4)-C(031)	123,4(5)
C(112)-K(1)-C(026)	124,0(2)	N(4A)-K(4)-C(032)	103,1(5)
C(112)-K(1)-Si(11)	31,22(15)	N(4A)-K(4)-C(033)	81,6(5)
C(112)-K(1)-Si(12)	77,71(18)	N(4A)-K(4)-C(034)	79,2(5)
C(112)-K(1)-Sn(2)	117,8(2)	N(4A)-K(4)-C(035)	98,0(5)
K(2)-Sn(2)-K(1)	69,69(3)	N(4A)-K(4)-C(036)	120,3(5)
N(1)-K(1)-C(021)	123,6(2)	N(4A)-K(4)-C(213)	99,9(5)
N(1)-K(1)-C(022)	112,03(19)	N(4A)-K(4)-N(2)	120,5(5)
N(1)-K(1)-C(023)	118,5(2)	N(4A)-K(4)-Si(21)	112,5(5)
N(1)-K(1)-C(024)	138,7(2)	N(4A)-K(4)-Si(22)	137,5(5)
N(1)-K(1)-C(025)	159,5(2)	N(4A)-K(4)-Sn(1)	33,7(5)
N(1)-K(1)-C(026)	146,1(2)	N(4A)-Sn(1)-K(3)	104,5(6)
N(1)-K(1)-C(112)	57,44(19)	N(4A)-Sn(1)-K(4)	40,7(5)
N(1)-K(1)-Si(11)	26,54(11)	N(4A)-Sn(1)-N(4)	148,8(6)
N(1)-K(1)-Si(12)	27,18(11)	N(4A)-Sn(1)-Si(7)	106,7(6)
N(1)-K(1)-Sn(2)	94,02(11)	N(4A)-Sn(1)-Si(8)	97,4(5)
N(3)-Sn(2)-K(1)	110,9(2)	C(031)-C(032)-C(033)	126,2(11)
N(3)-Sn(2)-K(2)	43,7(2)	C(031)-C(032)-K(4)	80,6(5)
N(3)-Sn(2)-Si(5)	99,6(2)	C(031)-C(036)-K(4)	79,6(5)
N(3)-Sn(2)-Si(6)	96,8(2)	C(032)-C(031)-C(036)	115,3(9)
N(3A)-K(1)-C(021)	96,7(5)	C(032)-C(031)-C(037)	126,2(13)
N(3A)-K(1)-C(022)	118,1(5)	C(032)-C(031)-K(4)	76,5(5)
N(3A)-K(1)-C(023)	119,2(5)	C(032)-C(033)-C(034)	116,6(12)
N(3A)-K(1)-C(024)	99,0(5)	C(032)-C(033)-K(4)	81,0(6)
N(3A)-K(1)-C(025)	77,8(5)	C(033)-C(032)-K(4)	75,7(6)
N(3A)-K(1)-C(026)	76,9(5)	C(033)-C(034)-C(035)	122,5(12)
N(3A)-K(1)-C(112)	145,9(5)	C(033)-C(034)-K(4)	80,1(6)
N(3A)-K(1)-N(1)	122,0(4)	C(034)-C(033)-K(4)	76,0(6)
N(3A)-K(1)-Si(11)	136,8(4)	C(034)-C(035)-K(4)	76,1(5)
N(3A)-K(1)-Si(12)	116,7(4)	C(035)-C(034)-K(4)	79,8(6)
N(3A)-K(1)-Sn(2)	33,0(4)	C(035)-C(036)-C(031)	118,6(10)
N(3A)-Sn(2)-K(1)	39,9(5)	C(035)-C(036)-K(4)	75,8(5)
N(3A)-Sn(2)-K(2)	105,2(5)	C(036)-C(031)-K(4)	75,2(4)
N(3A)-Sn(2)-N(3)	148,9(5)	C(036)-C(035)-C(034)	120,7(10)

## 5. Anhang

N(3A)-Sn(2)-Si(5)	98,6(5)	C(036)-C(035)-K(4)	80,9(5)
N(3A)-Sn(2)-Si(6)	105,1(5)	C(037)-C(031)-C(036)	118,4(12)
Si(11)-K(1)-Sn(2)	103,93(5)	C(037)-C(031)-K(4)	120,0(7)
Si(12)-K(1)-Si(11)	50,37(5)	C(041)-C(042)-C(043)	113,9(9)
Si(12)-K(1)-Sn(2)	100,70(5)	C(041)-C(042)-K(3)	75,3(8)
Si(5)-Sn(2)-K(1)	131,89(4)	C(041)-C(046)-K(3)	77,5(14)
Si(5)-Sn(2)-K(2)	118,73(5)	C(041)-K(3)-C(042)	24,9(2)
Si(5)-Sn(2)-Si(6)	98,91(4)	C(041)-K(3)-C(045)	40,8(3)
Si(6)-Sn(2)-K(1)	112,74(4)	C(041)-K(3)-C(046)	24,1(3)
Si(6)-Sn(2)-K(2)	126,47(5)	C(041)-K(3)-C(052)	33,5(3)
C(011)-C(012)-C(013)	117,7(8)	C(041)-K(3)-C(053)	25,0(3)
C(011)-C(012)-C(017)	122,3(9)	C(041)-K(3)-C(055)	14,4(3)
C(011)-C(012)-K(2)	80,3(4)	C(042)-C(041)-C(047)	123,7(9)
C(011)-C(016)-K(2)	81,0(5)	C(042)-C(041)-K(3)	79,8(8)
C(011)-K(2)-Si(11)	95,90(15)	C(042)-C(043)-K(3)	72,0(9)
C(011)-K(2)-Si(12)	118,88(17)	C(042)-K(3)-C(045)	47,6(3)
C(011)-K(2)-Sn(2)	138,83(17)	C(042)-K(3)-C(046)	42,8(3)
C(012)-C(011)-C(016)	120,7(8)	C(042)-K(3)-C(053)	11,9(3)
C(012)-C(011)-K(2)	76,8(4)	C(042)-K(3)-C(055)	39,3(3)
C(012)-C(013)-K(2)	82,8(4)	C(043)-C(042)-K(3)	83,4(9)
C(012)-K(2)-C(011)	22,94(19)	C(043)-C(044)-C(045)	115,9(14)
C(012)-K(2)-Si(11)	114,60(17)	C(043)-C(044)-K(3)	75,4(12)
C(012)-K(2)-Si(12)	140,99(17)	C(044)-C(043)-C(042)	127,6(13)
C(012)-K(2)-Sn(2)	117,62(16)	C(044)-C(043)-K(3)	85,1(13)
C(013)-C(012)-C(017)	120,0(9)	C(044)-C(045)-K(3)	86,4(10)
C(013)-C(012)-K(2)	72,7(4)	C(045)-C(044)-K(3)	70,5(9)
C(013)-C(014)-C(015)	121,1(9)	C(045)-C(046)-C(041)	118,8(10)
C(013)-C(014)-K(2)	80,4(5)	C(045)-C(046)-K(3)	82,6(16)
C(013)-K(2)-C(011)	41,4(2)	C(045)-K(3)-C(053)	57,1(4)
C(013)-K(2)-C(012)	24,45(19)	C(045)-K(3)-C(055)	43,3(4)
C(013)-K(2)-C(015)	42,0(2)	C(046)-C(041)-C(042)	119,2(8)
C(013)-K(2)-C(016)	48,3(2)	C(046)-C(041)-C(047)	116,9(10)
C(013)-K(2)-C(111)	110,0(2)	C(046)-C(041)-K(3)	78,4(15)
C(013)-K(2)-Si(11)	137,25(16)	C(046)-C(045)-C(044)	124,3(12)
C(013)-K(2)-Si(12)	140,59(19)	C(046)-C(045)-K(3)	74,4(16)
C(013)-K(2)-Sn(2)	109,56(16)	C(046)-K(3)-C(045)	23,0(3)
C(014)-C(013)-C(012)	120,1(9)	C(046)-K(3)-C(053)	47,5(4)
C(014)-C(013)-K(2)	76,0(5)	C(046)-K(3)-C(055)	21,1(3)
C(014)-C(015)-K(2)	75,6(5)	C(047)-C(041)-K(3)	107,8(12)
C(014)-K(2)-C(011)	48,0(2)	C(051)-C(052)-C(053)	113,9(9)
C(014)-K(2)-C(012)	42,0(2)	C(051)-C(052)-K(3)	74,7(8)
C(014)-K(2)-C(013)	23,6(2)	C(051)-C(056)-K(3)	76,3(12)
C(014)-K(2)-C(015)	24,3(2)	C(051)-K(3)-C(041)	32,6(3)
C(014)-K(2)-C(016)	41,5(2)	C(051)-K(3)-C(042)	31,9(3)
C(014)-K(2)-C(111)	118,6(2)	C(051)-K(3)-C(045)	16,5(3)
C(014)-K(2)-Si(11)	135,1(2)	C(051)-K(3)-C(046)	26,3(4)
C(014)-K(2)-Si(12)	117,8(2)	C(051)-K(3)-C(052)	25,1(2)

## 5. Anhang

C(014)-K(2)-Sn(2)	120,6(2)	C(051)-K(3)-C(053)	42,5(3)
C(015)-C(014)-K(2)	80,1(5)	C(051)-K(3)-C(055)	40,7(3)
C(015)-C(016)-C(011)	120,3(10)	C(052)-C(051)-C(057)	123,6(9)
C(015)-C(016)-K(2)	74,2(5)	C(052)-C(051)-K(3)	80,3(9)
C(015)-K(2)-C(011)	40,9(2)	C(052)-C(053)-K(3)	74,1(9)
C(015)-K(2)-C(012)	48,5(2)	C(052)-K(3)-C(042)	13,3(3)
C(015)-K(2)-C(016)	23,1(2)	C(052)-K(3)-C(045)	41,6(3)
C(015)-K(2)-C(111)	101,7(3)	C(052)-K(3)-C(046)	44,3(4)
C(015)-K(2)-Si(11)	111,5(2)	C(052)-K(3)-C(053)	25,0(3)
C(015)-K(2)-Si(12)	99,24(19)	C(052)-K(3)-C(055)	47,4(3)
C(015)-K(2)-Sn(2)	144,2(2)	C(053)-C(052)-K(3)	81,0(10)
C(016)-C(011)-K(2)	75,7(5)	C(053)-C(054)-C(055)	115,9(14)
C(016)-C(015)-C(014)	120,1(10)	C(053)-C(054)-K(3)	76,4(14)
C(016)-C(015)-K(2)	82,7(6)	C(053)-K(3)-C(055)	37,9(3)
C(016)-K(2)-C(011)	23,3(2)	C(054)-C(053)-C(052)	127,6(13)
C(016)-K(2)-C(012)	41,1(2)	C(054)-C(053)-K(3)	83,6(14)
C(016)-K(2)-Si(11)	94,25(18)	C(054)-C(055)-K(3)	80,7(11)
C(016)-K(2)-Si(12)	100,2(2)	C(055)-C(054)-K(3)	75,7(10)
C(016)-K(2)-Sn(2)	157,55(19)	C(055)-C(056)-C(051)	118,7(10)
C(017)-C(012)-K(2)	117,2(6)	C(055)-C(056)-K(3)	84,4(14)
C(021)-C(022)-C(023)	117,5(9)	C(056)-C(051)-C(052)	119,2(8)
C(021)-C(022)-C(027)	123,4(13)	C(056)-C(051)-C(057)	116,8(10)
C(021)-C(022)-K(1)	75,9(5)	C(056)-C(051)-K(3)	79,4(13)
C(021)-C(026)-C(025)	119,8(9)	C(056)-C(055)-C(054)	124,3(12)
C(021)-C(026)-K(1)	83,0(5)	C(056)-C(055)-K(3)	72,8(14)
C(022)-C(021)-K(1)	80,9(5)	C(056)-K(3)-C(041)	24,6(3)
C(022)-C(023)-K(1)	81,6(5)	C(056)-K(3)-C(042)	42,0(4)
C(023)-C(022)-C(027)	119,0(13)	C(056)-K(3)-C(045)	20,9(3)
C(023)-C(022)-K(1)	75,0(5)	C(056)-K(3)-C(046)	2,2(5)
C(023)-C(024)-C(025)	119,6(9)	C(056)-K(3)-C(051)	24,2(3)
C(023)-C(024)-K(1)	82,0(5)	C(056)-K(3)-C(052)	42,9(3)
C(024)-C(023)-C(022)	121,7(10)	C(056)-K(3)-C(053)	47,4(3)
C(024)-C(023)-K(1)	74,6(5)	C(056)-K(3)-C(055)	22,8(3)
C(024)-C(025)-C(026)	120,4(9)	C(056)-K(3)-C(211)	114,5(3)
C(024)-C(025)-K(1)	80,1(5)	C(057)-C(051)-K(3)	105,0(10)
C(025)-C(024)-K(1)	75,9(5)	C(211)-K(3)-C(041)	95,3(3)
C(025)-C(026)-K(1)	75,9(4)	C(211)-K(3)-C(042)	98,9(3)
C(026)-C(021)-C(022)	121,0(9)	C(211)-K(3)-C(045)	135,0(3)
C(026)-C(021)-K(1)	73,7(5)	C(211)-K(3)-C(046)	112,7(3)
C(026)-C(025)-K(1)	79,9(5)	C(211)-K(3)-C(051)	127,0(3)
C(027)-C(022)-K(1)	122,2(6)	C(211)-K(3)-C(052)	111,0(3)
C(11)-C(12)-C(13)	105,2(5)	C(211)-K(3)-C(053)	87,0(3)
C(11)-C(12)-Fe(3)	68,2(3)	C(211)-K(3)-C(055)	91,8(3)
C(11)-C(12)-Si(6)	124,8(4)	C(211)-Si(21)-K(3)	63,9(4)
C(11)-C(15)-C(14)	107,8(5)	C(211)-Si(21)-K(4)	120,6(3)
C(11)-C(15)-Fe(3)	69,7(3)	C(212)-Si(21)-C(211)	105,0(5)
C(111)-K(2)-C(011)	71,4(2)	C(212)-Si(21)-C(213)	106,3(6)

## 5. Anhang

C(111)-K(2)-C(012)	85,8(2)	C(212)-Si(21)-K(3)	134,0(5)
C(111)-K(2)-C(016)	79,2(2)	C(212)-Si(21)-K(4)	134,4(4)
C(111)-K(2)-Si(11)	31,15(14)	C(213)-Si(21)-C(211)	103,2(4)
C(111)-K(2)-Si(12)	79,99(15)	C(213)-Si(21)-K(3)	119,6(3)
C(111)-K(2)-Sn(2)	110,41(16)	C(213)-Si(21)-K(4)	64,6(3)
C(111)-Si(11)-C(113)	104,1(4)	C(221)-Si(22)-K(3)	92,8(4)
C(111)-Si(11)-K(1)	115,8(3)	C(221)-Si(22)-K(4)	161,5(4)
C(111)-Si(11)-K(2)	65,6(3)	C(222)-Si(22)-C(221)	100,0(7)
C(112)-Si(11)-C(111)	103,7(5)	C(222)-Si(22)-K(3)	162,8(4)
C(112)-Si(11)-C(113)	106,8(5)	C(222)-Si(22)-K(4)	91,9(5)
C(112)-Si(11)-K(1)	65,8(3)	C(223)-Si(22)-C(221)	105,3(9)
C(112)-Si(11)-K(2)	126,0(4)	C(223)-Si(22)-C(222)	112,4(11)
C(113)-Si(11)-K(1)	140,1(3)	C(223)-Si(22)-K(3)	74,5(8)
C(113)-Si(11)-K(2)	127,1(3)	C(223)-Si(22)-K(4)	82,8(6)
C(12)-C(11)-Fe(3)	71,0(3)	C(31)-C(32)-C(33)	108,8(6)
C(12)-C(13)-Fe(3)	69,9(3)	C(31)-C(32)-Fe(4)	70,5(3)
C(12)-Si(6)-Si(61)	112,59(17)	C(31)-C(35)-Fe(4)	70,1(3)
C(12)-Si(6)-Si(62)	105,31(16)	C(31)-Si(7)-Si(71)	113,11(19)
C(12)-Si(6)-Sn(2)	117,76(17)	C(31)-Si(7)-Si(72)	104,07(17)
C(121)-Si(12)-C(122)	104,6(7)	C(31)-Si(7)-Sn(1)	116,38(18)
C(121)-Si(12)-C(123)	107,5(7)	C(32)-C(31)-C(35)	105,7(5)
C(121)-Si(12)-K(1)	163,1(4)	C(32)-C(31)-Fe(4)	68,9(3)
C(121)-Si(12)-K(2)	90,9(5)	C(32)-C(31)-Si(7)	125,0(4)
C(122)-Si(12)-C(123)	104,1(6)	C(32)-C(33)-Fe(4)	69,5(3)
C(122)-Si(12)-K(1)	89,1(4)	C(33)-C(32)-Fe(4)	69,5(4)
C(122)-Si(12)-K(2)	161,1(4)	C(33)-C(34)-C(35)	107,6(6)
C(123)-Si(12)-K(1)	77,8(5)	C(33)-C(34)-Fe(4)	69,4(4)
C(123)-Si(12)-K(2)	80,8(4)	C(34)-C(33)-C(32)	108,5(6)
C(13)-C(12)-Fe(3)	69,0(3)	C(34)-C(33)-Fe(4)	70,6(4)
C(13)-C(12)-Si(6)	130,1(4)	C(34)-C(35)-C(31)	109,4(6)
C(13)-C(14)-C(15)	108,0(5)	C(34)-C(35)-Fe(4)	70,2(4)
C(13)-C(14)-Fe(3)	70,3(3)	C(35)-C(31)-Fe(4)	68,9(3)
C(14)-C(13)-C(12)	109,2(6)	C(35)-C(31)-Si(7)	129,3(4)
C(14)-C(13)-Fe(3)	69,3(4)	C(35)-C(34)-Fe(4)	69,3(4)
C(14)-C(15)-Fe(3)	70,2(3)	C(41)-C(42)-Fe(4)	70,9(3)
C(15)-C(11)-C(12)	109,9(5)	C(41)-C(45)-Fe(4)	70,1(3)
C(15)-C(11)-Fe(3)	69,5(3)	C(41)-Si(8)-Si(81)	110,2(2)
C(15)-C(14)-Fe(3)	69,1(3)	C(41)-Si(8)-Si(82)	102,3(2)
C(21)-C(22)-Fe(3)	68,1(3)	C(41)-Si(8)-Sn(1)	116,49(18)
C(21)-C(22)-Si(5)	124,9(4)	C(42)-C(41)-C(45)	105,4(5)
C(21)-C(25)-Fe(3)	69,5(3)	C(42)-C(41)-Fe(4)	68,3(3)
C(22)-C(21)-Fe(3)	70,9(3)	C(42)-C(41)-Si(8)	124,6(4)
C(22)-C(23)-Fe(3)	70,4(3)	C(42)-C(43)-Fe(4)	69,7(3)
C(22)-Si(5)-Si(51)	110,87(18)	C(43)-C(42)-C(41)	110,0(6)
C(22)-Si(5)-Si(52)	100,21(17)	C(43)-C(42)-Fe(4)	69,5(4)
C(22)-Si(5)-Sn(2)	117,13(17)	C(43)-C(44)-C(45)	107,9(6)
C(23)-C(22)-C(21)	105,2(5)	C(43)-C(44)-Fe(4)	69,0(4)

## 5. Anhang

C(23)-C(22)-Fe(3)	69,0(3)	C(44)-C(43)-C(42)	107,8(6)
C(23)-C(22)-Si(5)	129,9(4)	C(44)-C(43)-Fe(4)	70,5(4)
C(23)-C(24)-Fe(3)	69,7(3)	C(44)-C(45)-C(41)	108,9(6)
C(24)-C(23)-C(22)	109,1(5)	C(44)-C(45)-Fe(4)	69,6(4)
C(24)-C(23)-Fe(3)	69,6(3)	C(45)-C(41)-Fe(4)	68,9(3)
C(24)-C(25)-C(21)	107,8(5)	C(45)-C(41)-Si(8)	130,0(5)
C(24)-C(25)-Fe(3)	70,4(3)	C(45)-C(44)-Fe(4)	69,6(3)
C(25)-C(21)-C(22)	109,8(5)	C(711)-Si(71)-C(712)	107,3(4)
C(25)-C(21)-Fe(3)	69,9(3)	C(711)-Si(71)-Si(7)	105,5(3)
C(25)-C(24)-C(23)	108,0(5)	C(712)-Si(71)-Si(7)	115,3(3)
C(25)-C(24)-Fe(3)	69,3(3)	C(713)-Si(71)-C(711)	110,0(5)
C(511)-Si(51)-C(512)	108,9(4)	C(713)-Si(71)-C(712)	104,1(5)
C(511)-Si(51)-C(513)	107,2(4)	C(713)-Si(71)-Si(7)	114,5(2)
C(511)-Si(51)-Si(5)	112,8(3)	C(721)-Si(72)-Si(7)	111,8(3)
C(512)-Si(51)-Si(5)	108,0(3)	C(722)-Si(72)-C(721)	106,9(4)
C(513)-Si(51)-C(512)	107,0(4)	C(722)-Si(72)-C(723)	108,8(4)
C(513)-Si(51)-Si(5)	112,8(3)	C(722)-Si(72)-Si(7)	112,9(3)
C(521)-Si(52)-Si(5)	110,3(3)	C(723)-Si(72)-C(721)	106,2(5)
C(522)-Si(52)-C(521)	108,0(4)	C(723)-Si(72)-Si(7)	109,9(3)
C(522)-Si(52)-Si(5)	113,4(3)	C(811)-Si(81)-Si(8)	109,4(3)
C(523)-Si(52)-C(521)	107,8(5)	C(812)-Si(81)-C(811)	107,1(4)
C(523)-Si(52)-C(522)	108,7(4)	C(812)-Si(81)-Si(8)	111,5(3)
C(523)-Si(52)-Si(5)	108,5(3)	C(813)-Si(81)-C(811)	107,6(5)
C(611)-Si(61)-C(612)	105,9(4)	C(813)-Si(81)-C(812)	107,4(4)
C(611)-Si(61)-C(613)	108,8(4)	C(813)-Si(81)-Si(8)	113,5(3)
C(611)-Si(61)-Si(6)	113,6(2)	C(821)-Si(82)-C(823)	107,8(5)
C(612)-Si(61)-Si(6)	115,3(3)	C(821)-Si(82)-Si(8)	111,6(3)
C(613)-Si(61)-C(612)	107,7(4)	C(822)-Si(82)-C(821)	107,6(5)
C(613)-Si(61)-Si(6)	105,3(2)	C(822)-Si(82)-C(823)	107,1(6)
C(621)-Si(62)-C(622)	106,0(4)	C(822)-Si(82)-Si(8)	113,1(4)
C(621)-Si(62)-C(623)	108,9(4)	C(823)-Si(82)-Si(8)	109,4(3)
C(621)-Si(62)-Si(6)	110,9(2)	K(3)-Si(21)-K(4)	73,32(6)
C(622)-Si(62)-C(623)	105,8(5)	K(3)-Si(22)-K(4)	73,01(6)
C(622)-Si(62)-Si(6)	115,6(3)	K(4)-N(2)-K(3)	101,00(16)
C(623)-Si(62)-Si(6)	109,2(3)	N(2)-K(3)-C(041)	131,6(2)
K(1)-Si(11)-K(2)	72,60(5)	N(2)-K(3)-C(042)	112,7(2)
K(1)-Si(12)-K(2)	73,88(6)	N(2)-K(3)-C(045)	150,6(3)
K(2)-N(1)-K(1)	101,17(16)	N(2)-K(3)-C(046)	155,0(3)
N(1)-K(2)-C(011)	116,56(18)	N(2)-K(3)-C(051)	136,7(3)
N(1)-K(2)-C(012)	138,1(2)	N(2)-K(3)-C(052)	113,4(2)
N(1)-K(2)-C(013)	155,31(19)	N(2)-K(3)-C(053)	107,5(3)
N(1)-K(2)-C(014)	138,9(2)	N(2)-K(3)-C(055)	139,6(3)
N(1)-K(2)-C(015)	115,9(2)	N(2)-K(3)-C(056)	154,6(3)
N(1)-K(2)-C(016)	107,0(2)	N(2)-K(3)-C(211)	59,4(2)
N(1)-K(2)-C(111)	57,21(18)	N(2)-Si(21)-C(211)	112,9(4)
N(1)-K(2)-Si(11)	26,07(11)	N(2)-Si(21)-C(212)	116,1(4)
N(1)-K(2)-Si(12)	27,07(11)	N(2)-Si(21)-C(213)	112,2(3)

## 5. Anhang

N(1)-K(2)-Sn(2)	95,07(10)	N(2)-Si(21)-K(3)	49,19(18)
N(1)-Si(11)-C(111)	112,3(3)	N(2)-Si(21)-K(4)	47,77(18)
N(1)-Si(11)-C(112)	112,8(3)	N(2)-Si(22)-C(221)	113,9(5)
N(1)-Si(11)-C(113)	116,0(4)	N(2)-Si(22)-C(222)	115,3(4)
N(1)-Si(11)-K(1)	47,94(17)	N(2)-Si(22)-C(223)	109,2(6)
N(1)-Si(11)-K(2)	46,70(17)	N(2)-Si(22)-K(3)	48,18(18)
N(1)-Si(12)-C(121)	114,8(4)	N(2)-Si(22)-K(4)	47,7(2)
N(1)-Si(12)-C(122)	113,4(4)	N(4)-K(3)-C(041)	102,2(3)
N(1)-Si(12)-C(123)	111,5(4)	N(4)-K(3)-C(042)	114,5(3)
N(1)-Si(12)-K(1)	49,30(17)	N(4)-K(3)-C(045)	66,9(3)
N(1)-Si(12)-K(2)	48,81(18)	N(4)-K(3)-C(046)	78,0(3)
N(3)-K(2)-C(011)	105,1(2)	N(4)-K(3)-C(051)	82,7(3)
N(3)-K(2)-C(012)	82,8(2)	N(4)-K(3)-C(052)	106,5(3)
N(3)-K(2)-C(013)	75,9(2)	N(4)-K(3)-C(053)	123,6(3)
N(3)-K(2)-C(014)	92,2(3)	N(4)-K(3)-C(055)	95,0(3)
N(3)-K(2)-C(015)	116,1(3)	N(4)-K(3)-C(056)	77,6(3)
N(3)-K(2)-C(016)	122,6(3)	N(4)-K(3)-C(211)	134,3(2)
N(3)-K(2)-C(111)	114,8(3)	N(4)-K(3)-N(2)	125,38(19)
N(3)-K(2)-N(1)	127,9(2)	Si(21)-C(211)-K(3)	83,8(3)
N(3)-K(2)-Si(11)	127,19(19)	Si(21)-C(213)-K(4)	83,7(3)
N(3)-K(2)-Si(12)	136,04(18)	Si(21)-K(4)-Sn(1)	99,64(5)
N(3)-K(2)-Sn(2)	35,08(16)	Si(21)-N(2)-K(3)	103,6(2)
Si(11)-C(111)-K(2)	83,3(3)	Si(21)-N(2)-K(4)	105,6(2)
Si(11)-C(112)-K(1)	83,0(3)	Si(22)-C(223)-K(3)	75,8(6)
Si(11)-K(2)-Sn(2)	104,19(5)	Si(22)-K(4)-Si(21)	49,95(6)
Si(11)-N(1)-K(1)	105,5(2)	Si(22)-K(4)-Sn(1)	104,89(6)
Si(11)-N(1)-K(2)	107,2(2)	Si(22)-N(2)-K(3)	105,3(2)
Si(11)-N(1)-Si(12)	131,5(3)	Si(22)-N(2)-K(4)	106,0(3)
Si(12)-K(2)-Si(11)	50,13(5)	Si(22)-N(2)-Si(21)	131,5(3)
Si(12)-K(2)-Sn(2)	101,39(5)	Si(7)-C(31)-Fe(4)	125,5(3)
Si(12)-N(1)-K(1)	103,5(2)	Si(7)-Sn(1)-K(3)	134,22(5)
Si(12)-N(1)-K(2)	104,1(2)	Si(7)-Sn(1)-K(4)	118,12(4)
Si(5)-C(22)-Fe(3)	128,6(3)	Si(7)-Sn(1)-Si(8)	99,17(5)
Si(51)-Si(5)-Sn(2)	111,39(7)	Si(71)-Si(7)-Si(72)	105,29(8)
Si(52)-Si(5)-Si(51)	106,82(10)	Si(71)-Si(7)-Sn(1)	110,09(8)
Si(52)-Si(5)-Sn(2)	109,39(8)	Si(72)-Si(7)-Sn(1)	106,90(8)
Si(6)-C(12)-Fe(3)	126,4(3)	Si(8)-C(41)-Fe(4)	127,4(3)
Si(61)-Si(6)-Si(62)	105,74(9)	Si(8)-Sn(1)-K(3)	109,16(5)
Si(61)-Si(6)-Sn(2)	110,48(7)	Si(8)-Sn(1)-K(4)	128,39(5)
Si(62)-Si(6)-Sn(2)	103,69(7)	Si(81)-Si(8)-Sn(1)	112,11(8)
Sn(2)-N(3)-K(2)	101,2(3)	Si(82)-Si(8)-Si(81)	108,62(10)
Sn(2)-N(3A)-K(1)	107,1(7)	Si(82)-Si(8)-Sn(1)	106,29(8)
<hr/>		Sn(1)-N(4)-K(3)	99,9(3)
Molekül 2		Sn(1)-N(4A)-K(4)	105,6(8)
<hr/>		Kokkristallisiertes Toluol	
C(31)-Fe(4)-C(41)	112,9(2)	C(1)-C(2)-C(3)	113,9(9)
C(32)-Fe(4)-C(31)	40,6(2)	C(2)-C(1)-C(7)	123,7(8)
C(32)-Fe(4)-C(34)	68,2(3)		
C(32)-Fe(4)-C(35)	67,9(3)		

## 5. Anhang

C(32)-Fe(4)-C(41)	108,4(2)	C(3)-C(4)-C(5)	115,9(14)
C(32)-Fe(4)-C(44)	146,2(3)	C(4)-C(3)-C(2)	127,6(13)
C(32)-Fe(4)-C(45)	114,8(3)	C(5)-C(6)-C(1)	118,8(10)
C(33)-Fe(4)-C(31)	68,9(2)	C(6)-C(1)-C(2)	119,3(8)
C(33)-Fe(4)-C(32)	41,0(2)	C(6)-C(1)-C(7)	117,0(10)
C(33)-Fe(4)-C(34)	40,0(3)	C(6)-C(5)-C(4)	124,4(12)
C(33)-Fe(4)-C(35)	67,7(3)	C(1A1)-C(1A2)-C(1A3)	116,7(16)
C(33)-Fe(4)-C(41)	133,5(3)	C(1A1)-C(1A6)-C(1A7)	119(2)
C(33)-Fe(4)-C(44)	115,1(3)	C(1A2)-C(1A1)-C(1A6)	121,0(16)
C(33)-Fe(4)-C(45)	110,0(3)	C(1A3)-C(1A4)-C(1A5)	111,8(16)
C(34)-Fe(4)-C(31)	69,0(2)	C(1A4)-C(1A3)-C(1A2)	124,1(17)
C(34)-Fe(4)-C(41)	172,9(3)	C(1A5)-C(1A6)-C(1A1)	110,7(16)
C(35)-Fe(4)-C(31)	41,0(2)	C(1A5)-C(1A6)-C(1A7)	130(3)
C(35)-Fe(4)-C(34)	40,5(3)	C(1A6)-C(1A5)-C(1A4)	135(2)
C(35)-Fe(4)-C(41)	145,1(2)		

**Tabelle 5.3.3e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 7.

Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>23</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>12</sub>
Molekül 1						
Fe(3)	42(1)	47(1)	40(1)	-22(1)	3(1)	-13(1)
Sn(2)	53(1)	57(1)	46(1)	-29(1)	5(1)	-19(1)
K(1)	82(1)	124(1)	76(1)	-65(1)	37(1)	-53(1)
K(2)	74(1)	181(2)	96(1)	-94(1)	40(1)	-71(1)
Si(5)	47(1)	45(1)	50(1)	-25(1)	5(1)	-11(1)
Si(51)	50(1)	75(1)	70(1)	-42(1)	2(1)	0(1)
Si(52)	103(2)	53(1)	78(1)	-30(1)	21(1)	-34(1)
C(511)	54(4)	108(6)	107(6)	-44(5)	25(4)	-19(4)
C(512)	95(6)	146(8)	116(7)	-95(7)	4(5)	12(6)
C(513)	75(5)	91(6)	120(7)	-52(5)	-27(5)	9(4)
C(521)	118(8)	115(7)	183(10)	-80(7)	71(8)	-81(7)
C(522)	142(8)	69(5)	117(7)	-49(5)	9(6)	-34(5)
C(523)	234(14)	68(5)	69(5)	-18(4)	26(7)	-46(7)
Si(6)	38(1)	51(1)	41(1)	-21(1)	1(1)	-10(1)
Si(61)	39(1)	65(1)	70(1)	-35(1)	4(1)	-7(1)
Si(62)	63(1)	72(1)	45(1)	-19(1)	0(1)	-26(1)
C(611)	56(4)	108(6)	91(5)	-42(5)	29(4)	-24(4)
C(612)	69(5)	83(5)	145(8)	-63(6)	0(5)	14(4)
C(613)	44(4)	155(8)	111(6)	-81(6)	-3(4)	-16(4)
C(621)	99(6)	79(5)	49(3)	-22(3)	-8(3)	-29(4)
C(622)	143(8)	62(4)	84(5)	-15(4)	2(5)	-33(5)
C(623)	83(6)	176(9)	59(4)	-28(5)	18(4)	-63(6)
N(1)	52(3)	76(3)	54(3)	-37(3)	7(2)	-19(2)
Si(11)	58(1)	74(1)	52(1)	-29(1)	9(1)	-9(1)



## 5. Anhang

Si(12)	64(1)	68(1)	77(1)	-28(1)	9(1)	-13(1)
C(111)	116(7)	89(5)	70(5)	-28(4)	19(5)	-30(5)
C(112)	89(6)	135(8)	82(6)	-14(5)	18(5)	24(6)
C(113)	130(8)	121(7)	73(5)	-43(5)	-15(5)	-32(6)
C(121)	186(13)	119(9)	205(14)	-70(9)	99(12)	16(9)
C(122)	120(8)	94(7)	169(10)	-34(7)	0(7)	-48(6)
C(123)	217(15)	101(8)	138(10)	-8(7)	-91(10)	-21(9)
N(3)	58(5)	72(5)	60(5)	-32(4)	10(4)	-11(4)
C(11)	42(3)	58(3)	47(3)	-24(3)	5(2)	-18(2)
C(12)	43(3)	44(3)	40(3)	-18(2)	4(2)	-10(2)
C(13)	74(4)	46(3)	52(3)	-25(3)	7(3)	-15(3)
C(14)	89(5)	56(3)	52(3)	-26(3)	4(3)	-32(3)
C(15)	64(4)	68(4)	53(3)	-15(3)	-2(3)	-34(3)
C(21)	46(3)	51(3)	49(3)	-21(3)	13(2)	-17(2)
C(22)	48(3)	43(3)	38(3)	-14(2)	3(2)	-9(2)
C(23)	51(3)	60(3)	47(3)	-27(3)	-3(2)	-12(3)
C(24)	76(4)	56(3)	42(3)	-22(3)	-4(3)	-16(3)
C(25)	69(4)	60(3)	51(3)	-31(3)	19(3)	-15(3)
C(011)	67(5)	102(6)	69(4)	-32(4)	10(4)	-17(4)
C(012)	63(4)	85(5)	89(5)	-33(4)	31(4)	-21(4)
C(013)	53(4)	123(7)	82(5)	-45(5)	20(4)	-34(4)
C(014)	72(5)	93(6)	95(6)	-21(5)	18(4)	-21(5)
C(015)	90(6)	96(6)	118(8)	-43(6)	32(6)	-28(5)
C(016)	79(6)	126(8)	91(6)	-45(6)	14(5)	-15(6)
C(017)	100(8)	127(9)	182(12)	-71(9)	35(8)	-23(7)
C(021)	111(8)	80(6)	140(9)	-49(6)	56(7)	-31(5)
C(022)	83(6)	143(9)	136(9)	-100(8)	49(6)	-47(6)
C(023)	79(6)	118(8)	90(6)	-35(6)	30(5)	-24(5)
C(024)	89(6)	77(5)	94(6)	-35(5)	26(5)	-15(4)
C(025)	99(6)	98(6)	80(5)	-48(5)	29(5)	-18(5)
C(026)	95(6)	95(6)	72(5)	-20(5)	27(4)	-10(5)
C(027)	122(10)	260(18)	320(20)	-232(18)	71(12)	-70(11)

## Molekül 2

Fe(4)	43(1)	63(1)	45(1)	-29(1)	7(1)	-6(1)
Sn(1)	46(1)	70(1)	53(1)	-37(1)	9(1)	-8(1)
K(3)	46(1)	170(2)	151(2)	-129(2)	-10(1)	1(1)
K(4)	52(1)	97(1)	128(1)	-75(1)	8(1)	-15(1)
Si(7)	36(1)	61(1)	43(1)	-23(1)	7(1)	-13(1)
Si(71)	52(1)	70(1)	61(1)	-24(1)	5(1)	-27(1)
Si(72)	53(1)	89(1)	45(1)	-24(1)	7(1)	-14(1)
C(711)	56(4)	157(8)	114(6)	-75(6)	35(4)	-51(5)
C(712)	143(9)	99(6)	119(7)	-55(6)	33(6)	-71(6)
C(713)	80(5)	125(7)	95(6)	-13(5)	-22(4)	-60(5)
C(721)	116(7)	86(6)	74(5)	-6(4)	2(5)	6(5)
C(722)	98(6)	129(7)	59(4)	-50(5)	27(4)	-32(5)
C(723)	65(5)	178(10)	67(5)	-35(6)	0(4)	-35(6)
Si(8)	54(1)	59(1)	54(1)	-31(1)	11(1)	-15(1)

## 5. Anhang

Si(81)	76(1)	82(1)	69(1)	-41(1)	29(1)	-44(1)
Si(82)	85(1)	62(1)	82(1)	-36(1)	-6(1)	3(1)
C(811)	135(8)	116(7)	98(6)	-69(5)	50(6)	-79(6)
C(812)	140(8)	95(6)	90(6)	-44(5)	56(6)	-59(6)
C(813)	76(5)	115(7)	107(6)	-39(5)	3(4)	-52(5)
C(821)	132(8)	82(6)	127(8)	-59(6)	12(6)	1(5)
C(822)	163(11)	134(9)	71(5)	-29(6)	-24(6)	28(8)
C(823)	92(7)	98(7)	228(14)	-62(8)	-55(8)	5(6)
N(2)	52(3)	77(3)	55(3)	-40(3)	6(2)	-4(2)
Si(21)	70(1)	68(1)	68(1)	-33(1)	7(1)	-14(1)
Si(22)	87(2)	116(2)	53(1)	-22(1)	5(1)	-14(1)
C(211)	120(8)	130(8)	100(6)	-41(6)	21(6)	-68(7)
C(212)	214(14)	82(6)	140(9)	-62(6)	49(9)	-16(7)
C(213)	108(7)	88(6)	98(6)	-22(5)	-26(5)	-22(5)
C(221)	185(13)	299(19)	82(7)	-101(10)	12(7)	-89(13)
C(222)	117(10)	330(20)	102(8)	-22(11)	45(7)	-89(12)
C(223)	670(50)	101(10)	95(9)	-3(8)	28(17)	29(18)
N(4)	67(5)	76(5)	52(4)	-33(4)	4(3)	-28(4)
C(31)	38(3)	54(3)	45(3)	-20(2)	-3(2)	-1(2)
C(32)	40(3)	80(4)	50(3)	-29(3)	1(2)	-8(3)
C(33)	45(3)	93(5)	61(4)	-31(4)	11(3)	0(3)
C(34)	69(4)	77(4)	63(4)	-39(4)	4(3)	5(4)
C(35)	54(3)	59(3)	59(3)	-31(3)	2(3)	0(3)
C(41)	55(3)	58(3)	41(3)	-22(3)	7(2)	-11(3)
C(42)	53(3)	65(4)	53(3)	-30(3)	-2(3)	-6(3)
C(43)	75(5)	83(5)	60(4)	-42(4)	-13(3)	-7(4)
C(44)	90(5)	83(5)	51(3)	-37(3)	14(3)	-8(4)
C(45)	62(4)	74(4)	50(3)	-30(3)	18(3)	-18(3)
C(031)	43(4)	136(8)	163(10)	-107(8)	6(5)	-11(4)
C(032)	85(6)	124(8)	112(7)	-51(7)	-18(5)	-28(6)
C(033)	139(10)	169(12)	115(8)	-85(9)	6(7)	-64(9)
C(034)	126(9)	106(8)	131(9)	-55(7)	-9(7)	-55(7)
C(035)	92(6)	91(6)	129(8)	-47(6)	11(6)	-38(5)
C(036)	82(6)	115(8)	140(8)	-66(7)	34(6)	-40(6)
C(037)	121(10)	210(15)	257(18)	-155(14)	45(11)	-38(10)

## Kokkristallisiertes Toluol

C(1)	69(5)	137(8)	132(8)	-94(7)	19(5)	-23(5)
C(2)	88(7)	98(7)	176(12)	-52(8)	35(8)	-4(6)
C(3)	113(11)	250(20)	117(10)	-72(12)	5(9)	38(13)
C(4)	94(11)	440(40)	280(30)	-280(30)	-61(14)	88(19)
C(5)	119(12)	226(19)	310(30)	-190(20)	-20(14)	-23(12)
C(6)	136(10)	134(9)	169(11)	-93(9)	8(9)	-33(8)
C(7)	109(9)	286(19)	181(12)	-168(14)	21(8)	-41(10)
C(1A1)	182(14)	135(10)	116(10)	-53(9)	18(9)	-11(9)
C(1A2)	158(13)	152(13)	164(14)	-64(11)	8(11)	-25(10)
C(1A3)	168(13)	126(11)	153(12)	-40(10)	3(10)	-52(10)
C(1A4)	166(13)	104(9)	191(16)	-55(11)	-10(11)	-41(9)

## 5. Anhang

C(1A5)	140(12)	166(14)	148(13)	-4(11)	-47(11)	-44(10)
C(1A6)	134(13)	350(30)	102(10)	-74(15)	-12(9)	-29(16)
C(1A7)	260(20)	480(40)	87(9)	-101(16)	9(12)	-20(20)

**Tabelle 5.3.3f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **7**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.*

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Molekül 1					
H(01A)	6533	13678	-10201	100	
H(01B)	7772	12989	-8352	102	
H(01C)	7876	11759	-8115	114	
H(01D)	7308	11463	-8893	123	
H(01E)	6635	12409	-9919	122	
H(01F)	6784	14619	-9930	206	
H(01G)	7587	14381	-9504	206	
H(01H)	6843	14374	-9111	206	
H(02A)	2594	10902	-6277	132	
H(02B)	1741	13519	-7369	107	
H(02C)	2391	12891	-6256	109	
H(02D)	2833	11582	-5717	116	
H(02E)	1530	12848	-7943	120	
H(02G)	2016	10838	-7266	289	
H(02H)	2020	11555	-8004	289	
H(02I)	1267	11478	-7623	289	
H(11A)	4705	13870	-9358	142	
H(11B)	4269	14108	-10095	142	
H(11C)	5035	13481	-9826	142	
H(11D)	3158	13608	-8773	186	
H(11E)	2730	13132	-9003	186	
H(11F)	2902	13906	-9581	186	
H(11G)	3554	12224	-9733	163	
H(11H)	4316	12428	-10054	163	
H(11I)	3549	13053	-10339	163	
H(11J)	6714	14112	-6512	57	
H(12A)	5094	11142	-9126	271	
H(12B)	5392	10368	-8429	271	
H(12C)	5807	11047	-8643	271	
H(12D)	3547	11094	-8527	202	
H(12E)	3486	10988	-7748	202	
H(12F)	3975	10327	-7876	202	
H(12G)	4835	11001	-6900	260	
H(12H)	5643	10893	-7173	260	
H(12I)	5172	10257	-6971	260	
H(13A)	4922	15108	-5747	68	

## 5. Anhang

H(14A)	6178	15170	-5231	75	
H(15A)	7285	14556	-5707	76	
H(1B)	4621	12396	-8178	69	
H(21J)	4988	13031	-4931	58	
H(23A)	7353	12638	-4662	62	
H(24A)	6788	13287	-3910	69	
H(25A)	5329	13532	-4083	69	
H(3A)	6634	13028	-7317	76	0,65976
H(3AA)	4044	12734	-6221	98	0,34024
H(3AB)	4519	11977	-6043	98	0,34024
H(3B)	6095	13741	-7805	76	0,65976
H(51A)	8506	12473	-6217	138	
H(51B)	8009	12850	-5805	138	
H(51C)	7726	13056	-6585	138	
H(51D)	7978	11322	-6547	167	
H(51E)	7177	11876	-6888	167	
H(51F)	7228	11047	-6264	167	
H(51G)	8599	10923	-5078	148	
H(51H)	7868	10613	-4785	148	
H(51I)	8109	11219	-4604	148	
H(52A)	4629	10846	-4443	188	
H(52B)	4514	11523	-5223	188	
H(52C)	4656	11675	-4575	188	
H(52D)	5901	9887	-4780	157	
H(52E)	6612	10201	-5129	157	
H(52F)	5812	10522	-5578	157	
H(52G)	6183	10248	-3584	192	
H(52H)	6200	11085	-3733	192	
H(52I)	6881	10601	-3918	192	
H(61A)	2938	14024	-5636	129	
H(61B)	3779	13894	-5332	129	
H(61C)	3581	13380	-5656	129	
H(61D)	2784	15614	-6553	150	
H(61E)	3346	15946	-7129	150	
H(61F)	3610	15617	-6317	150	
H(61G)	2568	14621	-7223	144	
H(61H)	3256	14015	-7247	144	
H(61I)	3188	14893	-7752	144	
H(62A)	4606	15235	-9101	116	
H(62B)	4055	14859	-8531	116	
H(62C)	4864	14376	-8517	116	
H(62D)	4529	16497	-8805	153	
H(62E)	4687	16389	-8033	153	
H(62F)	3943	16207	-8243	153	
H(62G)	6033	15574	-8680	167	
H(62H)	6298	14719	-8086	167	
H(62I)	6227	15390	-7887	167	

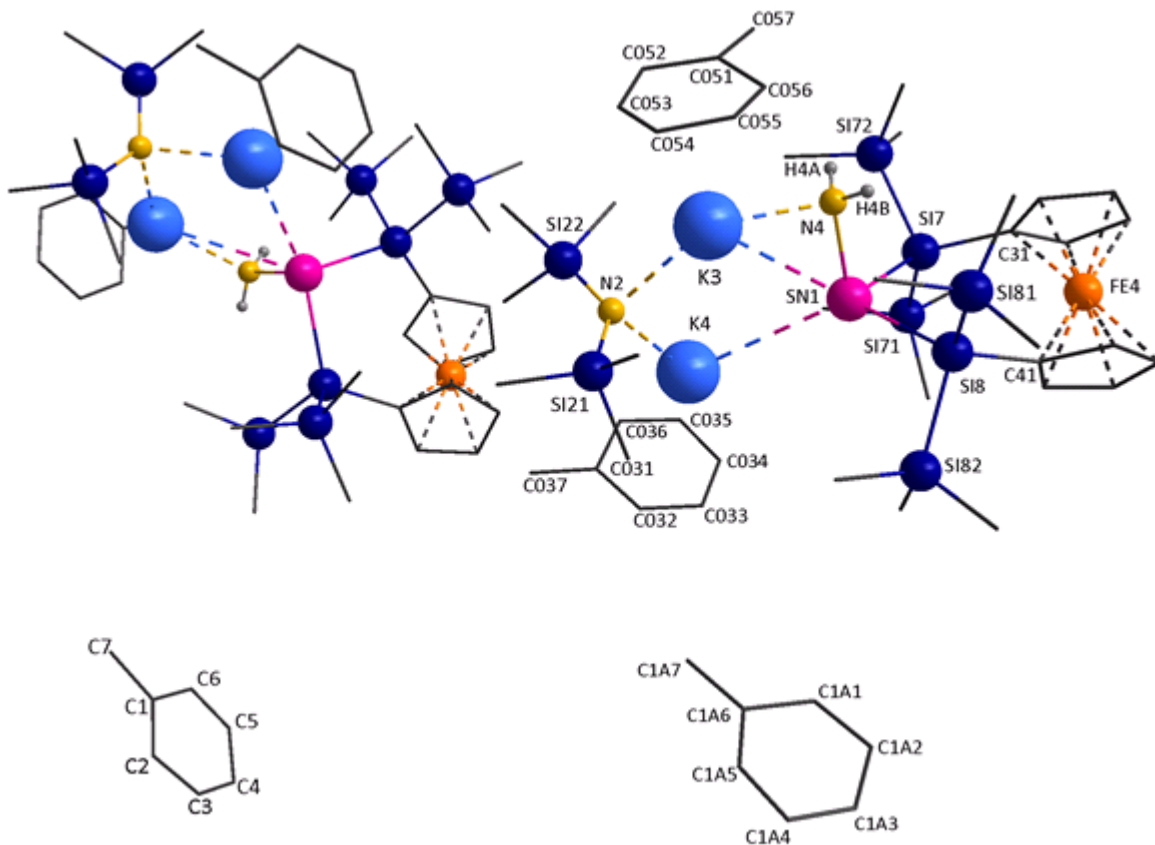
## 5. Anhang

H(72A)	-265	16597	-4215	164	
H(72B)	425	16340	-3642	164	
H(72C)	-415	16507	-3452	164	
Molekül 2					
H(03A)	3705	13764	-2878	124	
H(03B)	3570	13194	-1690	140	
H(03C)	4862	10998	-2499	266	
H(03D)	5169	11702	-3048	266	
H(03E)	4363	11595	-3215	266	
H(03F)	4170	13044	-3429	128	
H(03G)	4452	11174	-1520	129	
H(03H)	3919	11891	-1000	155	
H(042)	-571	11540	-4208	89	0,500
H(043)	-655	12862	-4923	133	0,500
H(044)	-1220	13723	-4686	132	0,500
H(045)	-1693	13349	-3581	133	0,500
H(046)	-1761	12146	-2866	123	0,500
H(04A)	-1028	10797	-2486	218	0,500
H(04B)	-958	10569	-3104	218	0,500
H(04C)	-1766	10868	-2926	218	0,500
H(052)	-648	12570	-4744	100	0,500
H(053)	-417	11225	-4097	125	0,500
H(054)	-794	10615	-3103	155	0,500
H(055)	-1588	11307	-2637	118	0,500
H(056)	-1797	12576	-3110	108	0,500
H(05A)	-1969	13774	-4379	175	0,500
H(05B)	-1176	13779	-4695	175	0,500
H(05C)	-1237	13683	-3920	175	0,500
H(21A)	802	10413	-2459	173	
H(21B)	948	10601	-1834	173	
H(21C)	1330	9795	-1769	173	
H(21D)	2946	10208	-3069	216	
H(21E)	2145	10079	-3217	216	
H(21F)	2627	9541	-2478	216	
H(21G)	3136	10692	-1877	159	
H(21H)	2812	9968	-1405	159	
H(21I)	2423	10769	-1464	159	
H(22A)	1600	11172	-4266	267	
H(22B)	1650	11917	-4963	267	
H(22C)	916	11893	-4554	267	
H(22D)	3102	11465	-4076	309	
H(22E)	3204	12131	-3914	309	
H(22F)	2904	12316	-4684	309	
H(22G)	1571	13303	-4011	486	
H(22H)	867	13126	-4293	486	
H(22I)	1524	13377	-4780	486	
H(2A)	1604	11934	-2911	71	

## 5. Anhang

H(32A)	-1342	14174	-1792	69	
H(33A)	-2188	14742	-1093	84	
H(34A)	-1484	15581	-823	84	
H(35A)	-194	15531	-1343	70	
H(42A)	845	13494	-314	69	
H(43A)	237	14177	389	85	
H(44A)	-1067	13837	701	89	
H(45A)	-1270	12949	175	74	
H(4A)	-433	13640	-3011	74	0,72934
H(4AA)	1864	12197	-1122	85	0,27066
H(4AB)	1993	12977	-1476	85	0,27066
H(4B)	-738	13080	-2396	74	0,72934
H(71A)	2484	14959	-2658	151	
H(71B)	1750	15154	-3164	151	
H(71C)	2129	14296	-2634	151	
H(71D)	1741	15969	-2042	167	
H(71E)	923	15927	-1784	167	
H(71F)	1032	16230	-2597	167	
H(71G)	2376	14451	-1078	164	
H(71H)	2084	13744	-1025	164	
H(71I)	1607	14287	-750	164	
H(72D)	268	15265	-4462	138	
H(72E)	438	14420	-3843	138	
H(72F)	984	14962	-3905	138	
H(72G)	-1306	15570	-4063	166	
H(72H)	-1452	15463	-3294	166	
H(72I)	-1185	14742	-3418	166	
H(81A)	-1218	11170	-1278	151	
H(81B)	-351	10955	-1002	151	
H(81C)	-670	11692	-1724	151	
H(81D)	-1682	11110	94	154	
H(81E)	-1363	11578	411	154	
H(81F)	-818	10875	387	154	
H(81G)	-2293	12476	-1245	149	
H(81H)	-1784	13034	-1714	149	
H(81I)	-2011	13012	-990	149	
H(82A)	1679	10234	134	170	
H(82B)	1447	10856	-664	170	
H(82C)	834	10448	-201	170	
H(82D)	1208	10536	1324	210	
H(82E)	341	10751	1049	210	
H(82F)	694	11322	1203	210	
H(82G)	2319	11349	420	223	
H(82H)	1813	12153	259	223	
H(82I)	2079	11986	-372	223	
Kokristallisiertes Toluol					
H(2)	9956	7516	-2889	154	

H(31)	10459	7657	-1945	216
H(4)	10646	8684	-2024	298
H(5)	10486	9733	-3149	235
H(6)	10046	9720	-4120	164
H(73)	9575	9176	-4670	254
H(72)	9105	8568	-4214	254
H(71)	9932	8298	-4378	254
H(1AA)	3223	10009	991	181
H(1AC)	3907	7948	1318	213
H(1AD)	2902	9550	2150	196
H(1AE)	3256	8253	2879	187
H(1AF)	3672	7420	2443	188
H(1AG)	3857	8873	135	448
H(1AH)	4160	9517	209	448
H(1AI)	3297	9657	-42	448



**Abbildung 5.3:** Molekülstruktur von 7; Lagefehlordnungskonformer mit höherprozentigem Anteil.

### 5.3.4 Kalium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid (9)

**Tabelle 5.3.4a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung 9.

Summenformel	C <sub>46</sub> H <sub>72</sub> Fe <sub>2</sub> KNSi <sub>6</sub> Sn	
Molekulargewicht	1077,08 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, $P\bar{1}$	
Dimension der Elementarzelle	a = 10,8441(8) Å	$\alpha = 69,537(2)^\circ$
	b = 15,1925(12) Å	$\beta = 88,606(3)^\circ$
	c = 17,8179(14) Å	$\gamma = 74,788(2)^\circ$
Volumen	2646,5(4) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	2; 1,352 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	1,254 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	1120	
Messbereich	2,37° ≤ $\theta$ ≤ 27,86°	
Messbereich des reziproken Raumes	-14 ≤ h ≤ 14; -18 ≤ k ≤ 19; -23 ≤ l ≤ 23	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	34657 / 12573 [R <sub>int</sub> = 0,2134]	
Vollständigkeit bis $\theta = 27,86^\circ$	99,7 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	12573 / 1 / 520	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,654	
Gütefaktoren [ $ >2\sigma(I)$ ]	R1 = 0,0584, wR2 = 0,0672	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,2221, wR2 = 0,0993	
Max. / min. Restelektronendichte	0,505 e/Å <sup>3</sup> und -0,540 e/Å <sup>3</sup>	



**Tabelle 5.3.4b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **9**.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
K(1)	6151(2)	2401(1)	13309(1)	37(1)
N(1)	4465(6)	1328(5)	13761(4)	39(2)
Sn(1)	2673(1)	2226(1)	13069(1)	27(1)
Si(1)	2687(2)	3884(2)	13311(1)	25(1)
Si(11)	757(2)	5034(2)	12654(1)	33(1)
C(111)	-44(7)	5894(5)	13173(5)	50(3)
C(112)	998(7)	5777(5)	11621(4)	37(2)
C(113)	-435(7)	4362(6)	12604(5)	55(3)
Si(12)	2457(2)	3549(2)	14692(1)	29(1)
C(121)	887(6)	3281(5)	14941(4)	36(2)
C(122)	3737(7)	2448(5)	15319(4)	37(2)
C(123)	2514(7)	4586(5)	15020(4)	36(2)
Si(2)	3780(2)	2222(2)	11691(1)	26(1)
Si(21)	3455(2)	742(2)	11686(1)	34(1)
C(211)	4352(8)	229(5)	10954(4)	50(3)
C(212)	3901(7)	-252(5)	12685(4)	43(2)
C(213)	1730(7)	942(6)	11455(5)	53(3)
Si(22)	2634(2)	3445(2)	10522(1)	35(1)
C(221)	3128(7)	4603(5)	10205(4)	50(3)
C(222)	2748(7)	3098(6)	9611(4)	55(3)
C(223)	897(7)	3698(5)	10729(5)	47(3)
Fe(1)	7001(1)	1984(1)	10942(1)	32(1)
C(100)	8027(9)	2414(7)	9984(5)	52(3)
C(101)	5552(7)	2140(5)	11707(4)	28(2)
C(102)	6159(8)	2919(6)	11490(5)	36(2)
C(103)	7468(8)	2557(6)	11727(5)	40(2)
C(104)	7716(8)	1538(6)	12084(4)	38(2)
C(105)	6580(7)	1277(5)	12080(4)	28(2)
C(106)	8394(9)	1411(7)	10344(5)	47(3)
C(107)	7349(8)	1054(6)	10314(5)	43(2)
C(108)	6304(9)	1871(6)	9942(5)	45(2)
C(109)	6703(9)	2708(6)	9745(5)	42(2)
Fe(2)	4597(1)	5686(1)	12908(1)	33(1)
C(200)	4232(10)	6518(6)	13610(6)	57(3)
C(201)	4150(7)	4390(5)	13065(5)	29(2)
C(202)	4587(7)	4784(5)	12280(4)	30(2)
C(203)	5824(8)	4867(6)	12372(5)	41(2)
C(204)	6180(8)	4575(5)	13195(5)	35(2)
C(205)	5168(7)	4279(5)	13620(5)	30(2)
C(206)	3126(10)	6632(7)	13168(7)	62(3)
C(207)	3311(9)	7012(6)	12355(6)	54(3)
C(208)	4557(10)	7108(6)	12299(6)	53(3)

## 5. Anhang

C(209)	5127(9)	6790(6)	13082(6)	47(3)
C(301)	8103(8)	546(6)	14617(5)	36(2)
C(302)	7367(8)	938(6)	15140(5)	41(2)
C(303)	7456(9)	1777(7)	15188(5)	51(3)
C(304)	8231(8)	2288(6)	14731(6)	48(3)
C(305)	8994(8)	1913(7)	14224(5)	48(3)
C(306)	8941(8)	1049(6)	14169(5)	44(2)
C(307)	8021(8)	-381(6)	14558(5)	69(3)
Kokkristallisiertes Toluol				
C(401)	10413(10)	1323(6)	7531(7)	55(3)
C(402)	11593(10)	1399(5)	7258(5)	46(3)
C(403)	12467(9)	1548(6)	7713(6)	50(3)
C(404)	12203(10)	1614(6)	8429(6)	67(3)
C(405)	11000(11)	1541(6)	8718(6)	64(3)
C(406)	10152(10)	1377(6)	8286(6)	54(3)
C(407)	9465(10)	1179(7)	7062(6)	97(4)

**Tabelle 5.3.4c:** Bindungslängen in Å von Verbindung 9.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
K(1)-N(1)	2,687(7)	C(101)-C(105)	1,437(9)
K(1)-C(101)	3,122(7)	C(102)-C(103)	1,398(10)
K(1)-C(102)	3,057(8)	C(103)-C(104)	1,405(10)
K(1)-C(103)	3,092(8)	C(104)-C(105)	1,391(9)
K(1)-C(104)	3,166(7)	C(106)-C(100)	1,379(11)
K(1)-C(105)	3,174(7)	C(106)-C(107)	1,388(11)
K(1)-C(201)	3,116(7)	C(107)-C(108)	1,410(11)
K(1)-C(204)	3,246(7)	C(108)-C(109)	1,378(10)
K(1)-C(205)	3,012(7)	C(109)-C(100)	1,415(11)
K(1)-C(301)	3,220(8)	Fe(2)-C(200)	2,034(8)
K(1)-C(305)	3,303(9)	Fe(2)-C(201)	2,074(7)
K(1)-C(306)	3,238(8)	Fe(2)-C(202)	2,052(7)
N(1)-Sn(1)	2,170(7)	Fe(2)-C(203)	2,031(8)
Sn(1)-Si(1)	2,705(2)	Fe(2)-C(204)	1,995(8)
Sn(1)-Si(2)	2,708(2)	Fe(2)-C(205)	2,002(7)
Si(1)-C(201)	1,915(7)	Fe(2)-C(206)	2,013(9)
Si(1)-Si(12)	2,352(3)	Fe(2)-C(207)	2,044(9)
Si(1)-Si(11)	2,361(3)	Fe(2)-C(208)	2,040(8)
Si(11)-C(111)	1,878(7)	Fe(2)-C(209)	2,028(8)
Si(11)-C(112)	1,847(6)	C(201)-C(202)	1,439(9)
Si(11)-C(113)	1,866(7)	C(201)-C(205)	1,437(10)
Si(12)-C(121)	1,861(7)	C(202)-C(203)	1,398(10)
Si(12)-C(122)	1,876(7)	C(203)-C(204)	1,406(10)
Si(12)-C(123)	1,879(7)	C(204)-C(205)	1,400(8)

## 5. Anhang

Si(2)-C(101)	1,893(8)	C(206)-C(200)	1,389(12)
Si(2)-Si(21)	2,369(3)	C(206)-C(207)	1,392(12)
Si(2)-Si(22)	2,355(3)	C(207)-C(208)	1,394(11)
Si(21)-C(211)	1,871(7)	C(208)-C(209)	1,405(11)
Si(21)-C(212)	1,861(7)	C(209)-C(200)	1,376(10)
Si(21)-C(213)	1,847(8)	C(301)-C(302)	1,401(10)
Si(22)-C(221)	1,867(7)	C(301)-C(306)	1,397(10)
Si(22)-C(222)	1,865(7)	C(301)-C(307)	1,474(10)
Si(22)-C(223)	1,875(7)	C(302)-C(303)	1,336(10)
Fe(1)-C(100)	2,021(8)	C(303)-C(304)	1,356(10)
Fe(1)-C(101)	2,076(7)	C(304)-C(305)	1,379(10)
Fe(1)-C(102)	2,012(7)	C(305)-C(306)	1,365(10)
Fe(1)-C(103)	2,021(8)	Kokristallisiertes Toluol	
Fe(1)-C(104)	2,009(8)	C(401)-C(402)	1,377(11)
Fe(1)-C(105)	2,041(7)	C(401)-C(406)	1,393(12)
Fe(1)-C(106)	2,015(8)	C(401)-C(407)	1,446(13)
Fe(1)-C(107)	2,049(8)	C(402)-C(403)	1,372(12)
Fe(1)-C(108)	2,031(9)	C(403)-C(404)	1,334(11)
Fe(1)-C(109)	2,017(8)	C(404)-C(405)	1,408(12)
C(101)-C(102)	1,435(9)	C(405)-C(406)	1,336(12)

**Tabelle 5.3.4d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung 9.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
C(101)-K(1)-C(104)	43,0(2)	Si(2)-C(101)-Fe(1)	136,2(4)
C(101)-K(1)-C(105)	26,37(17)	Si(2)-C(101)-K(1)	104,4(3)
C(101)-K(1)-C(204)	116,9(2)	C(103)-C(102)-C(101)	110,7(7)
C(101)-K(1)-C(301)	115,6(2)	C(101)-C(102)-Fe(1)	71,8(4)
C(101)-K(1)-C(305)	127,5(2)	C(101)-C(102)-K(1)	79,1(4)
C(101)-K(1)-C(306)	112,6(2)	C(103)-C(102)-Fe(1)	70,1(5)
C(102)-K(1)-C(101)	26,84(17)	C(103)-C(102)-K(1)	78,2(5)
C(102)-K(1)-C(103)	26,28(19)	Fe(1)-C(102)-K(1)	124,8(3)
C(102)-K(1)-C(104)	42,3(2)	C(102)-C(103)-C(104)	106,6(8)
C(102)-K(1)-C(105)	42,58(19)	C(102)-C(103)-Fe(1)	69,4(5)
C(102)-K(1)-C(201)	90,3(2)	C(102)-C(103)-K(1)	75,5(4)
C(102)-K(1)-C(204)	93,0(2)	C(104)-C(103)-Fe(1)	69,1(5)
C(102)-K(1)-C(301)	125,1(2)	C(104)-C(103)-K(1)	80,0(4)
C(102)-K(1)-C(305)	114,3(2)	Fe(1)-C(103)-K(1)	122,8(3)
C(102)-K(1)-C(306)	110,2(2)	C(105)-C(104)-C(103)	109,3(8)
C(103)-K(1)-C(101)	44,1(2)	C(103)-C(104)-Fe(1)	70,1(5)
C(103)-K(1)-C(104)	25,92(18)	C(103)-C(104)-K(1)	74,1(4)
C(103)-K(1)-C(105)	42,67(19)	C(105)-C(104)-Fe(1)	71,1(5)
C(103)-K(1)-C(201)	108,4(2)	C(105)-C(104)-K(1)	77,7(4)
C(103)-K(1)-C(204)	93,6(2)	Fe(1)-C(104)-K(1)	120,0(3)

## 5. Anhang

C(103)-K(1)-C(301)	102,9(2)	C(104)-C(105)-C(101)	109,3(7)
C(103)-K(1)-C(305)	88,5(2)	C(101)-C(105)-Fe(1)	70,9(4)
C(103)-K(1)-C(306)	84,6(2)	C(101)-C(105)-K(1)	74,8(4)
C(104)-K(1)-C(105)	25,34(17)	C(104)-C(105)-Fe(1)	68,7(4)
C(104)-K(1)-C(204)	117,9(2)	C(104)-C(105)-K(1)	77,0(4)
C(104)-K(1)-C(301)	82,8(2)	Fe(1)-C(105)-K(1)	118,4(3)
C(104)-K(1)-C(305)	84,6(2)	C(100)-C(106)-C(107)	109,1(9)
C(104)-K(1)-C(306)	71,2(2)	C(100)-C(106)-Fe(1)	70,3(5)
C(105)-K(1)-C(204)	134,3(2)	C(107)-C(106)-Fe(1)	71,4(5)
C(105)-K(1)-C(301)	89,5(2)	C(106)-C(107)-C(108)	106,6(8)
C(105)-K(1)-C(305)	106,0(2)	C(106)-C(107)-Fe(1)	68,7(5)
C(105)-K(1)-C(306)	87,4(2)	C(108)-C(107)-Fe(1)	69,1(5)
C(201)-K(1)-C(101)	99,7(2)	C(109)-C(108)-C(107)	109,2(8)
C(201)-K(1)-C(104)	132,1(2)	C(107)-C(108)-Fe(1)	70,5(5)
C(201)-K(1)-C(105)	126,0(2)	C(109)-C(108)-Fe(1)	69,5(5)
C(201)-K(1)-C(204)	42,68(19)	C(108)-C(109)-C(100)	106,9(8)
C(201)-K(1)-C(301)	143,7(2)	C(100)-C(109)-Fe(1)	69,7(5)
C(201)-K(1)-C(305)	119,4(2)	C(108)-C(109)-Fe(1)	70,7(5)
C(201)-K(1)-C(306)	142,9(2)	C(106)-C(100)-C(109)	108,1(8)
C(204)-K(1)-C(305)	79,8(2)	C(106)-C(100)-Fe(1)	69,8(5)
C(205)-K(1)-C(101)	124,0(2)	C(109)-C(100)-Fe(1)	69,3(4)
C(205)-K(1)-C(102)	107,5(2)	C(200)-Fe(2)-C(201)	129,1(3)
C(205)-K(1)-C(103)	116,0(2)	C(200)-Fe(2)-C(202)	167,3(4)
C(205)-K(1)-C(104)	141,6(2)	C(200)-Fe(2)-C(207)	67,3(4)
C(205)-K(1)-C(105)	149,2(2)	C(200)-Fe(2)-C(208)	66,9(3)
C(205)-K(1)-C(201)	27,06(19)	C(202)-Fe(2)-C(201)	40,8(2)
C(205)-K(1)-C(204)	25,51(16)	C(203)-Fe(2)-C(200)	151,7(4)
C(205)-K(1)-C(301)	120,2(2)	C(203)-Fe(2)-C(201)	68,2(3)
C(205)-K(1)-C(305)	92,9(2)	C(203)-Fe(2)-C(202)	40,0(3)
C(205)-K(1)-C(306)	115,9(2)	C(203)-Fe(2)-C(207)	127,1(4)
C(301)-K(1)-C(204)	118,7(2)	C(203)-Fe(2)-C(208)	107,2(3)
C(301)-K(1)-C(305)	43,1(2)	C(204)-Fe(2)-C(200)	117,8(4)
C(301)-K(1)-C(306)	24,98(17)	C(204)-Fe(2)-C(201)	69,4(3)
C(306)-K(1)-C(204)	103,7(2)	C(204)-Fe(2)-C(202)	68,8(3)
C(306)-K(1)-C(305)	24,07(18)	C(204)-Fe(2)-C(203)	40,9(3)
N(1)-K(1)-C(101)	78,8(2)	C(204)-Fe(2)-C(205)	41,0(2)
N(1)-K(1)-C(102)	104,7(2)	C(204)-Fe(2)-C(206)	153,5(4)
N(1)-K(1)-C(103)	120,1(2)	C(204)-Fe(2)-C(207)	162,6(4)
N(1)-K(1)-C(104)	102,3(2)	C(204)-Fe(2)-C(208)	124,5(4)
N(1)-K(1)-C(105)	78,77(19)	C(204)-Fe(2)-C(209)	105,0(4)
N(1)-K(1)-C(201)	95,2(2)	C(205)-Fe(2)-C(200)	108,6(3)
N(1)-K(1)-C(204)	134,8(2)	C(205)-Fe(2)-C(201)	41,2(3)
N(1)-K(1)-C(205)	109,71(19)	C(205)-Fe(2)-C(202)	68,6(3)
N(1)-K(1)-C(301)	84,3(2)	C(205)-Fe(2)-C(203)	68,2(3)
N(1)-K(1)-C(305)	126,1(2)	C(205)-Fe(2)-C(206)	121,3(4)
N(1)-K(1)-C(306)	108,2(2)	C(205)-Fe(2)-C(207)	155,9(4)
Sn(1)-N(1)-K(1)	106,1(2)	C(205)-Fe(2)-C(208)	162,5(4)

## 5. Anhang

C(201)-Si(1)-K(1)	53,7(2)	C(205)-Fe(2)-C(209)	125,4(3)
C(201)-Si(1)-Si(11)	113,0(3)	C(206)-Fe(2)-C(200)	40,2(3)
C(201)-Si(1)-Si(12)	106,7(3)	C(206)-Fe(2)-C(201)	110,8(3)
C(201)-Si(1)-Sn(1)	119,7(2)	C(206)-Fe(2)-C(202)	129,8(4)
N(1)-Sn(1)-K(1)	41,52(17)	C(206)-Fe(2)-C(203)	165,5(4)
N(1)-Sn(1)-Si(1)	96,78(18)	C(206)-Fe(2)-C(207)	40,1(3)
N(1)-Sn(1)-Si(2)	90,30(17)	C(206)-Fe(2)-C(208)	67,1(4)
Si(1)-Sn(1)-K(1)	68,47(5)	C(206)-Fe(2)-C(209)	67,3(4)
Si(1)-Sn(1)-Si(2)	109,23(6)	C(207)-Fe(2)-C(201)	121,6(4)
Si(11)-Si(1)-K(1)	152,23(10)	C(207)-Fe(2)-C(202)	109,8(4)
Si(11)-Si(1)-Sn(1)	105,40(10)	C(208)-Fe(2)-C(201)	154,5(4)
Si(12)-Si(1)-K(1)	101,91(9)	C(208)-Fe(2)-C(202)	119,5(3)
Si(12)-Si(1)-Si(11)	105,55(11)	C(208)-Fe(2)-C(207)	39,9(3)
Si(12)-Si(1)-Sn(1)	105,44(9)	C(209)-Fe(2)-C(200)	39,6(3)
Si(2)-Sn(1)-K(1)	72,84(6)	C(209)-Fe(2)-C(201)	164,5(4)
Sn(1)-Si(1)-K(1)	70,60(5)	C(209)-Fe(2)-C(202)	152,2(3)
C(112)-Si(11)-C(111)	107,7(3)	C(209)-Fe(2)-C(203)	117,7(3)
C(112)-Si(11)-C(113)	108,6(4)	C(209)-Fe(2)-C(207)	67,6(4)
C(113)-Si(11)-C(111)	105,0(3)	C(209)-Fe(2)-C(208)	40,4(3)
C(112)-Si(11)-Si(1)	111,2(2)	C(205)-C(201)-C(202)	105,3(6)
C(113)-Si(11)-Si(1)	108,5(3)	C(202)-C(201)-Fe(2)	68,7(4)
C(111)-Si(11)-Si(1)	115,5(3)	C(202)-C(201)-K(1)	89,1(4)
C(121)-Si(12)-C(122)	107,3(3)	C(202)-C(201)-Si(1)	126,6(6)
C(121)-Si(12)-C(123)	107,6(3)	C(205)-C(201)-Fe(2)	66,7(4)
C(122)-Si(12)-C(123)	107,4(4)	C(205)-C(201)-K(1)	72,4(4)
C(121)-Si(12)-Si(1)	109,3(3)	C(205)-C(201)-Si(1)	127,1(6)
C(122)-Si(12)-Si(1)	111,5(2)	Fe(2)-C(201)-K(1)	124,9(3)
C(123)-Si(12)-Si(1)	113,5(2)	Si(1)-C(201)-Fe(2)	137,5(4)
C(101)-Si(2)-Si(21)	110,1(2)	Si(1)-C(201)-K(1)	96,6(3)
C(101)-Si(2)-Si(22)	112,3(2)	C(203)-C(202)-C(201)	108,5(7)
C(101)-Si(2)-Sn(1)	115,3(2)	C(201)-C(202)-Fe(2)	70,4(4)
Si(21)-Si(2)-Sn(1)	97,68(9)	C(201)-C(202)-K(1)	66,0(4)
Si(22)-Si(2)-Si(21)	105,70(12)	C(203)-C(202)-Fe(2)	69,2(5)
Si(22)-Si(2)-Sn(1)	114,30(10)	C(203)-C(202)-K(1)	79,9(5)
C(211)-Si(21)-Si(2)	116,2(2)	Fe(2)-C(202)-K(1)	113,4(3)
C(212)-Si(21)-C(211)	105,5(4)	C(202)-C(203)-C(204)	109,3(7)
C(212)-Si(21)-Si(2)	112,0(3)	C(202)-C(203)-Fe(2)	70,8(4)
C(213)-Si(21)-C(211)	107,5(4)	C(202)-C(203)-K(1)	76,6(4)
C(213)-Si(21)-C(212)	106,8(3)	C(204)-C(203)-Fe(2)	68,1(4)
C(213)-Si(21)-Si(2)	108,4(3)	C(204)-C(203)-K(1)	69,8(4)
C(221)-Si(22)-C(223)	109,6(4)	Fe(2)-C(203)-K(1)	112,5(3)
C(221)-Si(22)-Si(2)	114,3(3)	C(205)-C(204)-C(203)	107,4(8)
C(222)-Si(22)-C(221)	104,6(4)	C(203)-C(204)-Fe(2)	71,0(5)
C(222)-Si(22)-C(223)	106,1(4)	C(203)-C(204)-K(1)	86,2(5)
C(222)-Si(22)-Si(2)	114,9(3)	C(205)-C(204)-Fe(2)	69,8(4)
C(223)-Si(22)-Si(2)	106,9(3)	C(205)-C(204)-K(1)	67,9(4)
C(100)-Fe(1)-C(101)	156,5(4)	Fe(2)-C(204)-K(1)	122,2(3)

## 5. Anhang

C(100)-Fe(1)-C(105)	160,3(4)	C(204)-C(205)-C(201)	109,6(7)
C(100)-Fe(1)-C(107)	67,2(3)	C(201)-C(205)-Fe(2)	72,1(4)
C(100)-Fe(1)-C(108)	67,2(3)	C(201)-C(205)-K(1)	80,5(4)
C(102)-Fe(1)-C(100)	120,4(3)	C(204)-C(205)-Fe(2)	69,2(4)
C(102)-Fe(1)-C(101)	41,1(3)	C(204)-C(205)-K(1)	86,6(4)
C(102)-Fe(1)-C(103)	40,6(3)	Fe(2)-C(205)-K(1)	133,7(3)
C(102)-Fe(1)-C(105)	68,0(3)	C(200)-C(206)-C(207)	108,7(9)
C(102)-Fe(1)-C(106)	154,3(4)	C(200)-C(206)-Fe(2)	70,7(6)
C(102)-Fe(1)-C(107)	164,3(4)	C(207)-C(206)-Fe(2)	71,1(5)
C(102)-Fe(1)-C(108)	126,9(3)	C(206)-C(207)-C(208)	107,1(10)
C(102)-Fe(1)-C(109)	108,0(3)	C(206)-C(207)-Fe(2)	68,8(5)
C(103)-Fe(1)-C(100)	105,6(3)	C(208)-C(207)-Fe(2)	69,9(5)
C(103)-Fe(1)-C(101)	69,3(3)	C(207)-C(208)-C(209)	108,1(8)
C(103)-Fe(1)-C(105)	68,3(3)	C(207)-C(208)-Fe(2)	70,2(5)
C(103)-Fe(1)-C(107)	154,5(4)	C(209)-C(208)-Fe(2)	69,4(5)
C(103)-Fe(1)-C(108)	161,6(3)	C(200)-C(209)-C(208)	107,8(9)
C(104)-Fe(1)-C(100)	123,2(4)	C(200)-C(209)-Fe(2)	70,4(5)
C(104)-Fe(1)-C(101)	68,7(3)	C(208)-C(209)-Fe(2)	70,2(5)
C(104)-Fe(1)-C(102)	68,0(3)	C(209)-C(200)-C(206)	108,2(9)
C(104)-Fe(1)-C(103)	40,8(3)	C(206)-C(200)-Fe(2)	69,1(5)
C(104)-Fe(1)-C(105)	40,2(3)	C(209)-C(200)-Fe(2)	70,0(5)
C(104)-Fe(1)-C(106)	106,7(3)	C(302)-C(301)-C(307)	121,1(8)
C(104)-Fe(1)-C(107)	121,0(3)	C(302)-C(301)-K(1)	81,0(5)
C(104)-Fe(1)-C(108)	157,4(3)	C(306)-C(301)-C(302)	117,9(8)
C(104)-Fe(1)-C(109)	160,6(4)	C(306)-C(301)-C(307)	121,1(8)
C(105)-Fe(1)-C(101)	40,9(3)	C(306)-C(301)-K(1)	78,2(5)
C(105)-Fe(1)-C(107)	109,7(3)	C(307)-C(301)-K(1)	111,8(6)
C(106)-Fe(1)-C(100)	39,9(3)	C(301)-C(302)-K(1)	74,2(5)
C(106)-Fe(1)-C(101)	162,7(3)	C(303)-C(302)-C(301)	120,3(8)
C(106)-Fe(1)-C(103)	118,9(4)	C(303)-C(302)-K(1)	81,6(6)
C(106)-Fe(1)-C(105)	125,2(3)	C(302)-C(303)-C(304)	122,1(8)
C(106)-Fe(1)-C(107)	39,9(3)	C(302)-C(303)-K(1)	75,4(5)
C(106)-Fe(1)-C(108)	67,4(3)	C(304)-C(303)-K(1)	77,7(5)
C(106)-Fe(1)-C(109)	68,2(3)	C(303)-C(304)-C(305)	119,2(8)
C(107)-Fe(1)-C(101)	126,9(3)	C(303)-C(304)-K(1)	79,1(5)
C(108)-Fe(1)-C(101)	110,0(3)	C(305)-C(304)-K(1)	75,7(5)
C(108)-Fe(1)-C(105)	124,0(3)	C(304)-C(305)-K(1)	80,5(5)
C(108)-Fe(1)-C(107)	40,4(3)	C(306)-C(305)-C(304)	120,2(8)
C(109)-Fe(1)-C(100)	41,0(3)	C(306)-C(305)-K(1)	75,3(5)
C(109)-Fe(1)-C(101)	121,6(3)	C(301)-C(306)-K(1)	76,8(5)
C(109)-Fe(1)-C(103)	123,8(3)	C(305)-C(306)-C(301)	120,2(8)
C(109)-Fe(1)-C(105)	157,8(3)	C(305)-C(306)-K(1)	80,6(5)
C(109)-Fe(1)-C(107)	67,9(3)		
C(109)-Fe(1)-C(108)	39,8(3)	<u>Kokristallisiertes Toluol</u>	
C(102)-C(101)-C(105)	104,1(7)	C(402)-C(401)-C(406)	118,1(10)
C(102)-C(101)-Fe(1)	67,1(4)	C(402)-C(401)-C(407)	121,8(11)
C(102)-C(101)-K(1)	74,1(4)	C(403)-C(402)-C(401)	120,4(9)
		C(403)-C(404)-C(405)	119,2(11)

## 5. Anhang

C(102)-C(101)-Si(2)	128,5(6)	C(404)-C(403)-C(402)	121,2(10)
C(105)-C(101)-Fe(1)	68,3(4)	C(405)-C(406)-C(401)	121,0(10)
C(105)-C(101)-K(1)	78,8(4)	C(406)-C(401)-C(407)	120,1(11)
C(105)-C(101)-Si(2)	126,5(5)	C(406)-C(405)-C(404)	120,0(10)
Fe(1)-C(101)-K(1)	119,3(3)		

**Tabelle 5.3.4e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 9.

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
K(1)	33(1)	37(1)	38(1)	-15(1)	-7(1)	-1(1)
N(1)	52(5)	31(4)	26(4)	-4(4)	4(4)	-6(4)
Sn(1)	26(1)	27(1)	29(1)	-11(1)	5(1)	-9(1)
Si(1)	22(1)	27(1)	26(1)	-10(1)	1(1)	-5(1)
Si(11)	27(1)	31(2)	35(2)	-9(1)	4(1)	-2(1)
C(111)	49(6)	36(6)	50(6)	-9(5)	7(5)	3(5)
C(112)	31(5)	39(6)	29(5)	-5(4)	-4(4)	-1(4)
C(113)	42(6)	57(7)	49(6)	0(5)	0(5)	-10(5)
Si(12)	31(1)	33(2)	28(1)	-16(1)	5(1)	-7(1)
C(121)	33(5)	42(6)	34(5)	-19(4)	5(4)	-7(4)
C(122)	48(6)	38(6)	25(5)	-11(4)	-2(4)	-12(5)
C(123)	45(6)	32(5)	35(5)	-17(4)	11(5)	-11(4)
Si(2)	25(1)	28(1)	23(1)	-8(1)	-2(1)	-6(1)
Si(21)	38(2)	32(2)	37(2)	-15(1)	1(1)	-13(1)
C(211)	84(8)	43(6)	41(6)	-27(5)	11(5)	-32(6)
C(212)	58(7)	31(6)	39(6)	-9(4)	14(5)	-16(5)
C(213)	53(7)	47(6)	63(7)	-14(5)	-4(5)	-27(5)
Si(22)	36(2)	35(2)	28(1)	-9(1)	-7(1)	-4(1)
C(221)	53(6)	38(6)	40(6)	3(5)	-11(5)	-4(5)
C(222)	53(7)	63(7)	39(6)	-17(5)	-14(5)	1(5)
C(223)	29(5)	43(6)	56(6)	-4(5)	-10(5)	-4(5)
Fe(1)	33(1)	34(1)	29(1)	-9(1)	5(1)	-9(1)
C(100)	68(8)	62(8)	40(6)	-21(6)	24(6)	-39(6)
C(101)	44(6)	24(5)	19(5)	-8(4)	5(4)	-13(4)
C(102)	39(6)	31(6)	37(6)	-9(4)	8(5)	-10(5)
C(103)	43(6)	37(6)	41(6)	-15(5)	2(5)	-13(5)
C(104)	33(6)	54(7)	20(5)	-6(4)	6(4)	-6(5)
C(105)	28(5)	26(5)	26(5)	-4(4)	-5(4)	-7(4)
C(106)	44(7)	46(7)	41(6)	-11(5)	11(5)	-6(5)
C(107)	49(6)	43(6)	37(6)	-18(5)	12(5)	-9(5)
C(108)	49(7)	38(6)	43(6)	-10(5)	1(5)	-12(5)
C(109)	51(7)	39(6)	28(5)	-5(4)	14(5)	-10(5)
Fe(2)	36(1)	31(1)	35(1)	-14(1)	1(1)	-12(1)
C(200)	83(9)	48(7)	50(7)	-28(6)	3(7)	-22(6)
C(201)	22(5)	24(5)	48(6)	-26(4)	8(4)	0(4)

## 5. Anhang

C(202)	37(5)	35(5)	18(5)	-4(4)	3(4)	-18(4)
C(203)	37(6)	44(6)	51(7)	-26(5)	18(5)	-16(5)
C(204)	34(6)	25(5)	49(6)	-14(5)	7(5)	-14(4)
C(205)	20(5)	46(6)	34(5)	-19(4)	6(4)	-16(4)
C(206)	56(8)	45(7)	92(10)	-35(7)	13(7)	-13(6)
C(207)	57(7)	31(6)	67(8)	-14(6)	-16(6)	-2(5)
C(208)	89(9)	27(6)	44(7)	-14(5)	6(6)	-16(6)
C(209)	60(7)	44(6)	46(7)	-24(5)	-2(6)	-15(5)
C(301)	43(6)	32(6)	29(5)	-5(4)	-9(4)	-8(5)
C(302)	32(6)	62(7)	33(6)	-16(5)	-1(4)	-21(5)
C(303)	66(8)	61(8)	39(6)	-32(6)	5(5)	-18(6)
C(304)	43(6)	45(7)	64(7)	-27(6)	-22(5)	-9(5)
C(305)	45(7)	49(7)	41(6)	2(5)	6(5)	-22(5)
C(306)	31(6)	58(7)	37(6)	-13(5)	-6(5)	-7(5)
C(307)	75(8)	55(8)	77(8)	-27(6)	-14(6)	-11(6)
Kokristallisiertes Toluol						
C(401)	56(8)	19(5)	79(9)	-16(5)	-13(7)	6(5)
C(402)	58(7)	24(5)	49(7)	-11(5)	16(6)	0(5)
C(403)	52(7)	27(6)	68(8)	-11(5)	2(6)	-13(5)
C(404)	72(9)	44(7)	63(8)	-19(6)	-4(7)	20(6)
C(405)	88(10)	44(7)	49(7)	-22(6)	7(7)	7(6)
C(406)	65(8)	39(6)	38(7)	-6(5)	3(6)	6(5)
C(407)	115(11)	52(8)	104(11)	-7(7)	-13(9)	-13(8)

**Tabelle 5.3.4f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 9.*

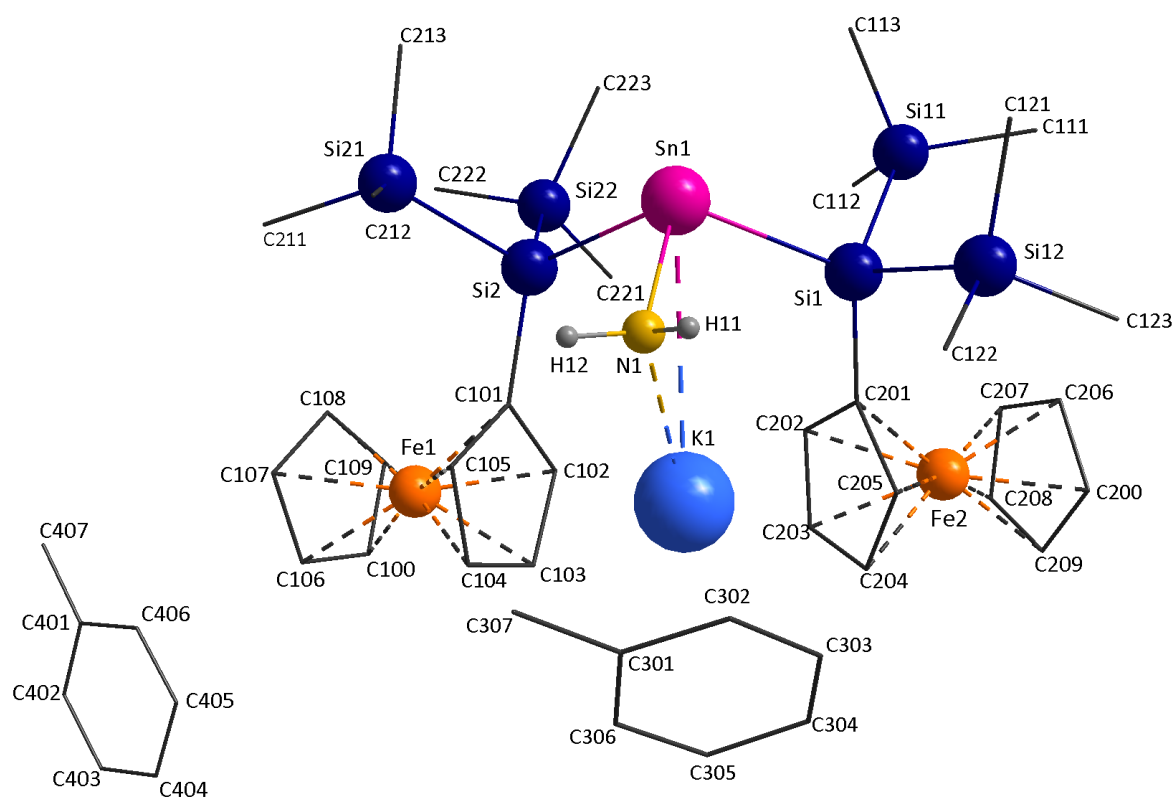
Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H(11)	4380	1050	14410	47
H(12)	4850	580	13800	47
H(11A)	-852	6320	12870	75
H(11B)	520	6292	13203	75
H(11C)	-217	5519	13717	75
H(11D)	1501	5350	11355	55
H(11E)	1456	6246	11639	55
H(11F)	164	6129	11321	55
H(11G)	-462	3880	13136	82
H(11H)	-185	4028	12220	82
H(11I)	-1284	4825	12429	82
H(12A)	859	3014	15526	53
H(12B)	780	2804	14711	53
H(12C)	194	3884	14717	53
H(12D)	4582	2538	15164	55
H(12E)	3635	1868	15232	55



## 5. Anhang

H(12F)	3663	2364	15887	55
H(12G)	1847	5172	14708	54
H(12H)	3356	4714	14931	54
H(12I)	2370	4414	15592	54
H(21A)	5163	408	10872	75
H(21B)	3836	495	10441	75
H(21C)	4526	-483	11167	75
H(21D)	3127	-313	12972	65
H(21E)	4490	-97	12997	65
H(21F)	4320	-869	12612	65
H(21G)	1440	402	11830	80
H(21H)	1589	973	10904	80
H(21I)	1246	1557	11509	80
H(22A)	3589	4670	9717	74
H(22B)	3689	4588	10635	74
H(22C)	2366	5158	10098	74
H(22D)	2901	2390	9774	82
H(22E)	3457	3296	9309	82
H(22F)	1944	3426	9272	82
H(22G)	381	4178	10244	71
H(22H)	768	3957	11166	71
H(22I)	636	3092	10885	71
H(100)	8568	2834	9910	63
H(102)	5730	3589	11222	43
H(103)	8072	2927	11660	48
H(104)	8532	1096	12295	46
H(105)	6497	629	12291	34
H(106)	9229	1026	10575	56
H(107)	7340	388	10507	51
H(108)	5459	1847	9843	53
H(109)	6188	3359	9497	50
H(200)	4351	6290	14180	68
H(202)	4116	4959	11783	36
H(203)	6341	5087	11946	49
H(204)	6964	4576	13421	42
H(205)	5156	4043	14189	37
H(206)	2368	6477	13386	74
H(207)	2703	7175	11920	65
H(208)	4952	7348	11816	63
H(209)	5978	6767	13221	57
H(302)	6801	606	15462	49
H(303)	6962	2024	15554	61
H(304)	8247	2898	14759	58
H(305)	9558	2256	13913	58
H(306)	9477	790	13824	53
H(30A)	8310	-910	15076	104
H(30B)	8567	-521	14145	104

H(30C)	7131	-328	14414	104
Kokristallisiertes Toluol				
H(402)	11804	1347	6751	56
H(403)	13274	1605	7513	60
H(404)	12820	1709	8741	80
H(405)	10790	1607	9219	77
H(406)	9360	1297	8496	64
H(40A)	9657	1383	6497	146
H(40B)	8613	1569	7115	146
H(40C)	9483	487	7258	146



**Abbildung 5.4:** Molekülstruktur von 9.

## 5.3.5 Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidostannanid (10)

**Tabelle 5.3.5a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **10**.

Summenformel	C <sub>49,5</sub> H <sub>76</sub> Fe <sub>2</sub> CsNSi <sub>6</sub> Sn	
Molekulargewicht	1216,95 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, C2/c	
Dimension der Elementarzelle	a = 43,065(8) Å	α = 90°
	b = 10,4689(18) Å	β = 122,386(4)°
	c = 30,004(5) Å	γ = 90°
Volumen	11423(3) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	8; 1,415 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	1,720 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	4968	
Messbereich	2,286° ≤ θ ≤ 27,936°	
Messbereich des reziproken Raumes	-56 ≤ h ≤ 56; -13 ≤ k ≤ 13; -39 ≤ l ≤ 39	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	68928 / 13611 [R <sub>int</sub> = 0,1619]	
Vollständigkeit bis θ = 27,86°	99,9 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	13611 / 15 / 600	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,763	
Gütefaktoren [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0438, wR2 = 0,0598	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,1219, wR2 = 0,0715	
Max. / min. Restelektronendichte	0,673 e/Å <sup>3</sup> und -0,498 e/Å <sup>3</sup>	

Folgende Symmetrieoperationen wurden zur Erzeugung äquivalenter Atome benutzt: #1 x,y+1,z

**Tabelle 5.3.5b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung **10**.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Cs(1)	1605(1)	8829(1)	752(1)	37(1)	
N(1)	1737(1)	11080(5)	272(2)	47(1)	
Sn(1)	1448(1)	12687(1)	336(1)	29(1)	
Si(1)	801(1)	11674(1)	-405(1)	26(1)	
Si(11)	794(1)	12412(2)	-1155(1)	43(1)	
C(111)	832(2)	14184(5)	-1099(3)	88(2)	
C(112)	391(2)	12023(9)	-1812(2)	146(4)	
C(113)	1193(2)	11804(6)	-1177(3)	90(2)	
Si(12)	297(1)	12617(1)	-430(1)	39(1)	
C(121)	399(1)	14349(5)	-266(2)	53(2)	
C(122)	202(2)	11903(5)	55(3)	77(2)	
C(123)	-148(1)	12581(7)	-1086(3)	108(3)	
Si(2)	1581(1)	12254(1)	1313(1)	26(1)	
Si(21)	2226(1)	12370(1)	1834(1)	30(1)	
C(211)	2431(1)	12322(5)	2573(2)	37(1)	
C(212)	2380(1)	13909(5)	1690(2)	46(2)	
C(213)	2439(1)	11045(5)	1666(2)	40(1)	
Si(22)	1375(1)	14156(1)	1493(1)	33(1)	
C(221)	899(1)	14022(5)	1355(2)	48(2)	
C(222)	1374(1)	15491(4)	1068(2)	48(2)	
C(223)	1685(1)	14761(5)	2185(2)	50(2)	
Fe(1)	414(1)	8512(1)	-897(1)	37(1)	
C(100)	-138(1)	8719(7)	-1250(2)	60(2)	
C(101)	789(1)	9866(5)	-386(2)	28(1)	
C(102)	951(1)	8997(5)	-579(2)	35(1)	
C(103)	921(1)	7737(5)	-435(2)	44(2)	
C(104)	740(1)	7783(5)	-164(2)	34(1)	
C(105)	661(1)	9092(4)	-134(2)	31(1)	
C(106)	-18(1)	9391(6)	-1533(2)	50(2)	
C(107)	150(2)	8563(7)	-1704(2)	61(2)	
C(108)	125(2)	7323(7)	-1525(3)	75(2)	
C(109)	-51(2)	7429(7)	-1247(3)	73(2)	
Fe(2)	1361(1)	10179(1)	2120(1)	32(1)	
C(200)	1452(2)	9686(7)	2837(3)	72(2)	
C(201)	1458(1)	10733(4)	1537(2)	25(1)	
C(202)	1716(1)	9784(4)	1892(2)	30(1)	
C(203)	1527(1)	8674(5)	1876(2)	43(1)	
C(204)	1144(1)	8901(5)	1515(2)	41(1)	
C(205)	1106(1)	10148(5)	1316(2)	35(1)	
C(206)	1651(2)	10758(8)	2883(2)	59(2)	
C(207)	1399(2)	11713(5)	2561(2)	53(2)	
C(208)	1048(2)	11184(7)	2325(2)	53(2)	

## 5. Anhang

C(209)	1085(2)	9922(7)	2495(3)	66(2)	
C(301)	2120(2)	8190(6)	54(2)	45(2)	
C(302)	1950(2)	7046(5)	35(2)	48(2)	
C(303)	2054(2)	6385(5)	490(3)	51(2)	
C(304)	2330(2)	6836(6)	973(3)	51(2)	
C(305)	2503(1)	7963(6)	1000(2)	51(2)	
C(306)	2394(2)	8639(5)	547(3)	51(2)	
C(307)	2008(2)	8928(6)	-438(2)	73(2)	
Kokristallisiertes Toluol					
C(401)	1030(4)	13808(9)	3068(4)	96(3)	
C(402)	707(3)	14146(13)	2666(4)	124(4)	
C(403)	665(4)	15246(15)	2398(4)	175(7)	
C(404)	970(5)	15912(15)	2569(7)	183(10)	
C(405)	1322(6)	15783(19)	2951(9)	279(13)	
C(406)	1337(3)	14574(13)	3214(4)	137(5)	
C(407)	1065(3)	12653(10)	3357(4)	170(4)	
C(501)	2403(6)	12406(18)	-312(9)	76(6)	0,500
C(502)	2706(11)	11640(50)	-40(12)	100(16)	0,500
C(503)	2924(6)	11653(19)	497(11)	107(7)	0,500
C(504)	2836(8)	12470(40)	776(10)	111(15)	0,500
C(505)	2509(8)	13130(20)	507(10)	103(8)	0,500
C(506)	2292(8)	13080(40)	-29(10)	64(10)	0,500
C(507)	2186(11)	12480(40)	-902(10)	124(15)	0,500

**Tabelle 5.3.5c:** Bindungslängen in Å von Verbindung **10**.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Cs(1)-C(101)	3,511(4)	C(104)-C(105)	1,426(6)
Cs(1)-C(102)	3,443(5)	C(106)-C(100)	1,397(7)
Cs(1)-C(103)	3,379(5)	C(106)-C(107)	1,392(7)
Cs(1)-C(104)	3,415(4)	C(107)-C(108)	1,430(9)
Cs(1)-C(105)	3,478(4)	C(108)-C(109)	1,402(8)
Cs(1)-C(201)	3,394(4)	C(109)-C(100)	1,401(8)
Cs(1)-C(202)	3,344(5)	Fe(2)-C(200)	2,037(6)
Cs(1)-C(203)	3,568(5)	Fe(2)-C(201)	2,088(5)
Cs(1)-C(303)	3,541(5)	Fe(2)-C(202)	2,025(4)
Cs(1)-C(304)	3,509(5)	Fe(2)-C(203)	2,023(5)
Cs(1)-C(305)	3,641(5)	Fe(2)-C(204)	2,037(5)
Cs(1)-N(1)	2,969(5)	Fe(2)-C(205)	2,049(5)
N(1)-Sn(1)	2,159(5)	Fe(2)-C(206)	2,026(6)
Sn(1)-Si(1)	2,6835(14)	Fe(2)-C(207)	2,030(5)
Sn(1)-Si(2)	2,7083(14)	Fe(2)-C(208)	2,049(5)
Si(1)-C(101)	1,895(5)	Fe(2)-C(209)	2,045(6)
Si(1)-Si(11)	2,364(2)	C(201)-C(202)	1,446(6)

## 5. Anhang

Si(1)-Si(12)	2,3492(19)	C(201)-C(205)	1,427(6)
Si(11)-C(111)	1,861(6)	C(202)-C(203)	1,405(6)
Si(11)-C(112)	1,845(6)	C(203)-C(204)	1,430(6)
Si(11)-C(113)	1,865(6)	C(204)-C(205)	1,408(7)
Si(12)-C(121)	1,868(5)	C(206)-C(200)	1,375(8)
Si(12)-C(122)	1,864(6)	C(206)-C(207)	1,410(7)
Si(12)-C(123)	1,873(6)	C(207)-C(208)	1,397(7)
Si(2)-C(201)	1,910(5)	C(208)-C(209)	1,394(8)
Si(2)-Si(21)	2,3511(18)	C(209)-C(200)	1,368(8)
Si(2)-Si(22)	2,3565(19)	C(301)-C(302)	1,388(7)
Si(21)-C(211)	1,898(5)	C(301)-C(306)	1,391(7)
Si(21)-C(212)	1,878(5)	C(301)-C(307)	1,498(7)
Si(21)-C(213)	1,877(5)	C(302)-C(303)	1,374(7)
Si(22)-C(221)	1,864(5)	C(303)-C(304)	1,375(7)
Si(22)-C(222)	1,889(5)	C(304)-C(305)	1,376(7)
Si(22)-C(223)	1,878(5)	C(305)-C(306)	1,374(7)
C(222)-Cs(1)#1	3,889(5)	Kokkristallisiertes Toluol	
Fe(1)-C(100)	2,029(5)	C(401)-C(402)	1,312(11)
Fe(1)-C(101)	2,078(5)	C(401)-C(406)	1,399(12)
Fe(1)-C(102)	2,040(4)	C(401)-C(407)	1,450(11)
Fe(1)-C(103)	2,028(5)	C(402)-C(403)	1,361(14)
Fe(1)-C(104)	2,021(5)	C(403)-C(404)	1,323(16)
Fe(1)-C(105)	2,033(5)	C(404)-C(405)	1,33(3)
Fe(1)-C(106)	2,035(5)	C(405)-C(406)	1,48(3)
Fe(1)-C(107)	2,050(6)	C(501)-C(502)	1,368(18)
Fe(1)-C(108)	2,033(6)	C(501)-C(506)	1,372(17)
Fe(1)-C(109)	2,035(6)	C(501)-C(507)	1,497(17)
C(101)-C(102)	1,442(6)	C(502)-C(503)	1,364(18)
C(101)-C(105)	1,408(6)	C(503)-C(504)	1,383(18)
C(102)-C(103)	1,416(7)	C(504)-C(505)	1,381(18)
C(103)-C(104)	1,396(6)	C(505)-C(506)	1,361(17)

**Tabelle 5.3.5d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung **10**.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
C(101)-Cs(1)-C(203)	112,45(11)	C(101)-C(102)-Cs(1)	80,7(3)
C(101)-Cs(1)-C(303)	112,87(13)	C(101)-C(102)-Fe(1)	70,9(3)
C(101)-Cs(1)-C(305)	132,54(12)	C(103)-C(102)-Cs(1)	75,5(3)
C(102)-Cs(1)-C(101)	23,91(10)	C(103)-C(102)-Fe(1)	69,2(3)
C(102)-Cs(1)-C(105)	38,25(11)	Fe(1)-C(102)-Cs(1)	123,3(2)
C(102)-Cs(1)-C(203)	131,77(12)	C(104)-C(103)-C(102)	108,5(5)
C(102)-Cs(1)-C(303)	89,10(14)	C(102)-C(103)-Cs(1)	80,6(3)
C(102)-Cs(1)-C(304)	110,00(13)	C(102)-C(103)-Fe(1)	70,1(3)
C(102)-Cs(1)-C(305)	111,68(12)	C(104)-C(103)-Cs(1)	79,6(3)

## 5. Anhang

C(103)-Cs(1)-C(101)	39,35(12)	C(104)-C(103)-Fe(1)	69,6(3)
C(103)-Cs(1)-C(102)	23,93(11)	Fe(1)-C(103)-Cs(1)	126,7(2)
C(103)-Cs(1)-C(104)	23,70(11)	C(103)-C(104)-C(105)	107,3(4)
C(103)-Cs(1)-C(105)	38,67(12)	C(103)-C(104)-Cs(1)	76,7(3)
C(103)-Cs(1)-C(201)	123,27(12)	C(103)-C(104)-Fe(1)	70,1(3)
C(103)-Cs(1)-C(203)	120,69(13)	C(105)-C(104)-Cs(1)	80,6(3)
C(103)-Cs(1)-C(303)	78,07(14)	C(105)-C(104)-Fe(1)	69,9(3)
C(103)-Cs(1)-C(304)	100,56(14)	Fe(1)-C(104)-Cs(1)	125,3(2)
C(103)-Cs(1)-C(305)	111,24(13)	C(101)-C(105)-C(104)	110,1(4)
C(104)-Cs(1)-C(101)	39,15(11)	C(101)-C(105)-Cs(1)	79,7(3)
C(104)-Cs(1)-C(102)	38,85(11)	C(101)-C(105)-Fe(1)	71,7(3)
C(104)-Cs(1)-C(105)	23,85(10)	C(104)-C(105)-Cs(1)	75,6(2)
C(104)-Cs(1)-C(203)	97,59(12)	C(104)-C(105)-Fe(1)	69,0(3)
C(104)-Cs(1)-C(303)	94,58(13)	Fe(1)-C(105)-Cs(1)	121,99(19)
C(104)-Cs(1)-C(304)	115,97(14)	C(107)-C(106)-C(100)	110,2(6)
C(104)-Cs(1)-C(305)	131,78(13)	C(100)-C(106)-Fe(1)	69,7(3)
C(105)-Cs(1)-C(101)	23,24(10)	C(107)-C(106)-Fe(1)	70,7(3)
C(105)-Cs(1)-C(203)	93,61(11)	C(106)-C(107)-C(108)	105,6(6)
C(105)-Cs(1)-C(303)	116,20(13)	C(106)-C(107)-Fe(1)	69,5(3)
C(105)-Cs(1)-C(304)	138,49(14)	C(108)-C(107)-Fe(1)	68,9(3)
C(105)-Cs(1)-C(305)	148,78(12)	C(109)-C(108)-C(107)	108,9(6)
C(201)-Cs(1)-C(101)	91,84(11)	C(107)-C(108)-Fe(1)	70,1(4)
C(201)-Cs(1)-C(102)	115,73(11)	C(109)-C(108)-Fe(1)	69,9(4)
C(201)-Cs(1)-C(104)	102,61(11)	C(100)-C(109)-C(108)	107,5(7)
C(201)-Cs(1)-C(105)	84,71(11)	C(100)-C(109)-Fe(1)	69,6(3)
C(201)-Cs(1)-C(203)	39,07(11)	C(108)-C(109)-Fe(1)	69,8(4)
C(201)-Cs(1)-C(303)	154,90(13)	C(106)-C(100)-C(109)	107,7(6)
C(201)-Cs(1)-C(304)	134,04(13)	C(106)-C(100)-Fe(1)	70,1(3)
C(201)-Cs(1)-C(305)	125,23(12)	C(109)-C(100)-Fe(1)	70,1(3)
C(202)-Cs(1)-C(101)	115,03(11)	C(200)-Fe(2)-C(201)	160,9(3)
C(202)-Cs(1)-C(102)	138,70(11)	C(200)-Fe(2)-C(204)	120,8(3)
C(202)-Cs(1)-C(103)	138,20(13)	C(200)-Fe(2)-C(205)	156,8(3)
C(202)-Cs(1)-C(104)	114,59(12)	C(200)-Fe(2)-C(208)	66,3(2)
C(202)-Cs(1)-C(105)	103,10(11)	C(200)-Fe(2)-C(209)	39,2(2)
C(202)-Cs(1)-C(201)	24,76(10)	C(202)-Fe(2)-C(200)	123,6(2)
C(202)-Cs(1)-C(203)	23,16(10)	C(202)-Fe(2)-C(201)	41,12(16)
C(202)-Cs(1)-C(303)	130,33(13)	C(202)-Fe(2)-C(204)	68,53(19)
C(202)-Cs(1)-C(304)	111,00(13)	C(202)-Fe(2)-C(205)	67,87(19)
C(202)-Cs(1)-C(305)	108,11(12)	C(202)-Fe(2)-C(206)	108,9(2)
C(203)-Cs(1)-C(305)	115,00(13)	C(202)-Fe(2)-C(207)	124,7(2)
C(303)-Cs(1)-C(203)	121,06(13)	C(202)-Fe(2)-C(208)	160,9(2)
C(303)-Cs(1)-C(305)	38,59(13)	C(202)-Fe(2)-C(209)	157,8(3)
C(304)-Cs(1)-C(101)	133,88(13)	C(203)-Fe(2)-C(200)	106,3(2)
C(304)-Cs(1)-C(203)	108,54(13)	C(203)-Fe(2)-C(201)	69,16(19)
C(304)-Cs(1)-C(303)	22,49(11)	C(203)-Fe(2)-C(202)	40,61(18)
C(304)-Cs(1)-C(305)	22,09(11)	C(203)-Fe(2)-C(204)	41,23(18)
N(1)-Cs(1)-C(101)	68,58(12)	C(203)-Fe(2)-C(205)	68,3(2)

## 5. Anhang

N(1)-Cs(1)-C(102)	69,36(13)	C(203)-Fe(2)-C(206)	121,3(2)
N(1)-Cs(1)-C(103)	92,46(14)	C(203)-Fe(2)-C(207)	158,6(2)
N(1)-Cs(1)-C(104)	105,88(13)	C(203)-Fe(2)-C(208)	157,9(2)
N(1)-Cs(1)-C(105)	90,89(12)	C(203)-Fe(2)-C(209)	121,3(3)
N(1)-Cs(1)-C(201)	91,44(12)	C(204)-Fe(2)-C(201)	68,73(18)
N(1)-Cs(1)-C(202)	107,37(13)	C(204)-Fe(2)-C(205)	40,33(18)
N(1)-Cs(1)-C(203)	129,28(13)	C(204)-Fe(2)-C(208)	122,9(2)
N(1)-Cs(1)-C(303)	101,39(13)	C(204)-Fe(2)-C(209)	106,2(2)
N(1)-Cs(1)-C(304)	100,53(13)	C(205)-Fe(2)-C(201)	40,34(16)
N(1)-Cs(1)-C(305)	80,76(13)	C(205)-Fe(2)-C(208)	109,8(2)
Sn(1)-N(1)-Cs(1)	107,91(18)	C(206)-Fe(2)-C(200)	39,6(2)
N(1)-Sn(1)-Si(1)	90,60(14)	C(206)-Fe(2)-C(201)	125,9(2)
N(1)-Sn(1)-Si(2)	99,66(13)	C(206)-Fe(2)-C(204)	156,3(3)
Si(1)-Sn(1)-Si(2)	110,68(4)	C(206)-Fe(2)-C(205)	162,4(3)
N(1)-Sn(1)-Cs(1)	42,61(13)	C(206)-Fe(2)-C(207)	40,7(2)
Si(1)-Sn(1)-Cs(1)	78,17(3)	C(206)-Fe(2)-C(208)	67,3(2)
Si(2)-Sn(1)-Cs(1)	66,92(3)	C(206)-Fe(2)-C(209)	66,8(2)
C(101)-Si(1)-Si(11)	111,56(16)	C(207)-Fe(2)-C(200)	67,0(2)
C(101)-Si(1)-Si(12)	112,49(15)	C(207)-Fe(2)-C(201)	110,1(2)
C(101)-Si(1)-Sn(1)	113,72(14)	C(207)-Fe(2)-C(204)	159,9(3)
Si(11)-Si(1)-Sn(1)	97,84(6)	C(207)-Fe(2)-C(205)	125,8(2)
Si(12)-Si(1)-Si(11)	106,98(7)	C(207)-Fe(2)-C(208)	40,1(2)
Si(12)-Si(1)-Sn(1)	113,14(7)	C(207)-Fe(2)-C(209)	67,3(2)
C(111)-Si(11)-C(113)	107,7(3)	C(208)-Fe(2)-C(201)	124,7(2)
C(111)-Si(11)-Si(1)	106,5(2)	C(209)-Fe(2)-C(201)	159,0(3)
C(112)-Si(11)-C(111)	107,7(4)	C(209)-Fe(2)-C(205)	122,9(2)
C(112)-Si(11)-C(113)	104,1(4)	C(209)-Fe(2)-C(208)	39,8(2)
C(112)-Si(11)-Si(1)	118,0(2)	C(205)-C(201)-C(202)	104,7(4)
C(113)-Si(11)-Si(1)	112,3(2)	C(202)-C(201)-Cs(1)	75,7(2)
C(121)-Si(12)-C(123)	105,1(3)	C(202)-C(201)-Fe(2)	67,1(3)
C(121)-Si(12)-Si(1)	108,38(17)	C(202)-C(201)-Si(2)	125,7(3)
C(122)-Si(12)-C(121)	107,7(3)	C(205)-C(201)-Cs(1)	88,4(3)
C(122)-Si(12)-C(123)	106,4(3)	C(205)-C(201)-Fe(2)	68,4(3)
C(122)-Si(12)-Si(1)	113,00(18)	C(205)-C(201)-Si(2)	128,3(4)
C(123)-Si(12)-Si(1)	115,7(2)	Fe(2)-C(201)-Cs(1)	127,91(18)
C(201)-Si(2)-Cs(1)	58,21(14)	Si(2)-C(201)-Cs(1)	93,22(16)
C(201)-Si(2)-Si(21)	105,05(15)	Si(2)-C(201)-Fe(2)	138,0(2)
C(201)-Si(2)-Si(22)	114,54(15)	C(203)-C(202)-C(201)	109,9(4)
C(201)-Si(2)-Sn(1)	125,65(15)	C(201)-C(202)-Cs(1)	79,6(3)
Si(21)-Si(2)-Cs(1)	92,20(5)	C(201)-C(202)-Fe(2)	71,8(3)
Si(21)-Si(2)-Si(22)	105,05(7)	C(203)-C(202)-Cs(1)	87,4(3)
Si(21)-Si(2)-Sn(1)	101,55(6)	C(203)-C(202)-Fe(2)	69,6(3)
Si(22)-Si(2)-Cs(1)	162,71(6)	Fe(2)-C(202)-Cs(1)	133,4(2)
Si(22)-Si(2)-Sn(1)	102,69(6)	C(202)-C(203)-C(204)	107,6(5)
Sn(1)-Si(2)-Cs(1)	74,40(3)	C(202)-C(203)-Cs(1)	69,4(3)
C(211)-Si(21)-Si(2)	114,90(15)	C(202)-C(203)-Fe(2)	69,8(3)
C(212)-Si(21)-C(211)	107,0(2)	C(204)-C(203)-Cs(1)	86,0(3)



## 5. Anhang

C(212)-Si(21)-Si(2)	109,13(16)	C(204)-C(203)-Fe(2)	69,9(3)
C(213)-Si(21)-C(211)	107,8(2)	Fe(2)-C(203)-Cs(1)	122,5(2)
C(213)-Si(21)-C(212)	106,7(2)	C(205)-C(204)-C(203)	107,4(4)
C(213)-Si(21)-Si(2)	110,94(16)	C(203)-C(204)-Cs(1)	71,6(3)
Si(21)-C(213)-Cs(1)	103,25(16)	C(203)-C(204)-Fe(2)	68,9(3)
C(221)-Si(22)-C(222)	107,5(2)	C(205)-C(204)-Cs(1)	74,8(3)
C(221)-Si(22)-C(223)	108,4(2)	C(205)-C(204)-Fe(2)	70,3(3)
C(221)-Si(22)-Si(2)	112,90(17)	Fe(2)-C(204)-Cs(1)	114,63(18)
C(222)-Si(22)-Si(2)	109,62(17)	C(204)-C(205)-C(201)	110,4(4)
C(223)-Si(22)-C(222)	103,9(2)	C(201)-C(205)-Cs(1)	68,6(3)
C(223)-Si(22)-Si(2)	113,98(18)	C(201)-C(205)-Fe(2)	71,3(3)
Si(22)-C(222)-Cs(1)#1	157,1(2)	C(204)-C(205)-Cs(1)	83,3(3)
C(100)-Fe(1)-C(101)	122,9(2)	C(204)-C(205)-Fe(2)	69,4(3)
C(100)-Fe(1)-C(102)	159,3(2)	Fe(2)-C(205)-Cs(1)	118,44(19)
C(100)-Fe(1)-C(105)	108,4(2)	C(200)-C(206)-C(207)	107,5(5)
C(100)-Fe(1)-C(106)	40,2(2)	C(200)-C(206)-Fe(2)	70,6(4)
C(100)-Fe(1)-C(107)	68,2(2)	C(207)-C(206)-Fe(2)	69,8(3)
C(100)-Fe(1)-C(108)	67,6(3)	C(208)-C(207)-C(206)	107,0(5)
C(100)-Fe(1)-C(109)	40,3(2)	C(206)-C(207)-Fe(2)	69,5(3)
C(102)-Fe(1)-C(101)	40,98(17)	C(208)-C(207)-Fe(2)	70,7(3)
C(102)-Fe(1)-C(107)	108,5(2)	C(209)-C(208)-C(207)	108,0(6)
C(103)-Fe(1)-C(100)	158,6(2)	C(207)-C(208)-Fe(2)	69,2(3)
C(103)-Fe(1)-C(101)	68,90(19)	C(209)-C(208)-Fe(2)	70,0(3)
C(103)-Fe(1)-C(102)	40,72(18)	C(200)-C(209)-C(208)	107,8(6)
C(103)-Fe(1)-C(105)	68,1(2)	C(200)-C(209)-Fe(2)	70,1(4)
C(103)-Fe(1)-C(106)	158,6(2)	C(208)-C(209)-Fe(2)	70,2(3)
C(103)-Fe(1)-C(107)	122,0(3)	C(209)-C(200)-C(206)	109,6(6)
C(103)-Fe(1)-C(108)	106,8(2)	C(206)-C(200)-Fe(2)	69,8(4)
C(103)-Fe(1)-C(109)	122,1(3)	C(209)-C(200)-Fe(2)	70,8(4)
C(104)-Fe(1)-C(100)	123,0(2)	C(302)-C(301)-C(306)	117,6(5)
C(104)-Fe(1)-C(101)	69,00(18)	C(302)-C(301)-C(307)	121,3(6)
C(104)-Fe(1)-C(102)	68,35(19)	C(302)-C(301)-Cs(1)	74,1(3)
C(104)-Fe(1)-C(103)	40,33(18)	C(306)-C(301)-C(307)	121,0(6)
C(104)-Fe(1)-C(105)	41,19(17)	C(306)-C(301)-Cs(1)	76,7(3)
C(104)-Fe(1)-C(106)	160,8(2)	C(307)-C(301)-Cs(1)	118,2(3)
C(104)-Fe(1)-C(107)	156,5(3)	C(303)-C(302)-C(301)	120,6(6)
C(104)-Fe(1)-C(108)	120,1(3)	C(301)-C(302)-Cs(1)	84,8(3)
C(104)-Fe(1)-C(109)	105,6(2)	C(303)-C(302)-Cs(1)	72,3(3)
C(105)-Fe(1)-C(101)	40,04(16)	C(302)-C(303)-C(304)	120,9(5)
C(105)-Fe(1)-C(102)	67,67(18)	C(302)-C(303)-Cs(1)	86,0(3)
C(105)-Fe(1)-C(106)	125,8(2)	C(304)-C(303)-Cs(1)	77,5(3)
C(105)-Fe(1)-C(107)	161,1(2)	C(303)-C(304)-C(305)	119,4(6)
C(105)-Fe(1)-C(108)	156,6(3)	C(303)-C(304)-Cs(1)	80,0(3)
C(105)-Fe(1)-C(109)	121,6(3)	C(305)-C(304)-Cs(1)	84,3(3)
C(106)-Fe(1)-C(101)	110,0(2)	C(306)-C(305)-C(304)	119,9(6)
C(106)-Fe(1)-C(102)	124,4(2)	C(304)-C(305)-Cs(1)	73,6(3)
C(106)-Fe(1)-C(107)	39,8(2)	C(306)-C(305)-Cs(1)	84,7(3)

## 5. Anhang

C(106)-Fe(1)-C(109)	67,4(2)	C(305)-C(306)-C(301)	121,6(6)
C(107)-Fe(1)-C(101)	125,0(2)	C(301)-C(306)-Cs(1)	82,2(3)
C(108)-Fe(1)-C(101)	161,6(3)	C(305)-C(306)-Cs(1)	74,1(3)
C(108)-Fe(1)-C(102)	124,3(3)	Kokristallisiertes Toluol	
C(108)-Fe(1)-C(106)	67,1(2)	C(401)-C(402)-C(403)	120,6(13)
C(108)-Fe(1)-C(107)	41,0(2)	C(401)-C(406)-C(405)	124,1(15)
C(108)-Fe(1)-C(109)	40,3(2)	C(402)-C(401)-C(406)	119,6(11)
C(109)-Fe(1)-C(101)	157,2(3)	C(402)-C(401)-C(407)	119,5(13)
C(109)-Fe(1)-C(102)	159,4(3)	C(403)-C(404)-C(405)	136(2)
C(109)-Fe(1)-C(107)	68,7(3)	C(404)-C(403)-C(402)	115,4(16)
C(105)-C(101)-C(102)	105,4(4)	C(404)-C(405)-C(406)	104,5(12)
C(102)-C(101)-Cs(1)	75,4(3)	C(406)-C(401)-C(407)	120,9(13)
C(102)-C(101)-Fe(1)	68,1(3)	C(502)-C(501)-C(506)	118,0(17)
C(102)-C(101)-Si(1)	126,3(4)	C(502)-C(501)-C(507)	122(2)
C(105)-C(101)-Cs(1)	77,1(3)	C(502)-C(503)-C(504)	119(2)
C(105)-C(101)-Fe(1)	68,2(3)	C(503)-C(502)-C(501)	122(2)
C(105)-C(101)-Si(1)	127,9(4)	C(505)-C(504)-C(503)	118,7(18)
Fe(1)-C(101)-Cs(1)	118,99(18)	C(505)-C(506)-C(501)	120,5(19)
Si(1)-C(101)-Cs(1)	108,00(17)	C(506)-C(501)-C(507)	120,0(19)
Si(1)-C(101)-Fe(1)	133,0(2)	C(506)-C(505)-C(504)	121(2)
C(103)-C(102)-C(101)	108,8(5)		

**Tabelle 5.3.5e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 10.

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Cs(1)	34(1)	33(1)	36(1)	-4(1)	15(1)	1(1)
N(1)	45(3)	51(3)	45(3)	-8(3)	24(3)	0(3)
Sn(1)	26(1)	26(1)	29(1)	-1(1)	11(1)	-4(1)
Si(1)	24(1)	27(1)	24(1)	3(1)	9(1)	-1(1)
Si(11)	42(1)	51(1)	28(1)	10(1)	14(1)	-6(1)
C(111)	158(7)	46(4)	118(6)	31(4)	112(6)	16(4)
C(112)	99(6)	255(12)	28(4)	32(6)	-4(4)	-91(7)
C(113)	128(6)	102(6)	90(5)	38(5)	91(5)	33(5)
Si(12)	26(1)	32(1)	51(1)	2(1)	15(1)	2(1)
C(121)	62(4)	40(4)	70(4)	7(3)	45(4)	7(3)
C(122)	88(5)	47(4)	144(7)	27(4)	94(5)	20(4)
C(123)	33(4)	124(7)	101(6)	-38(5)	-8(4)	28(4)
Si(2)	24(1)	22(1)	25(1)	-1(1)	8(1)	-1(1)
Si(21)	24(1)	29(1)	28(1)	1(1)	8(1)	-3(1)
C(211)	28(3)	37(3)	32(3)	2(3)	7(3)	-5(3)
C(212)	41(3)	45(4)	42(3)	1(3)	16(3)	-16(3)
C(213)	29(3)	45(4)	37(3)	5(3)	12(3)	4(3)
Si(22)	35(1)	23(1)	36(1)	-2(1)	15(1)	1(1)
C(221)	42(3)	44(4)	54(4)	-3(3)	25(3)	8(3)

## 5. Anhang

C(222)	70(4)	21(3)	54(4)	3(3)	34(4)	7(3)
C(223)	58(4)	39(3)	53(4)	-15(3)	31(3)	-9(3)
Fe(1)	28(1)	34(1)	36(1)	-5(1)	8(1)	-6(1)
C(100)	31(3)	66(5)	67(5)	7(4)	17(3)	-5(3)
C(101)	24(3)	34(3)	19(3)	-2(2)	7(2)	-2(2)
C(102)	31(3)	35(3)	38(3)	-11(3)	19(3)	-5(3)
C(103)	25(3)	32(3)	50(4)	-9(3)	3(3)	1(3)
C(104)	26(3)	27(3)	39(3)	-1(3)	12(3)	-8(2)
C(105)	29(3)	30(3)	33(3)	0(2)	17(3)	0(2)
C(106)	38(4)	55(4)	35(4)	2(3)	5(3)	-7(3)
C(107)	60(4)	72(5)	32(4)	-11(4)	11(3)	-7(4)
C(108)	47(4)	64(5)	61(5)	-23(4)	-7(4)	0(4)
C(109)	32(4)	58(5)	76(5)	0(4)	-8(4)	-21(4)
Fe(2)	31(1)	30(1)	37(1)	0(1)	19(1)	-2(1)
C(200)	104(6)	57(5)	68(5)	20(4)	55(5)	16(5)
C(201)	19(3)	23(3)	27(3)	-4(2)	9(2)	0(2)
C(202)	30(3)	24(3)	35(3)	4(2)	18(3)	3(2)
C(203)	45(4)	30(3)	53(4)	2(3)	25(3)	6(3)
C(204)	51(4)	31(3)	54(4)	-8(3)	37(3)	-17(3)
C(205)	27(3)	43(3)	34(3)	-4(3)	15(3)	-5(3)
C(206)	28(4)	108(6)	37(4)	-12(4)	14(3)	5(4)
C(207)	88(5)	38(4)	55(4)	-13(3)	53(4)	-18(4)
C(208)	43(4)	70(5)	48(4)	-4(4)	26(3)	14(4)
C(209)	67(5)	76(6)	79(5)	-14(4)	55(5)	-20(4)
C(301)	44(4)	44(4)	61(4)	12(3)	38(4)	17(3)
C(302)	52(4)	43(4)	57(4)	0(3)	34(4)	5(3)
C(303)	59(4)	29(3)	84(5)	1(4)	51(4)	4(3)
C(304)	52(4)	47(4)	63(5)	18(3)	38(4)	12(3)
C(305)	41(4)	49(4)	57(4)	-1(3)	22(3)	6(3)
C(306)	50(4)	33(3)	83(5)	13(4)	44(4)	10(3)
C(307)	93(5)	71(5)	72(5)	15(4)	56(5)	17(4)

## Kokkristallisiertes Toluol

C(401)	166(10)	90(7)	74(6)	-5(6)	91(7)	24(8)
C(402)	95(7)	189(13)	51(6)	-49(7)	14(6)	48(8)
C(403)	263(18)	173(15)	64(8)	3(9)	72(10)	95(13)
C(404)	280(20)	147(12)	223(19)	-153(14)	202(18)	-144(16)
C(405)	400(30)	260(18)	410(30)	-290(20)	370(30)	-260(20)
C(406)	94(7)	212(13)	141(11)	-143(11)	86(8)	-76(9)
C(407)	289(14)	149(11)	137(9)	-14(8)	157(10)	49(10)
C(501)	91(17)	78(16)	82(15)	-25(14)	61(16)	-50(13)
C(502)	140(40)	40(20)	170(50)	20(20)	120(40)	20(20)
C(503)	104(17)	94(16)	107(19)	27(15)	46(17)	-18(13)
C(504)	110(20)	170(40)	55(19)	-30(20)	47(19)	-90(30)
C(505)	130(20)	78(17)	120(20)	-24(16)	80(20)	-23(14)
C(506)	57(19)	50(20)	100(30)	-23(16)	54(19)	-17(13)
C(507)	130(30)	190(30)	90(20)	-1(19)	90(20)	-50(20)

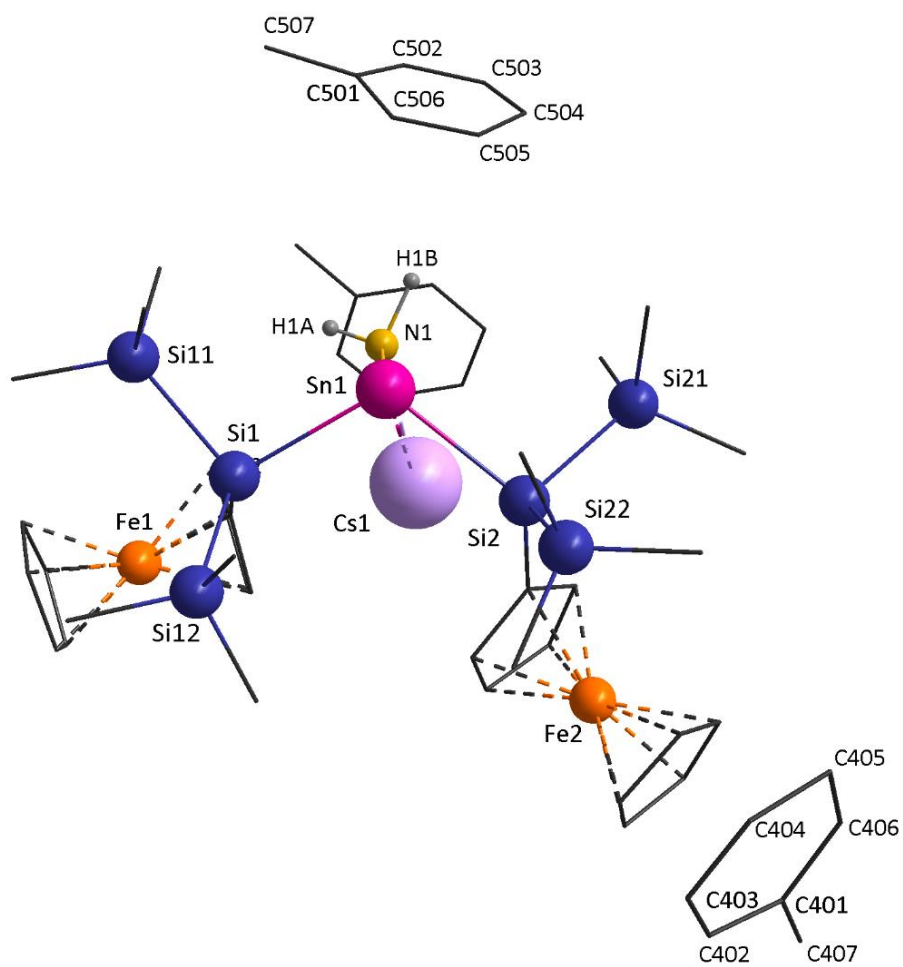
**Tabelle 5.3.5f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **10**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.*

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
H(1A)	1656	10750	-70	110	
H(1B)	2004	11510	350	90	
H(11A)	849	14530	-1389	133	
H(11B)	1054	14418	-761	133	
H(11C)	615	14535	-1117	133	
H(11D)	166	12303	-1832	220	
H(11E)	380	11098	-1869	220	
H(11F)	411	12461	-2084	220	
H(11G)	1196	12219	-1467	135	
H(11H)	1169	10878	-1234	135	
H(11I)	1422	11995	-842	135	
H(12A)	195	14750	-262	79	
H(12B)	430	14765	-533	79	
H(12C)	626	14438	81	79	
H(12D)	418	12011	412	116	
H(12E)	149	10991	-21	116	
H(12F)	-10	12331	27	116	
H(12G)	-245	11707	-1163	162	
H(12H)	-107	12868	-1361	162	
H(12I)	-326	13149	-1077	162	
H(21A)	2309	11656	2655	55	
H(21B)	2396	13152	2692	55	
H(21C)	2695	12133	2756	55	
H(21D)	2304	14628	1819	69	
H(21E)	2267	13994	1308	69	
H(21F)	2648	13907	1866	69	
H(21G)	2704	11203	1837	60	
H(21H)	2325	11011	1282	60	
H(21I)	2400	10231	1789	60	
H(22A)	886	13294	1549	71	
H(22B)	725	13895	976	71	
H(22C)	837	14808	1467	71	
H(22D)	1212	15263	695	71	
H(22E)	1624	15624	1149	71	
H(22F)	1285	16278	1140	71	
H(22G)	1574	15516	2238	74	
H(22H)	1924	14989	2242	74	
H(22I)	1718	14093	2435	74	
H(100)	-257	9074	-1088	72	
H(102)	1060	9232	-771	42	
H(103)	1010	6987	-509	53	
H(104)	680	7075	-26	40	

## 5. Anhang

H(105)	539	9396	31	37	
H(106)	-47	10284	-1599	60	
H(107)	259	8777	-1898	74	
H(108)	214	6553	-1585	90	
H(109)	-102	6749	-1086	88	
H(200)	1553	8901	3016	86	
H(202)	1975	9895	2105	36	
H(203)	1635	7911	2070	52	
H(204)	950	8318	1425	49	
H(205)	879	10543	1069	42	
H(206)	1911	10841	3094	71	
H(207)	1458	12556	2512	64	
H(208)	823	11610	2091	64	
H(209)	891	9331	2391	79	
H(302)	1760	6718	-296	58	
H(303)	1934	5605	470	61	
H(304)	2400	6373	1286	61	
H(305)	2698	8272	1331	61	
H(306)	2509	9434	571	62	
H(30A)	2062	9836	-352	109	
H(30B)	1744	8816	-693	109	
H(30C)	2146	8614	-592	109	
<hr/>					
Kokkristallisiertes Toluol					
<hr/>					
H(402)	499	13618	2562	149	
H(403)	433	15517	2109	209	
H(404)	926	16669	2369	219	
H(405)	1520	16343	3035	335	
H(406)	1569	14298	3502	165	
H(40A)	1034	12859	3650	255	
H(40B)	1309	12277	3497	255	
H(40C)	875	12040	3121	255	
H(502)	2767	11078	-232	120	0,500
H(503)	3132	11110	677	128	0,500
H(504)	2999	12574	1147	133	0,500
H(505)	2434	13635	697	124	0,500
H(506)	2062	13509	-209	77	0,500
H(50A)	2318	13006	-1018	186	0,500
H(50B)	1946	12867	-1025	186	0,500
H(50C)	2151	11620	-1050	186	0,500

5. Anhang



**Abbildung 5.5:** Molekülstruktur von **10**; Lagefehlordnungskonformer mit 50 % Anteil.

### 5.3.6 Cäsium-bis[bis(trimethylsilyl)ferrocenylsilyl]amidoplumbanid (11)

**Tabelle 5.3.6a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **11**.

Summenformel	C <sub>42,5</sub> H <sub>68</sub> Fe <sub>2</sub> CsNSi <sub>6</sub> Pb	
Molekulargewicht	1213,32 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, C2/c	
Dimension der Elementarzelle	a = 35,870(4) Å	α = 90°
	b = 14,0031(16) Å	β = 106,305(3)°
	c = 21,535(5) Å	γ = 90°
Volumen	10381,6(19) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	8; 1,553 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	4,644 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	4824	
Messbereich	2,29° ≤ θ ≤ 27,90°	
Messbereich des reziproken Raumes	-47 ≤ h ≤ 46; -18 ≤ k ≤ 18; -26 ≤ l ≤ 28	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	48753 / 12383 [R <sub>int</sub> = 0,3628]	
Vollständigkeit bis θ = 27,86°	99,6 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	12383 / 0 / 484	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,618	
Gütefaktoren [ >2σ(I)]	R1 = 0,0546, wR2 = 0,0632	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,2731, wR2 = 0,1079	
Max. / min. Restelektronendichte	1,328 e/Å <sup>3</sup> und -0,932 e/Å <sup>3</sup>	

Folgende Symmetrieoperationen wurden zur Erzeugung äquivalenter Atome benutzt:

#1 -x+1/2,-y+1/2,-z+1

#2 -x+1/2,y-1/2,-z+3/2

#3 -x,y,-z+1/2

**Tabelle 5.3.6b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung **11**.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Cs(1)	2153(1)	2833(1)	5640(1)	49(1)
N(1)	1969(3)	1576(9)	4450(6)	57(4)
Pb(1)	1424(1)	773(1)	4457(1)	33(1)
Si(1)	1696(1)	98(3)	5722(2)	27(1)
Si(11)	2142(1)	-1033(3)	5556(2)	39(1)
C(111)	1881(4)	-1918(10)	4923(6)	60(5)
C(112)	2529(3)	-468(10)	5256(6)	50(5)
C(113)	2400(4)	-1716(10)	6283(6)	59(5)
Si(12)	1180(1)	-785(4)	5922(2)	45(1)
C(121)	836(4)	-1127(10)	5129(7)	69(6)
C(122)	1329(4)	-1925(10)	6368(7)	67(5)
C(123)	915(4)	-74(12)	6415(8)	102(8)
Si(2)	992(1)	2451(3)	4356(2)	36(1)
Si(21)	912(1)	2743(3)	3252(2)	52(1)
C(211)	641(4)	1691(10)	2786(6)	72(6)
C(212)	639(4)	3835(10)	2931(6)	61(5)
C(213)	1387(4)	2872(12)	3068(7)	84(7)
Si(22)	373(1)	2094(4)	4478(2)	51(1)
C(221)	-35(3)	2813(11)	3978(7)	62(5)
C(222)	247(4)	875(12)	4173(9)	131(9)
C(223)	369(4)	2164(15)	5334(7)	127(10)
Fe(1)	2171(1)	693(2)	7444(1)	37(1)
C(010)	2499(4)	388(12)	8339(7)	54(5)
C(011)	1954(4)	852(10)	6427(6)	31(3)
C(012)	1785(4)	1528(9)	6785(7)	33(4)
C(013)	2076(4)	2098(11)	7189(7)	49(4)
C(014)	2441(4)	1788(10)	7129(6)	45(4)
C(015)	2362(4)	1034(10)	6676(6)	39(4)
C(016)	2124(5)	570(10)	8361(6)	44(4)
C(017)	1881(4)	-100(12)	7945(7)	53(5)
C(018)	2120(5)	-671(11)	7714(7)	57(5)
C(019)	2503(5)	-393(12)	7944(8)	59(5)
Fe(2)	1031(1)	4881(2)	4985(1)	66(1)
C(020)	745(6)	5787(18)	4319(13)	129(10)
C(021)	1452(4)	4247(12)	4691(7)	52(5)
C(022)	1229(4)	3528(11)	4855(7)	40(4)
C(023)	1258(4)	3681(13)	5515(8)	65(6)
C(024)	1486(4)	4524(11)	5736(7)	47(5)
C(025)	1612(4)	4851(11)	5210(8)	58(5)
C(026)	482(4)	5062(14)	4398(12)	90(8)
C(027)	485(5)	5130(17)	5035(13)	99(9)
C(028)	878(7)	6240(19)	4870(20)	180(20)



C(029)	728(7)	5890(30)	5347(16)	156(15)
Kokristallisiertes Toluol				
C(041)	1179(6)	2779(17)	7860(12)	82(7)
C(042)	1456(6)	3355(17)	8250(9)	82(7)
C(043)	1549(6)	4290(20)	8016(12)	99(8)
C(044)	1065(9)	4020(30)	7058(15)	152(16)
C(045)	1349(7)	4570(30)	7441(12)	141(15)
C(046)	970(6)	3180(20)	7259(12)	112(13)
C(047)	1075(5)	1828(15)	8061(10)	128(10)
C(031)	0	7100(20)	2500	80(10)
C(032)	48(5)	7625(16)	3063(11)	86(7)
C(033)	54(8)	8561(18)	3098(13)	144(11)
C(034)	0	9040(20)	2500	146(17)
C(037)	0	6095(18)	2500	144(15)

**Tabelle 5.3.6c:** Bindungslängen in Å von Verbindung 11.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Cs(1)-C(011)	3,430(13)	C(010)-C(019)	1,389(19)
Cs(1)-C(012)	3,604(12)	C(011)-C(012)	1,456(16)
Cs(1)-C(013)	3,575(13)	C(011)-C(015)	1,432(15)
Cs(1)-C(014)	3,411(13)	C(012)-C(013)	1,404(18)
Cs(1)-C(015)	3,310(12)	C(013)-C(014)	1,418(16)
Cs(1)-C(021)	3,395(15)	C(014)-C(015)	1,411(16)
Cs(1)-C(022)	3,412(13)	C(016)-C(017)	1,417(19)
Cs(1)-C(023)	3,363(13)	C(017)-C(018)	1,366(18)
Cs(1)-C(024)	3,413(13)	C(018)-C(019)	1,380(18)
Cs(1)-C(025)	3,405(15)	C(019)-Cs(1)#2	3,858(14)
Cs(1)-N(1)	3,025(12)	Fe(2)-C(020)	1,97(2)
Cs(1)-N(1)#1	3,313(10)	Fe(2)-C(021)	2,002(13)
N(1)-Pb(1)	2,258(11)	Fe(2)-C(022)	2,070(15)
Pb(1)-Si(1)	2,789(4)	Fe(2)-C(023)	2,066(18)
Pb(1)-Si(2)	2,788(4)	Fe(2)-C(024)	2,012(14)
Si(1)-C(011)	1,867(13)	Fe(2)-C(025)	2,004(13)
Si(1)-Si(11)	2,348(5)	Fe(2)-C(026)	2,035(16)
Si(1)-Si(12)	2,363(5)	Fe(2)-C(027)	2,023(17)
Si(11)-C(111)	1,883(14)	Fe(2)-C(028)	1,98(3)
Si(11)-C(112)	1,866(11)	Fe(2)-C(029)	2,06(2)
Si(11)-C(113)	1,846(12)	C(020)-C(026)	1,43(3)
Si(12)-C(121)	1,868(13)	C(020)-C(028)	1,31(4)
Si(12)-C(122)	1,862(14)	C(021)-C(022)	1,392(18)
Si(12)-C(123)	1,893(14)	C(021)-C(025)	1,390(17)
Si(2)-C(022)	1,907(15)	C(022)-C(023)	1,413(18)
Si(2)-Si(21)	2,349(6)	C(023)-C(024)	1,440(19)

## 5. Anhang

Si(2)-Si(22)	2,363(5)	C(024)-C(025)	1,408(18)
Si(21)-C(211)	1,890(14)	C(026)-C(027)	1,37(2)
Si(21)-C(212)	1,843(13)	C(027)-C(029)	1,42(3)
Si(21)-C(213)	1,864(13)	C(028)-C(029)	1,38(4)
Si(22)-C(221)	1,852(14)	Kokkristallisiertes Toluol	
Si(22)-C(222)	1,839(17)	C(041)-C(042)	1,37(2)
Si(22)-C(223)	1,848(14)	C(041)-C(046)	1,41(3)
Fe(1)-C(010)	2,003(14)	C(041)-C(047)	1,48(2)
Fe(1)-C(011)	2,121(12)	C(042)-C(043)	1,48(3)
Fe(1)-C(012)	2,048(13)	C(043)-C(045)	1,30(3)
Fe(1)-C(013)	2,045(14)	C(044)-C(045)	1,35(3)
Fe(1)-C(014)	2,029(14)	C(044)-C(046)	1,34(4)
Fe(1)-C(015)	2,017(12)	C(031)-C(032)	1,38(2)
Fe(1)-C(016)	2,036(12)	C(031)-C(032)#3	1,38(2)
Fe(1)-C(017)	2,028(14)	C(031)-C(037)	1,41(3)
Fe(1)-C(018)	2,020(15)	C(032)-C(033)	1,31(3)
Fe(1)-C(019)	2,043(15)	C(033)-C(034)	1,42(2)
C(010)-C(016)	1,382(16)	C(034)-C(033)#3	1,42(2)

**Tabelle 5.3.6d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung 11.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
C(011)-Cs(1)-C(012)	23,7(3)	C(016)-C(010)-Fe(1)	71,3(8)
C(011)-Cs(1)-C(013)	39,1(3)	C(019)-C(010)-Fe(1)	71,5(9)
C(013)-Cs(1)-C(012)	22,6(3)	C(015)-C(011)-C(012)	102,6(12)
C(014)-Cs(1)-C(011)	40,4(3)	C(012)-C(011)-Cs(1)	84,8(8)
C(014)-Cs(1)-C(012)	37,9(3)	C(012)-C(011)-Fe(1)	66,9(7)
C(014)-Cs(1)-C(013)	23,3(3)	C(012)-C(011)-Si(1)	127,8(10)
C(014)-Cs(1)-C(022)	125,7(3)	C(015)-C(011)-Cs(1)	73,1(7)
C(014)-Cs(1)-C(024)	105,8(3)	C(015)-C(011)-Fe(1)	65,9(7)
C(015)-Cs(1)-C(011)	24,5(3)	C(015)-C(011)-Si(1)	128,8(10)
C(015)-Cs(1)-C(012)	37,8(3)	Fe(1)-C(011)-Cs(1)	121,9(5)
C(015)-Cs(1)-C(013)	38,1(3)	Si(1)-C(011)-Cs(1)	100,4(5)
C(015)-Cs(1)-C(014)	24,2(3)	Si(1)-C(011)-Fe(1)	137,3(8)
C(015)-Cs(1)-C(021)	147,0(3)	C(013)-C(012)-C(011)	110,5(12)
C(015)-Cs(1)-C(022)	123,8(3)	C(011)-C(012)-Cs(1)	71,4(7)
C(015)-Cs(1)-C(023)	110,6(4)	C(011)-C(012)-Fe(1)	72,3(7)
C(015)-Cs(1)-C(024)	121,1(3)	C(013)-C(012)-Cs(1)	77,6(8)
C(015)-Cs(1)-C(025)	145,0(4)	C(013)-C(012)-Fe(1)	69,8(8)
C(015)-Cs(1)-N(1)#1	101,0(3)	Fe(1)-C(012)-Cs(1)	117,3(5)
C(021)-Cs(1)-C(011)	123,2(3)	C(012)-C(013)-C(014)	108,3(14)
C(021)-Cs(1)-C(012)	110,9(3)	C(012)-C(013)-Cs(1)	79,8(8)
C(021)-Cs(1)-C(013)	119,4(3)	C(012)-C(013)-Fe(1)	70,1(8)
C(021)-Cs(1)-C(014)	142,5(3)	C(014)-C(013)-Cs(1)	71,9(7)

## 5. Anhang

C(021)-Cs(1)-C(022)	23,6(3)	C(014)-C(013)-Fe(1)	69,0(8)
C(021)-Cs(1)-C(024)	38,6(3)	Fe(1)-C(013)-Cs(1)	118,5(6)
C(021)-Cs(1)-C(025)	23,6(3)	C(015)-C(014)-C(013)	106,3(13)
C(022)-Cs(1)-C(011)	99,6(3)	C(013)-C(014)-Cs(1)	84,9(8)
C(022)-Cs(1)-C(012)	89,6(3)	C(013)-C(014)-Fe(1)	70,2(8)
C(022)-Cs(1)-C(013)	103,0(3)	C(015)-C(014)-Cs(1)	73,9(7)
C(022)-Cs(1)-C(024)	39,9(3)	C(015)-C(014)-Fe(1)	69,1(8)
C(023)-Cs(1)-C(011)	89,9(4)	Fe(1)-C(014)-Cs(1)	126,3(6)
C(023)-Cs(1)-C(012)	73,1(4)	C(014)-C(015)-C(011)	112,2(13)
C(023)-Cs(1)-C(013)	81,6(4)	C(011)-C(015)-Cs(1)	82,5(8)
C(023)-Cs(1)-C(014)	104,9(4)	C(011)-C(015)-Fe(1)	73,7(7)
C(023)-Cs(1)-C(021)	38,5(3)	C(014)-C(015)-Cs(1)	81,9(8)
C(023)-Cs(1)-C(022)	24,1(3)	C(014)-C(015)-Fe(1)	70,0(8)
C(023)-Cs(1)-C(024)	24,5(3)	Fe(1)-C(015)-Cs(1)	131,9(6)
C(023)-Cs(1)-C(025)	39,4(4)	C(010)-C(016)-C(017)	106,8(13)
C(024)-Cs(1)-C(011)	106,5(3)	C(010)-C(016)-Fe(1)	68,7(8)
C(024)-Cs(1)-C(012)	85,0(3)	C(017)-C(016)-Fe(1)	69,3(8)
C(024)-Cs(1)-C(013)	84,5(3)	C(018)-C(017)-C(016)	106,2(14)
C(025)-Cs(1)-C(011)	128,6(3)	C(016)-C(017)-Fe(1)	69,9(9)
C(025)-Cs(1)-C(012)	108,5(3)	C(018)-C(017)-Fe(1)	70,0(9)
C(025)-Cs(1)-C(013)	107,8(4)	C(017)-C(018)-C(019)	111,7(16)
C(025)-Cs(1)-C(014)	127,6(4)	C(017)-C(018)-Fe(1)	70,6(10)
C(025)-Cs(1)-C(022)	39,5(3)	C(019)-C(018)-Fe(1)	71,0(9)
C(025)-Cs(1)-C(024)	23,8(3)	C(018)-C(019)-C(010)	105,1(15)
N(1)#1-Cs(1)-C(011)	124,3(3)	C(010)-C(019)-Cs(1)#2	94,5(10)
N(1)#1-Cs(1)-C(012)	134,7(3)	C(010)-C(019)-Fe(1)	68,4(9)
N(1)#1-Cs(1)-C(013)	116,7(3)	C(018)-C(019)-Cs(1)#2	99,6(9)
N(1)#1-Cs(1)-C(014)	96,9(3)	C(018)-C(019)-Fe(1)	69,3(9)
N(1)#1-Cs(1)-C(021)	112,0(3)	Fe(1)-C(019)-Cs(1)#2	154,9(7)
N(1)#1-Cs(1)-C(022)	135,0(3)	C(020)-Fe(2)-C(021)	109,9(8)
N(1)#1-Cs(1)-C(023)	144,0(4)	C(020)-Fe(2)-C(022)	128,2(9)
N(1)#1-Cs(1)-C(024)	121,6(3)	C(020)-Fe(2)-C(023)	165,6(9)
N(1)#1-Cs(1)-C(025)	104,8(3)	C(020)-Fe(2)-C(024)	152,0(9)
N(1)-Cs(1)-C(011)	85,5(3)	C(020)-Fe(2)-C(025)	118,9(9)
N(1)-Cs(1)-C(012)	104,4(3)	C(020)-Fe(2)-C(026)	41,7(7)
N(1)-Cs(1)-C(013)	124,5(3)	C(020)-Fe(2)-C(027)	67,3(9)
N(1)-Cs(1)-C(014)	118,9(3)	C(020)-Fe(2)-C(028)	38,9(11)
N(1)-Cs(1)-C(015)	94,7(3)	C(020)-Fe(2)-C(029)	67,3(12)
N(1)-Cs(1)-C(021)	83,2(3)	C(021)-Fe(2)-C(022)	39,9(5)
N(1)-Cs(1)-C(022)	78,2(3)	C(021)-Fe(2)-C(023)	66,4(6)
N(1)-Cs(1)-C(023)	99,3(3)	C(021)-Fe(2)-C(024)	68,3(5)
N(1)-Cs(1)-C(024)	117,7(3)	C(021)-Fe(2)-C(025)	40,6(5)
N(1)-Cs(1)-C(025)	106,3(3)	C(021)-Fe(2)-C(026)	122,9(8)
N(1)-Cs(1)-N(1)#1	94,7(3)	C(021)-Fe(2)-C(027)	157,2(9)
Pb(1)-N(1)-Cs(1)	105,5(4)	C(021)-Fe(2)-C(029)	161,3(11)
Pb(1)-N(1)-Cs(1)#1	164,4(5)	C(023)-Fe(2)-C(022)	40,0(5)
Cs(1)-N(1)-Cs(1)#1	85,3(3)	C(024)-Fe(2)-C(022)	69,5(6)

## 5. Anhang

N(1)-Pb(1)-Cs(1)	43,5(3)	C(024)-Fe(2)-C(023)	41,3(5)
N(1)-Pb(1)-Si(1)	96,3(3)	C(024)-Fe(2)-C(026)	162,8(9)
N(1)-Pb(1)-Si(2)	92,5(3)	C(024)-Fe(2)-C(027)	125,4(9)
Si(1)-Pb(1)-Cs(1)	69,85(8)	C(024)-Fe(2)-C(029)	105,1(10)
Si(2)-Pb(1)-Cs(1)	73,04(8)	C(025)-Fe(2)-C(022)	68,9(5)
Si(2)-Pb(1)-Si(1)	113,31(11)	C(025)-Fe(2)-C(023)	68,2(6)
C(011)-Si(1)-Cs(1)	53,6(4)	C(025)-Fe(2)-C(024)	41,1(5)
C(011)-Si(1)-Pb(1)	124,1(4)	C(025)-Fe(2)-C(026)	155,8(9)
C(011)-Si(1)-Si(11)	107,6(4)	C(025)-Fe(2)-C(027)	161,5(9)
C(011)-Si(1)-Si(12)	112,5(4)	C(025)-Fe(2)-C(029)	123,1(10)
Pb(1)-Si(1)-Cs(1)	71,48(8)	C(026)-Fe(2)-C(022)	109,8(7)
Si(11)-Si(1)-Cs(1)	108,63(15)	C(026)-Fe(2)-C(023)	127,3(8)
Si(11)-Si(1)-Pb(1)	98,42(15)	C(026)-Fe(2)-C(029)	68,2(10)
Si(11)-Si(1)-Si(12)	106,0(2)	C(027)-Fe(2)-C(022)	122,7(8)
Si(12)-Si(1)-Cs(1)	145,25(18)	C(027)-Fe(2)-C(023)	110,3(8)
Si(12)-Si(1)-Pb(1)	106,16(17)	C(027)-Fe(2)-C(026)	39,6(7)
C(111)-Si(11)-Si(1)	109,5(4)	C(027)-Fe(2)-C(029)	40,6(8)
C(112)-Si(11)-C(111)	107,1(6)	C(028)-Fe(2)-C(021)	126,6(11)
C(112)-Si(11)-Si(1)	111,8(5)	C(028)-Fe(2)-C(022)	163,4(13)
C(113)-Si(11)-C(111)	107,6(7)	C(028)-Fe(2)-C(023)	154,7(13)
C(113)-Si(11)-C(112)	105,5(6)	C(028)-Fe(2)-C(024)	118,2(11)
C(113)-Si(11)-Si(1)	114,9(4)	C(028)-Fe(2)-C(025)	106,5(9)
C(121)-Si(12)-C(123)	109,9(7)	C(028)-Fe(2)-C(026)	67,5(10)
C(121)-Si(12)-Si(1)	108,6(4)	C(028)-Fe(2)-C(027)	66,5(10)
C(122)-Si(12)-C(121)	105,7(7)	C(028)-Fe(2)-C(029)	39,8(12)
C(122)-Si(12)-C(123)	106,1(7)	C(029)-Fe(2)-C(022)	156,1(11)
C(122)-Si(12)-Si(1)	114,7(4)	C(029)-Fe(2)-C(023)	120,9(11)
C(123)-Si(12)-Si(1)	111,7(5)	C(028)-C(020)-C(026)	109(3)
C(022)-Si(2)-Pb(1)	118,2(4)	C(026)-C(020)-Fe(2)	71,5(13)
C(022)-Si(2)-Si(21)	109,9(5)	C(028)-C(020)-Fe(2)	70,7(19)
C(022)-Si(2)-Si(22)	112,9(4)	C(025)-C(021)-C(022)	112,0(13)
Si(21)-Si(2)-Pb(1)	97,65(17)	C(022)-C(021)-Cs(1)	78,9(9)
Si(21)-Si(2)-Si(22)	107,3(2)	C(022)-C(021)-Fe(2)	72,7(8)
Si(22)-Si(2)-Pb(1)	109,4(2)	C(025)-C(021)-Cs(1)	78,6(9)
C(211)-Si(21)-Si(2)	107,5(5)	C(025)-C(021)-Fe(2)	69,8(8)
C(212)-Si(21)-C(211)	107,9(6)	Fe(2)-C(021)-Cs(1)	124,4(6)
C(212)-Si(21)-C(213)	105,2(7)	C(021)-C(022)-C(023)	105,1(13)
C(212)-Si(21)-Si(2)	115,2(5)	C(021)-C(022)-Cs(1)	77,5(8)
C(213)-Si(21)-C(211)	109,1(7)	C(021)-C(022)-Fe(2)	67,4(9)
C(213)-Si(21)-Si(2)	111,9(5)	C(021)-C(022)-Si(2)	128,8(11)
C(221)-Si(22)-Si(2)	115,8(5)	C(023)-C(022)-Cs(1)	76,0(8)
C(222)-Si(22)-C(221)	102,8(7)	C(023)-C(022)-Fe(2)	69,9(9)
C(222)-Si(22)-C(223)	109,6(9)	C(023)-C(022)-Si(2)	125,5(13)
C(222)-Si(22)-Si(2)	107,4(5)	Fe(2)-C(022)-Cs(1)	121,1(5)
C(223)-Si(22)-C(221)	109,0(7)	Si(2)-C(022)-Cs(1)	105,7(6)
C(223)-Si(22)-Si(2)	111,7(4)	Si(2)-C(022)-Fe(2)	133,2(7)
C(010)-Fe(1)-C(011)	164,3(6)	C(022)-C(023)-C(024)	109,2(15)

## 5. Anhang

C(010)-Fe(1)-C(012)	152,8(7)	C(022)-C(023)-Cs(1)	79,9(8)
C(010)-Fe(1)-C(013)	118,2(7)	C(022)-C(023)-Fe(2)	70,2(10)
C(010)-Fe(1)-C(014)	106,0(6)	C(024)-C(023)-Cs(1)	79,7(7)
C(010)-Fe(1)-C(015)	126,6(6)	C(024)-C(023)-Fe(2)	67,3(10)
C(010)-Fe(1)-C(016)	40,0(5)	Fe(2)-C(023)-Cs(1)	123,4(6)
C(010)-Fe(1)-C(017)	67,8(6)	C(025)-C(024)-C(023)	106,4(14)
C(010)-Fe(1)-C(018)	66,3(6)	C(023)-C(024)-Cs(1)	75,8(8)
C(010)-Fe(1)-C(019)	40,2(5)	C(023)-C(024)-Fe(2)	71,3(9)
C(012)-Fe(1)-C(011)	40,8(5)	C(025)-C(024)-Cs(1)	77,8(8)
C(013)-Fe(1)-C(011)	68,7(6)	C(025)-C(024)-Fe(2)	69,2(9)
C(013)-Fe(1)-C(012)	40,1(5)	Fe(2)-C(024)-Cs(1)	123,2(6)
C(014)-Fe(1)-C(011)	69,3(5)	C(021)-C(025)-C(024)	107,1(14)
C(014)-Fe(1)-C(012)	68,2(5)	C(021)-C(025)-Cs(1)	77,8(9)
C(014)-Fe(1)-C(013)	40,7(5)	C(021)-C(025)-Fe(2)	69,6(8)
C(014)-Fe(1)-C(016)	124,4(6)	C(024)-C(025)-Cs(1)	78,4(9)
C(014)-Fe(1)-C(019)	118,4(6)	C(024)-C(025)-Fe(2)	69,8(8)
C(015)-Fe(1)-C(011)	40,4(4)	Fe(2)-C(025)-Cs(1)	123,9(6)
C(015)-Fe(1)-C(012)	67,4(5)	C(027)-C(026)-C(020)	104(2)
C(015)-Fe(1)-C(013)	67,7(5)	C(020)-C(026)-Fe(2)	66,8(11)
C(015)-Fe(1)-C(014)	40,8(5)	C(027)-C(026)-Fe(2)	69,7(12)
C(015)-Fe(1)-C(016)	162,8(6)	C(026)-C(027)-C(029)	111(3)
C(015)-Fe(1)-C(017)	155,4(6)	C(026)-C(027)-Fe(2)	70,7(11)
C(015)-Fe(1)-C(018)	122,6(6)	C(029)-C(027)-Fe(2)	71,1(12)
C(015)-Fe(1)-C(019)	109,0(6)	C(020)-C(028)-C(029)	112(3)
C(016)-Fe(1)-C(011)	154,8(6)	C(020)-C(028)-Fe(2)	70,4(15)
C(016)-Fe(1)-C(012)	119,8(6)	C(029)-C(028)-Fe(2)	73(2)
C(016)-Fe(1)-C(013)	106,8(6)	C(028)-C(029)-C(027)	104(3)
C(016)-Fe(1)-C(019)	67,7(6)	C(027)-C(029)-Fe(2)	68,3(14)
C(017)-Fe(1)-C(011)	120,8(6)	C(028)-C(029)-Fe(2)	66,8(16)
C(017)-Fe(1)-C(012)	109,5(6)		
C(017)-Fe(1)-C(013)	126,7(6)	Kokristallisiertes Toluol	
C(017)-Fe(1)-C(014)	163,0(7)	C(042)-C(041)-C(046)	116(2)
C(017)-Fe(1)-C(016)	40,8(5)	C(042)-C(041)-C(047)	123(3)
C(017)-Fe(1)-C(019)	67,9(6)	C(046)-C(041)-C(047)	120(2)
C(018)-Fe(1)-C(011)	111,1(6)	C(041)-C(042)-C(043)	121(2)
C(018)-Fe(1)-C(012)	129,9(6)	C(045)-C(043)-C(042)	118(3)
C(018)-Fe(1)-C(013)	164,9(7)	C(046)-C(044)-C(045)	121(4)
C(018)-Fe(1)-C(014)	154,3(7)	C(043)-C(045)-C(044)	122(4)
C(018)-Fe(1)-C(016)	66,5(6)	C(044)-C(046)-C(041)	122(3)
C(018)-Fe(1)-C(017)	39,4(5)	C(032)#3-C(031)-C(032)	116(3)
C(018)-Fe(1)-C(019)	39,7(5)	C(032)#3-C(031)-C(037)	121,8(15)
C(019)-Fe(1)-C(011)	127,8(6)	C(032)-C(031)-C(037)	121,8(15)
C(019)-Fe(1)-C(012)	166,2(7)	C(033)-C(032)-C(031)	125(3)
C(019)-Fe(1)-C(013)	152,4(7)	C(032)-C(033)-C(034)	115(3)
C(016)-C(010)-C(019)	110,1(15)	C(033)#3-C(034)-C(033)	123(4)

**Tabelle 5.3.6e:** *Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung 11.*

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Cs(1)	44(1)	59(1)	46(1)	8(1)	17(1)	3(1)
N(1)	37(8)	62(10)	65(10)	6(8)	1(7)	16(7)
Pb(1)	34(1)	36(1)	30(1)	-4(1)	10(1)	1(1)
Si(1)	33(2)	27(3)	24(2)	-2(2)	12(2)	0(2)
Si(11)	34(2)	45(3)	39(3)	2(2)	11(2)	9(2)
C(111)	77(12)	67(13)	42(10)	7(10)	23(9)	24(10)
C(112)	42(9)	70(14)	35(9)	7(9)	8(7)	17(9)
C(113)	58(11)	66(13)	50(11)	21(10)	11(9)	38(10)
Si(12)	39(2)	46(3)	51(3)	2(3)	15(2)	-17(3)
C(121)	45(10)	52(13)	94(14)	25(11)	-7(9)	-42(9)
C(122)	67(12)	56(13)	68(12)	17(11)	4(9)	-41(10)
C(123)	68(13)	122(19)	150(20)	-24(17)	81(14)	-32(13)
Si(2)	30(2)	33(3)	41(3)	-5(2)	5(2)	5(2)
Si(21)	66(3)	45(3)	40(3)	2(3)	9(2)	7(3)
C(211)	90(14)	57(13)	41(11)	2(10)	-28(9)	10(11)
C(212)	76(12)	69(14)	44(10)	22(10)	26(9)	19(10)
C(213)	145(17)	77(15)	58(12)	25(12)	75(13)	22(14)
Si(22)	32(3)	61(4)	55(3)	-3(3)	2(2)	-6(3)
C(221)	49(10)	75(14)	72(12)	-16(12)	35(9)	-18(10)
C(222)	11(9)	63(14)	290(30)	40(20)	-5(12)	5(10)
C(223)	38(11)	280(30)	68(13)	20(18)	18(10)	-57(15)
Fe(1)	48(1)	33(1)	28(1)	1(1)	7(1)	-1(1)
C(010)	46(11)	62(14)	43(11)	5(10)	-4(9)	-7(10)
C(011)	48(9)	24(9)	28(7)	5(8)	21(7)	17(9)
C(012)	32(9)	23(9)	48(10)	16(8)	15(8)	5(7)
C(013)	60(11)	30(10)	60(12)	19(10)	19(10)	12(10)
C(014)	58(11)	27(10)	34(9)	-6(8)	-11(8)	-4(9)
C(015)	52(10)	29(11)	28(8)	0(8)	-1(7)	-8(8)
C(016)	88(13)	29(11)	13(7)	1(8)	9(8)	15(10)
C(017)	59(12)	65(14)	35(10)	6(10)	12(9)	10(11)
C(018)	91(14)	21(10)	49(11)	17(10)	3(10)	-22(11)
C(019)	75(14)	43(13)	56(12)	8(10)	13(10)	12(11)
Fe(2)	38(2)	49(2)	111(2)	-41(2)	18(2)	-1(1)
C(020)	62(16)	54(16)	250(30)	-40(20)	15(18)	-1(15)
C(021)	35(9)	65(12)	67(11)	-28(12)	32(9)	-27(10)
C(022)	29(9)	52(11)	40(10)	-11(9)	14(8)	-9(8)
C(023)	28(10)	105(17)	66(13)	-39(13)	20(9)	-6(11)
C(024)	30(9)	74(15)	44(10)	-29(10)	20(8)	3(9)
C(025)	30(10)	43(12)	94(15)	-41(11)	6(10)	-16(8)
C(026)	9(10)	46(14)	190(30)	-31(18)	-10(13)	8(9)
C(027)	48(14)	100(20)	150(20)	-60(20)	26(16)	1(13)

## 5. Anhang

C(028)	60(20)	58(19)	390(60)	-130(30)	20(30)	-22(14)
C(029)	56(19)	160(30)	230(40)	-110(30)	6(19)	50(20)
Kokkristallisiertes Toluol						
C(041)	34(12)	120(20)	99(19)	-49(19)	24(12)	-6(14)
C(042)	66(15)	110(20)	53(13)	-28(15)	-17(11)	35(14)
C(043)	92(17)	110(20)	110(20)	-70(20)	49(16)	-4(19)
C(044)	140(30)	250(50)	110(30)	-80(30)	90(20)	20(30)
C(045)	130(30)	230(40)	80(20)	-70(30)	53(18)	10(20)
C(046)	35(13)	230(40)	59(18)	-60(20)	0(12)	0(19)
C(047)	71(17)	140(30)	180(30)	-10(20)	51(17)	34(17)
C(031)	64(19)	70(20)	130(30)	0	60(20)	0
C(032)	64(14)	83(19)	110(20)	-13(17)	24(13)	-1(15)
C(033)	200(30)	100(20)	130(30)	-10(20)	40(20)	-10(20)
C(034)	150(30)	50(30)	210(50)	0	-20(40)	0
C(037)	120(30)	50(20)	240(50)	0	20(30)	0

**Tabelle 5.3.6f:** Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **11**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
H(1A)	2167	1158	4457	86	
H(1B)	1928	1905	4056	86	
H(11A)	2068	-2388	4853	91	
H(11B)	1761	-1581	4517	91	
H(11C)	1680	-2243	5070	91	
H(11D)	2709	-961	5192	75	
H(11E)	2671	-1	5574	75	
H(11F)	2410	-145	4844	75	
H(11G)	2579	-2168	6171	88	
H(11H)	2211	-2067	6448	88	
H(11I)	2546	-1275	6617	88	
H(12A)	621	-1496	5204	104	
H(12B)	973	-1516	4884	104	
H(12C)	734	-550	4882	104	
H(12D)	1099	-2245	6430	100	
H(12E)	1512	-1790	6791	100	
H(12F)	1453	-2340	6119	100	
H(12G)	704	-461	6489	154	
H(12H)	808	508	6179	154	
H(12I)	1097	99	6831	154	
H(21A)	601	1794	2322	109	

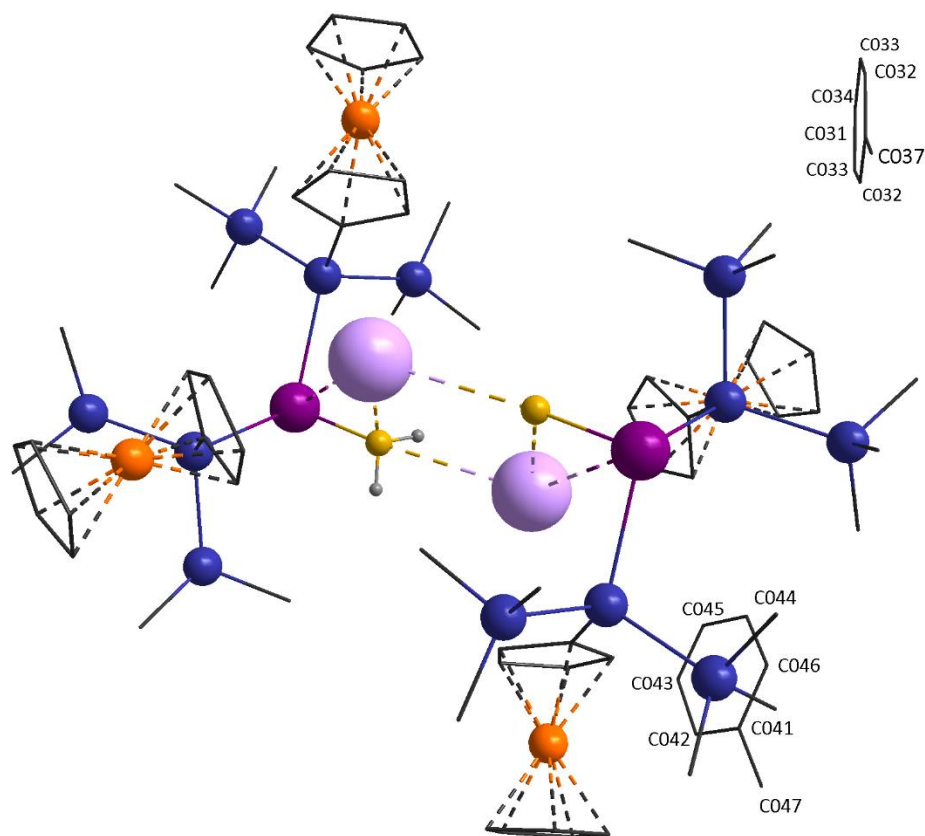
## 5. Anhang

H(21B)	388	1628	2874	109	
H(21C)	793	1107	2921	109	
H(21D)	619	3897	2469	92	
H(21E)	774	4392	3164	92	
H(21F)	377	3796	2987	92	
H(21G)	1342	2997	2605	126	
H(21H)	1537	2281	3184	126	
H(21I)	1532	3405	3317	126	
H(22A)	-278	2613	4064	93	
H(22B)	-55	2717	3519	93	
H(22C)	11	3491	4087	93	
H(22D)	-10	706	4215	196	
H(22E)	441	426	4424	196	
H(22F)	243	844	3716	196	
H(22G)	109	2015	5366	190	
H(22H)	442	2810	5498	190	
H(22I)	556	1704	5590	190	
H(01A)	2557	687	6551	47	
H(01B)	1516	1578	6750	40	
H(01C)	2045	1051	8608	53	
H(01D)	2034	-1195	7430	68	
H(01E)	1606	-143	7846	64	
H(01F)	2036	2604	7456	59	
H(01G)	2723	-675	7851	71	
H(01H)	2689	2038	7350	54	
H(01I)	2721	746	8562	65	
H(02A)	1491	4317	4275	62	
H(02B)	1144	3289	5773	78	
H(02C)	1541	4805	6153	57	
H(02D)	1776	5385	5210	70	
H(02E)	338	4629	4081	108	
H(02F)	777	6098	5781	187	
H(02G)	812	5920	3932	154	
H(02H)	1058	6754	4936	214	
H(02I)	343	4724	5240	119	
<hr/>					
Kokkristallisiertes Toluol					
<hr/>					
H(04A)	1590	3150	8674	99	
H(04B)	756	2834	6992	135	
H(04C)	1748	4686	8278	119	
H(04D)	931	4243	6638	183	
H(04E)	1404	5174	7286	169	
H(04F)	871	1545	7707	192	
H(04G)	980	1897	8443	192	
H(04H)	1304	1414	8164	192	
H(034)	0	9720	2500	175	
H(03A)	-44	5862	2056	216	0,500
H(03B)	-207	5862	2675	216	0,500



5. Anhang

H(03C)	251	5862	2769	216	0,500
H(03D)	79	7279	3454	103	
H(03E)	91	8893	3496	173	



**Abbildung 5.6:** Molekülstruktur von **11**; Lagefehlordnungskonformer mit 50 % Anteil.

### 5.3.7 Chloro-bis[bis(trimethylsilyl)silylferrocenyl]stannan(12)

**Tabelle 5.3.7a:** Daten zur Einkristallstrukturanalyse von Verbindung **12**.

Summenformel	C <sub>32</sub> H <sub>55</sub> ClFe <sub>2</sub> Si <sub>6</sub> Sn	
Molekulargewicht	874,14 g/mol	
Temperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0,71073 Å	
Kristallsystem, Raumgruppe	monoklin, P2 <sub>1</sub> /c	
Dimension der Elementarzelle	a = 17,3253(17) Å	α = 90°
	b = 9,3430(9) Å	β = 93,132(3)°
	c = 25,634(5) Å	γ = 90°
Volumen	4143,2(7) Å <sup>3</sup>	
Z, Röntgenographische Dichte	4; 1,401 Mg/m <sup>3</sup>	
Absorptionskoeffizient	1,548 mm <sup>-1</sup>	
F (000)	1800	
Messbereich	2,321° ≤ θ ≤ 28,657°	
Messbereich des reziproken Raumes	-23 ≤ h ≤ 23; -12 ≤ k ≤ 12; -34 ≤ l ≤ 34	
Beobachtete Reflexe / unabhängig	68928 / 13611 [R <sub>int</sub> = 0,1619]	
Vollständigkeit bis θ = 27,86°	99,9 %	
Strukturverfeinerung	Volle Matrix, kleinste Fehlerquadratsumme an F <sup>2</sup>	
Daten/ Restraints/ Parameter	10635 / 3 / 389	
Anpassungsgüte an F <sup>2</sup> (GOF)	0,825	
Gütefaktoren [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0564, wR2 = 0,0945	
Gütefaktoren (alle Daten)	R1 = 0,1629, wR2 = 0,1218	
Max. / min. Restelektronendichte	1,705 e/Å <sup>3</sup> und -1,379 e/Å <sup>3</sup>	

**Tabelle 5.3.7b:** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ), sowie Besetzungsfaktoren  $k$  von Verbindung **12**.

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
Sn(1)	2297(1)	5049(1)	246(1)	37(1)	
Fe(1)	597(1)	1903(1)	-1256(1)	33(1)	
Fe(2)	4476(1)	1494(1)	1326(1)	38(1)	
Cl(1)	3137(2)	7091(2)	212(1)	82(1)	0,942
Cl(2)	1208(12)	6520(30)	431(14)	82	0,058
Si(1)	2100(1)	4205(2)	-715(1)	30(1)	
Si(2)	2805(1)	3707(2)	1077(1)	29(1)	
Si(11)	3252(1)	3126(2)	-953(1)	39(1)	
Si(12)	1827(1)	6381(2)	-1160(1)	39(1)	
Si(21)	3095(1)	5580(2)	1676(1)	40(1)	
Si(22)	1752(1)	2374(2)	1352(1)	36(1)	
C(111)	3336(4)	1240(7)	-720(3)	61(2)	
C(112)	3304(4)	3169(9)	-1669(2)	71(2)	
C(113)	4072(4)	4174(8)	-647(3)	64(2)	
C(121)	1182(4)	7524(7)	-763(3)	60(2)	
C(122)	2760(4)	7356(7)	-1233(3)	65(2)	
C(123)	1373(4)	6130(7)	-1831(2)	63(2)	
C(211)	2941(4)	4990(7)	2361(2)	54(2)	
C(212)	2391(4)	7086(7)	1550(3)	64(2)	
C(213)	4108(4)	6257(8)	1632(3)	65(2)	
C(221)	2082(4)	1185(6)	1906(2)	42(2)	
C(222)	1321(4)	1235(8)	809(3)	66(2)	
C(223)	1010(4)	3653(7)	1583(3)	59(2)	
C(100)	321(4)	316(7)	-1781(2)	49(2)	
C(101)	1235(3)	3020(6)	-685(2)	30(1)	
C(102)	1230(3)	1505(6)	-571(2)	32(1)	
C(103)	457(4)	1046(7)	-535(2)	39(2)	
C(104)	-43(4)	2234(7)	-611(2)	45(2)	
C(105)	441(4)	3455(7)	-707(2)	41(2)	
C(106)	1083(4)	809(7)	-1844(2)	47(2)	
C(107)	1052(4)	2272(7)	-1958(2)	51(2)	
C(108)	266(4)	2712(8)	-1974(3)	54(2)	
C(109)	-179(4)	1493(8)	-1869(3)	54(2)	
C(200)	4986(4)	-14(8)	1802(3)	52(2)	
C(201)	3618(3)	2529(6)	881(2)	31(1)	
C(202)	4377(3)	2992(7)	745(2)	39(2)	
C(203)	4796(4)	1767(7)	577(2)	47(2)	
C(204)	4312(4)	562(7)	613(2)	46(2)	
C(205)	3593(4)	1023(6)	790(2)	37(2)	
C(206)	4305(5)	455(11)	2005(3)	73(3)	
C(207)	4380(7)	1911(12)	2098(3)	90(4)	
C(208)	5108(7)	2368(10)	1942(3)	84(3)	

C(209)	5475(4)	1113(9)	1763(3)	59(2)
--------	---------	---------	---------	-------

**Tabelle 5.3.7c:** Bindungslängen in Å von Verbindung **12**.

Atom-Atom	Länge	Atom-Atom	Länge
Sn(1)-Cl(1)	2,404(2)	Si(11)-C(112)	1,845(6)
Sn(1)-Cl(2)	2,400(5)	Si(11)-C(113)	1,862(7)
Sn(1)-Si(1)	2,5924(17)	Si(12)-C(121)	1,884(6)
Sn(1)-Si(2)	2,5832(17)	Si(12)-C(122)	1,875(7)
Fe(1)-C(100)	2,044(6)	Si(12)-C(123)	1,866(7)
Fe(1)-C(101)	2,067(6)	Si(21)-C(211)	1,873(6)
Fe(1)-C(102)	2,051(6)	Si(21)-C(212)	1,879(7)
Fe(1)-C(103)	2,040(6)	Si(21)-C(213)	1,875(6)
Fe(1)-C(104)	2,063(6)	Si(22)-C(221)	1,867(6)
Fe(1)-C(105)	2,048(6)	Si(22)-C(222)	1,875(6)
Fe(1)-C(106)	2,042(6)	Si(22)-C(223)	1,875(6)
Fe(1)-C(107)	2,033(6)	C(100)-C(106)	1,415(9)
Fe(1)-C(108)	2,044(7)	C(100)-C(109)	1,410(9)
Fe(1)-C(109)	2,049(6)	C(101)-C(105)	1,433(8)
Fe(2)-C(200)	2,033(7)	C(102)-C(101)	1,446(8)
Fe(2)-C(201)	2,065(6)	C(103)-C(102)	1,413(7)
Fe(2)-C(202)	2,045(6)	C(103)-C(104)	1,416(8)
Fe(2)-C(203)	2,043(6)	C(105)-C(104)	1,445(8)
Fe(2)-C(204)	2,031(6)	C(107)-C(106)	1,399(8)
Fe(2)-C(205)	2,049(6)	C(107)-C(108)	1,421(9)
Fe(2)-C(206)	2,028(7)	C(109)-C(108)	1,409(9)
Fe(2)-C(207)	2,032(8)	C(200)-C(206)	1,385(9)
Fe(2)-C(208)	2,042(8)	C(200)-C(209)	1,359(9)
Fe(2)-C(209)	2,040(7)	C(201)-C(202)	1,446(8)
Si(1)-C(101)	1,868(6)	C(201)-C(205)	1,427(7)
Si(1)-Si(11)	2,346(2)	C(203)-C(202)	1,433(8)
Si(1)-Si(12)	2,366(2)	C(203)-C(204)	1,410(8)
Si(2)-C(201)	1,878(6)	C(204)-C(205)	1,416(8)
Si(2)-Si(21)	2,364(2)	C(206)-C(207)	1,386(11)
Si(2)-Si(22)	2,349(2)	C(208)-C(207)	1,409(12)
Si(11)-C(111)	1,864(7)	C(209)-C(208)	1,422(11)

**Tabelle 5.3.7d:** Bindungswinkel in ° von Verbindung **12**.

Atom-Atom-Atom	Winkel	Atom-Atom-Atom	Winkel
Cl(1)-Sn(1)-Si(1)	104,82(6)	Si(11)-Si(1)-Si(12)	113,25(9)

## 5. Anhang

Cl(1)-Sn(1)-Si(2)	103,61(7)	Si(11)-Si(1)-Sn(1)	107,88(8)
Cl(2)-Sn(1)-Cl(1)	92,2(8)	Si(12)-Si(1)-Sn(1)	102,11(7)
Cl(2)-Sn(1)-Si(1)	107,3(9)	C(201)-Si(2)-Si(21)	118,14(19)
Cl(2)-Sn(1)-Si(2)	110,5(9)	C(201)-Si(2)-Si(22)	112,06(19)
Si(2)-Sn(1)-Si(1)	131,11(5)	C(201)-Si(2)-Sn(1)	106,87(18)
C(100)-Fe(1)-C(101)	158,5(3)	Si(21)-Si(2)-Sn(1)	103,15(7)
C(100)-Fe(1)-C(102)	121,8(3)	Si(22)-Si(2)-Si(21)	109,80(9)
C(100)-Fe(1)-C(104)	121,3(3)	Si(22)-Si(2)-Sn(1)	105,64(8)
C(100)-Fe(1)-C(105)	158,7(3)	C(111)-Si(11)-C(113)	108,6(3)
C(100)-Fe(1)-C(109)	40,3(3)	C(111)-Si(11)-Si(1)	112,1(2)
C(102)-Fe(1)-C(101)	41,1(2)	C(112)-Si(11)-C(111)	109,4(4)
C(102)-Fe(1)-C(104)	68,2(2)	C(112)-Si(11)-C(113)	109,2(3)
C(103)-Fe(1)-C(100)	106,1(3)	C(112)-Si(11)-Si(1)	109,7(2)
C(103)-Fe(1)-C(101)	69,1(2)	C(113)-Si(11)-Si(1)	107,8(2)
C(103)-Fe(1)-C(102)	40,4(2)	C(121)-Si(12)-Si(1)	109,6(2)
C(103)-Fe(1)-C(104)	40,4(2)	C(122)-Si(12)-C(121)	108,6(3)
C(103)-Fe(1)-C(105)	68,3(3)	C(122)-Si(12)-Si(1)	108,3(2)
C(103)-Fe(1)-C(106)	123,1(3)	C(123)-Si(12)-C(121)	109,7(3)
C(103)-Fe(1)-C(108)	156,9(3)	C(123)-Si(12)-C(122)	107,0(3)
C(103)-Fe(1)-C(109)	121,1(3)	C(123)-Si(12)-Si(1)	113,5(2)
C(104)-Fe(1)-C(101)	69,4(2)	C(211)-Si(21)-C(212)	104,9(3)
C(105)-Fe(1)-C(101)	40,7(2)	C(211)-Si(21)-C(213)	109,8(3)
C(105)-Fe(1)-C(102)	68,0(2)	C(211)-Si(21)-Si(2)	110,8(2)
C(105)-Fe(1)-C(104)	41,1(2)	C(212)-Si(21)-Si(2)	109,2(2)
C(105)-Fe(1)-C(109)	123,6(3)	C(213)-Si(21)-C(212)	109,8(3)
C(106)-Fe(1)-C(100)	40,5(2)	C(213)-Si(21)-Si(2)	112,1(2)
C(106)-Fe(1)-C(101)	123,4(3)	C(221)-Si(22)-C(222)	108,7(3)
C(106)-Fe(1)-C(102)	108,6(3)	C(221)-Si(22)-C(223)	109,0(3)
C(106)-Fe(1)-C(104)	158,1(3)	C(221)-Si(22)-Si(2)	109,4(2)
C(106)-Fe(1)-C(105)	159,6(3)	C(222)-Si(22)-C(223)	110,1(3)
C(106)-Fe(1)-C(108)	68,1(3)	C(222)-Si(22)-Si(2)	111,3(2)
C(106)-Fe(1)-C(109)	67,6(3)	C(223)-Si(22)-Si(2)	108,3(2)
C(107)-Fe(1)-C(100)	68,1(3)	C(109)-C(100)-C(106)	107,3(6)
C(107)-Fe(1)-C(101)	108,9(3)	C(106)-C(100)-Fe(1)	69,7(4)
C(107)-Fe(1)-C(102)	125,0(3)	C(109)-C(100)-Fe(1)	70,0(4)
C(107)-Fe(1)-C(103)	159,9(3)	C(105)-C(101)-C(102)	105,6(5)
C(107)-Fe(1)-C(104)	159,2(3)	C(102)-C(101)-Fe(1)	68,9(3)
C(107)-Fe(1)-C(105)	124,1(3)	C(102)-C(101)-Si(1)	127,1(4)
C(107)-Fe(1)-C(106)	40,1(2)	C(105)-C(101)-Fe(1)	68,9(3)
C(107)-Fe(1)-C(108)	40,8(3)	C(105)-C(101)-Si(1)	126,9(5)
C(107)-Fe(1)-C(109)	67,8(3)	Si(1)-C(101)-Fe(1)	131,9(3)
C(108)-Fe(1)-C(100)	68,3(3)	C(103)-C(102)-C(101)	109,0(5)
C(108)-Fe(1)-C(101)	124,3(3)	C(101)-C(102)-Fe(1)	70,0(3)
C(108)-Fe(1)-C(102)	161,6(3)	C(103)-C(102)-Fe(1)	69,4(3)
C(108)-Fe(1)-C(104)	121,9(3)	C(102)-C(103)-C(104)	109,2(5)
C(108)-Fe(1)-C(105)	108,4(3)	C(102)-C(103)-Fe(1)	70,2(3)
C(108)-Fe(1)-C(109)	40,3(3)	C(104)-C(103)-Fe(1)	70,7(3)

## 5. Anhang

C(109)-Fe(1)-C(101)	160,2(3)	C(103)-C(104)-C(105)	106,6(6)
C(109)-Fe(1)-C(102)	156,9(3)	C(103)-C(104)-Fe(1)	68,9(3)
C(109)-Fe(1)-C(104)	106,4(3)	C(105)-C(104)-Fe(1)	68,9(3)
C(200)-Fe(2)-C(201)	158,8(3)	C(101)-C(105)-C(104)	109,5(6)
C(200)-Fe(2)-C(202)	158,1(3)	C(101)-C(105)-Fe(1)	70,4(3)
C(200)-Fe(2)-C(203)	121,3(3)	C(104)-C(105)-Fe(1)	70,0(3)
C(200)-Fe(2)-C(205)	122,6(3)	C(107)-C(106)-C(100)	108,4(7)
C(200)-Fe(2)-C(208)	67,4(3)	C(100)-C(106)-Fe(1)	69,8(4)
C(200)-Fe(2)-C(209)	39,0(3)	C(107)-C(106)-Fe(1)	69,6(4)
C(202)-Fe(2)-C(201)	41,2(2)	C(106)-C(107)-C(108)	108,4(6)
C(202)-Fe(2)-C(205)	68,2(2)	C(106)-C(107)-Fe(1)	70,3(4)
C(203)-Fe(2)-C(201)	69,3(2)	C(108)-C(107)-Fe(1)	70,0(4)
C(203)-Fe(2)-C(202)	41,0(2)	C(109)-C(108)-C(107)	107,1(6)
C(203)-Fe(2)-C(205)	68,1(3)	C(107)-C(108)-Fe(1)	69,2(4)
C(204)-Fe(2)-C(200)	106,2(3)	C(109)-C(108)-Fe(1)	70,0(4)
C(204)-Fe(2)-C(201)	69,0(2)	C(100)-C(109)-C(108)	108,8(6)
C(204)-Fe(2)-C(202)	68,6(3)	C(100)-C(109)-Fe(1)	69,6(4)
C(204)-Fe(2)-C(203)	40,5(2)	C(108)-C(109)-Fe(1)	69,7(4)
C(204)-Fe(2)-C(205)	40,6(2)	C(209)-C(200)-C(206)	109,3(7)
C(204)-Fe(2)-C(207)	160,7(4)	C(206)-C(200)-Fe(2)	69,9(4)
C(204)-Fe(2)-C(208)	155,6(4)	C(209)-C(200)-Fe(2)	70,8(4)
C(204)-Fe(2)-C(209)	119,5(3)	C(205)-C(201)-C(202)	106,0(5)
C(205)-Fe(2)-C(201)	40,6(2)	C(202)-C(201)-Fe(2)	68,7(3)
C(206)-Fe(2)-C(200)	39,9(3)	C(202)-C(201)-Si(2)	126,6(5)
C(206)-Fe(2)-C(201)	124,3(3)	C(205)-C(201)-Fe(2)	69,1(3)
C(206)-Fe(2)-C(202)	160,5(3)	C(205)-C(201)-Si(2)	127,3(5)
C(206)-Fe(2)-C(203)	157,8(3)	Si(2)-C(201)-Fe(2)	130,9(3)
C(206)-Fe(2)-C(204)	123,2(4)	C(203)-C(202)-C(201)	108,4(6)
C(206)-Fe(2)-C(205)	109,5(3)	C(201)-C(202)-Fe(2)	70,2(3)
C(206)-Fe(2)-C(207)	39,9(3)	C(203)-C(202)-Fe(2)	69,4(4)
C(206)-Fe(2)-C(208)	68,0(4)	C(204)-C(203)-C(202)	107,8(6)
C(206)-Fe(2)-C(209)	66,8(3)	C(202)-C(203)-Fe(2)	69,6(3)
C(207)-Fe(2)-C(200)	66,7(3)	C(204)-C(203)-Fe(2)	69,3(4)
C(207)-Fe(2)-C(201)	110,7(3)	C(203)-C(204)-C(205)	108,4(6)
C(207)-Fe(2)-C(202)	124,8(3)	C(203)-C(204)-Fe(2)	70,2(4)
C(207)-Fe(2)-C(203)	158,7(4)	C(205)-C(204)-Fe(2)	70,4(4)
C(207)-Fe(2)-C(205)	126,6(4)	C(204)-C(205)-C(201)	109,4(6)
C(207)-Fe(2)-C(208)	40,5(3)	C(201)-C(205)-Fe(2)	70,3(3)
C(207)-Fe(2)-C(209)	67,1(3)	C(204)-C(205)-Fe(2)	69,0(4)
C(208)-Fe(2)-C(201)	125,4(3)	C(207)-C(206)-C(200)	107,5(8)
C(208)-Fe(2)-C(202)	108,1(3)	C(200)-C(206)-Fe(2)	70,3(4)
C(208)-Fe(2)-C(203)	121,0(4)	C(207)-C(206)-Fe(2)	70,2(4)
C(208)-Fe(2)-C(205)	162,6(4)	C(206)-C(207)-C(208)	109,0(8)
C(209)-Fe(2)-C(201)	161,5(3)	C(206)-C(207)-Fe(2)	69,9(5)
C(209)-Fe(2)-C(202)	123,6(3)	C(208)-C(207)-Fe(2)	70,2(5)
C(209)-Fe(2)-C(203)	105,8(3)	C(207)-C(208)-C(209)	105,4(8)
C(209)-Fe(2)-C(205)	155,7(3)	C(207)-C(208)-Fe(2)	69,4(5)

## 5. Anhang

C(209)-Fe(2)-C(208)	40,8(3)	C(209)-C(208)-Fe(2)	69,5(4)
C(101)-Si(1)-Si(11)	116,87(19)	C(200)-C(209)-C(208)	108,8(7)
C(101)-Si(1)-Si(12)	112,9(2)	C(200)-C(209)-Fe(2)	70,2(4)
C(101)-Si(1)-Sn(1)	101,81(18)	C(208)-C(209)-Fe(2)	69,7(5)

**Tabelle 5.3.7e:** Anisotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **12**.

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Sn(1)	50(1)	31(1)	31(1)	-1(1)	1(1)	1(1)
Fe(1)	32(1)	36(1)	32(1)	-2(1)	4(1)	-4(1)
Fe(2)	33(1)	43(1)	37(1)	2(1)	5(1)	6(1)
Si(1)	31(1)	28(1)	32(1)	0(1)	6(1)	-2(1)
Si(2)	29(1)	30(1)	28(1)	0(1)	3(1)	-3(1)
Si(11)	33(1)	47(1)	36(1)	-3(1)	6(1)	1(1)
Si(12)	50(1)	32(1)	35(1)	4(1)	2(1)	-4(1)
Si(21)	46(1)	37(1)	38(1)	-8(1)	4(1)	-4(1)
Si(22)	29(1)	48(1)	33(1)	2(1)	4(1)	-8(1)
Cl(1)	131(2)	61(2)	53(1)	1(1)	1(1)	-50(1)
C(111)	45(5)	51(5)	89(6)	-4(4)	15(4)	13(4)
C(112)	44(5)	130(7)	39(5)	-6(5)	14(4)	30(5)
C(113)	31(4)	74(6)	87(6)	-6(4)	8(4)	-6(4)
C(121)	79(6)	39(4)	64(5)	2(4)	15(4)	23(4)
C(122)	75(6)	56(5)	63(5)	25(4)	5(4)	-21(4)
C(123)	84(6)	56(5)	50(5)	10(4)	-9(4)	-6(4)
C(211)	65(5)	58(4)	38(4)	-14(4)	6(3)	-8(4)
C(212)	76(6)	49(5)	66(5)	-14(4)	4(4)	15(4)
C(213)	64(6)	76(6)	56(5)	-25(4)	5(4)	-34(4)
C(221)	45(4)	47(4)	34(4)	-2(3)	6(3)	-9(3)
C(222)	63(5)	95(6)	43(5)	-9(4)	7(4)	-47(5)
C(223)	28(4)	71(5)	80(6)	13(4)	15(4)	3(4)
C(100)	64(5)	48(5)	35(4)	-7(3)	0(4)	-14(4)
C(101)	27(3)	34(3)	29(3)	-3(3)	7(3)	-4(3)
C(102)	30(4)	41(4)	26(3)	-2(3)	10(3)	-4(3)
C(103)	42(4)	45(4)	31(4)	-1(3)	8(3)	-20(3)
C(104)	42(4)	56(5)	39(4)	-18(3)	19(3)	-4(4)
C(105)	39(4)	37(4)	46(4)	-9(3)	9(3)	1(3)
C(106)	55(5)	61(5)	27(4)	0(3)	13(3)	-2(4)
C(107)	70(6)	48(5)	36(4)	-6(3)	19(4)	-12(4)
C(108)	63(6)	55(5)	43(5)	0(3)	-6(4)	-2(4)
C(109)	35(4)	69(6)	55(5)	1(4)	-12(4)	-7(4)
C(200)	40(4)	48(4)	69(5)	13(4)	6(4)	5(4)
C(201)	32(4)	38(4)	23(3)	0(3)	4(3)	-8(3)
C(202)	33(4)	49(4)	35(4)	1(3)	-1(3)	-5(3)
C(203)	41(4)	63(5)	38(4)	2(3)	17(3)	10(4)

## 5. Anhang

C(204)	47(5)	44(4)	47(4)	-6(3)	1(4)	5(3)
C(205)	33(4)	34(4)	43(4)	-6(3)	3(3)	-3(3)
C(206)	51(5)	117(8)	53(5)	46(5)	11(4)	16(5)
C(207)	127(10)	119(9)	24(5)	2(5)	-6(5)	81(8)
C(208)	133(10)	74(7)	42(6)	2(4)	-33(6)	-15(7)
C(209)	42(5)	77(6)	59(5)	14(4)	-5(4)	-2(4)

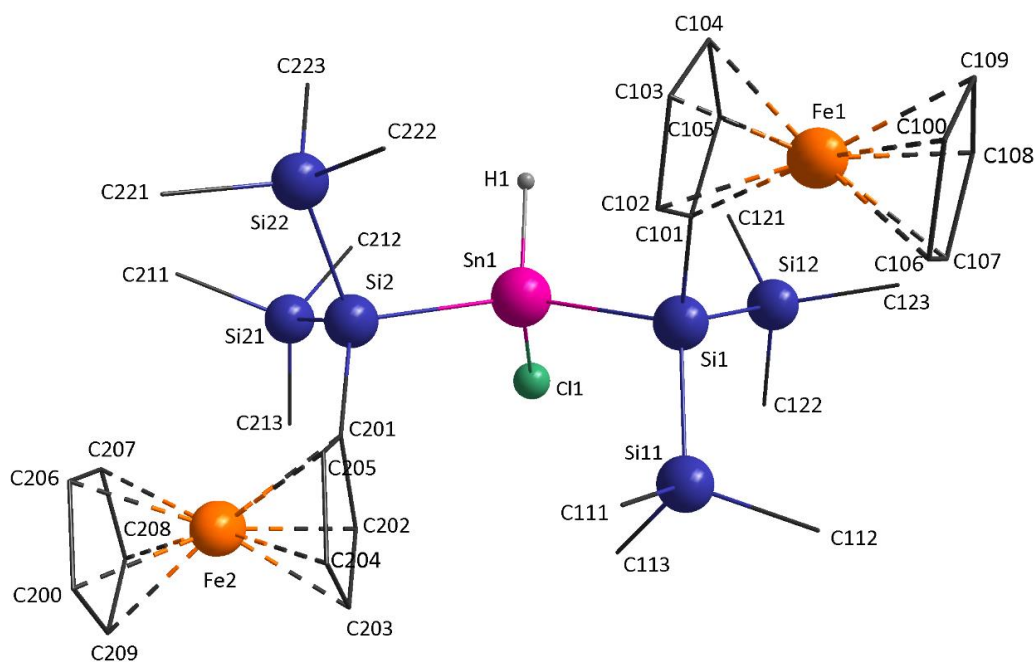
**Tabelle 5.3.7f:** *Koordinaten der Wasserstoffatome ( $\times 10^4$ ) und isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ) von Verbindung **12**, sowie Besetzungsfaktoren  $k$  teilbesetzter Lagen.*

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$	k
H(1)	1336(13)	5740(40)	409(19)	45	0,942
H(2)	2979(16)	6210(40)	-92(19)	45	0,058
H(10A)	291	42	-466	47	
H(10B)	1697	877	-533	39	
H(10C)	250	4447	-783	49	
H(10D)	-620	2228	-603	54	
H(10E)	1505	2901	-2020	61	
H(10F)	166	-685	-1697	59	
H(10G)	1563	214	-1808	57	
H(10H)	-754	1471	-1851	64	
H(10I)	65	3698	-2050	65	
H(11A)	3308	1216	-339	92	
H(11B)	2912	672	-882	92	
H(11C)	3831	841	-816	92	
H(11D)	3260	4160	-1792	106	
H(11E)	3800	2769	-1765	106	
H(11F)	2880	2600	-1831	106	
H(11G)	4046	4154	-266	95	
H(11H)	4561	3753	-745	95	
H(11I)	4039	5167	-770	95	
H(12A)	1422	7654	-411	91	
H(12B)	1109	8460	-931	91	
H(12C)	679	7054	-740	91	
H(12D)	3017	7509	-887	97	
H(12E)	3096	6786	-1448	97	
H(12F)	2656	8283	-1401	97	
H(12G)	881	5622	-1810	95	
H(12H)	1280	7067	-1994	95	
H(12I)	1720	5570	-2041	95	
H(20A)	5098	-1022	1699	63	
H(20B)	5337	1765	460	56	
H(20C)	4578	3994	767	47	
H(20D)	6004	1070	1626	71	



5. Anhang

H(20E)	4450	-444	524	55
H(20F)	3144	386	853	44
H(20G)	3849	-152	2080	88
H(20H)	5328	3356	1968	101
H(20I)	3980	2539	2247	109
H(21A)	2411	4637	2383	80
H(21B)	3307	4223	2460	80
H(21C)	3026	5802	2600	80
H(21D)	2439	7452	1195	96
H(21E)	1863	6735	1587	96
H(21F)	2502	7856	1803	96
H(21G)	4186	6565	1273	97
H(21H)	4194	7070	1869	97
H(21I)	4475	5491	1729	97
H(22A)	2309	1769	2193	63
H(22B)	1640	650	2027	63
H(22C)	2471	514	1788	63
H(22D)	1145	1847	515	100
H(22E)	1711	563	694	100
H(22F)	880	699	933	100
H(22G)	834	4281	1294	89
H(22H)	569	3115	1706	89
H(22I)	1239	4233	1870	89



**Abbildung 5.7:** Molekülstruktur von **12**; Lagefehlordnungskonformer mit 94 % Anteil.

## 5.4 Literaturverzeichnis

- [1] H. Werner, *Angew. Chem.*, **2012**, *124*, 6156–6162.
- [2] C. Elschenbroich, *Organometallchemie*, 4. Aufl., Teubner Verlag, Stuttgart **2003**.
- [3] R. Nienhaus, *Dissertation*, **2010**, Dortmund.
- [4] H.G.O. Becker, *Organikum*, 22. Aufl, Wiley-VCH Verlag, Weinheim **2004**.
- [5] O.A. Nesmejanova, *Doklady Akad. Nauk SSSR*, **1954**, *97*, 459.
- [6] R. A. Benkeser, *J. Am. Chem. Soc.*, **1954**, *76*, 4025.
- [7] S. I. Goldberg, *J. Org. Chem.*, **1963**, *28*, 850.
- [8] D. Seyferth, *Inorganic Chemistry*, **1962**, *1*, 227.
- [9] F.L. Hedberg, H. Rosenberg, *Tetrahedron Letters*, **1969**, *46*, 4011–4012.
- [10] N. P. Ehrhart, *Dissertation*, **2017**, Mainz.
- [11] J.W. Huffman, *J. Org. Chem*, **1965**, *30*, 1600–1604.
- [12] H.B. Kagan, *Tetrahedron Letters*, **1990**, *31*, 3121–3124.
- [13] H. Schottenberger, *Z. Naturforsch.*, **1993**, *48 b*, 1524–1532.
- [14] U. T. Mueller-Westerhoff, *J. Organomet. Chem.*, **1996**, *512*, 219–224.
- [15] B. Bildstein, *Organometallics* **1999**, *18*, 4325–4336.
- [16] K. Heinze, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **2015**, *641*, (3-4), 517–520.
- [17] H. Rosenberg, *Tetrahedron Lett.* **1969**, *46*, 4011–4012.
- [18] R. D. Miller, *Chem. Rev.*, **1989**, *89*, 1359–1410.
- [19] M. Tanaka, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **1993**, *66*, 334–336.
- [20] M. Kumada, *Tetrahedron Lett.*, **1965**, *1*, 83–88.
- [21] K. H. Pannell, *Organometallics*, **1993**, *12*, 1983–1987.
- [22] N. Wiberg, *Coord. Chem. Rev.*, **1997**, *163*, 217–252.
- [23] H. Gilman, *J. Am. Chem. Soc.*, **1964**, *86*, 1454.
- [24] H. Bock, *J. Organomet. Chem.*, **1993**, *445*, 19–28.
- [25] R. E. Wochele, *Dissertation*, **2001**, Stuttgart.

- [26] H. Bürger, *J. Organomet. Chem.*, **1970**, *21*, 291–301.
- [27] H. Bürger, *J. Organomet. Chem.*, **1969**, *18*, 299–306.
- [28] A. Schulz, *Dalton Trans.*, **2009**, 9304–9311.
- [29] C. Marschner, *Organometallics* **2002**, *21*, 1023–1030.
- [30] K. W. Klinkhammer, *Habilitation*, **1998**, Stuttgart.
- [31] M. F. Lappert, *J.C.S. Dalton*, **1977**, 2004.
- [32] G. Bertrand, *Chem. Rev.*, **2000**, *100*, 39–91.
- [33] K. W. Klinkhammer, *Polyhedron* **2002**, *21*, 587–598.
- [34] Z. Rappoport, Ed, *The Chemistry of Organic Germanium, Tin and Lead Compounds Volume 2 Part 1*, **2002**, John Wiley & Sons, Ltd, Chichester.
- [35] M. F. Lappert, *J. Chem. Soc. Commun.*, **1976**, 261–262.
- [36] N. Tokitoh, *Chem. Rev.*, **2009**, *109*, 3479–3511.
- [37] C. Janiak, *Riedel, moderne anorganische Chemie*, 4. Auflage, **2012**, Gruyter, Berlin.
- [38] F. T. Edelmann, *Organometallics* **1991**, *10*, 23–25.
- [39] F. T. Edelmann, *Organometallics* **1991**, *10*, 25–26.
- [40] K. W. Klinkhammer, D. Hinderberger, *Inorg. Chem.* **2008**, *47*, 9965–9978.
- [41] D. S. Wright, *Angew. Chem.*, **1991**, *103*, 1539.
- [42] D. S. Wright, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, **1992**, 1413.
- [43] M. Veith, *Angew. Chem.* **1988**, *100*, 1418–1421.
- [44] C. Franzen, *Examensarbeit*, **2003**, Mainz.
- [45] C. Förster, *Dissertation*, **2007**, Mainz.
- [46] L. Peters, *Examensarbeit*, **2012**, Mainz.
- [47] A. Damm, *Dissertation*, **2017**, Mainz.
- [48] A. F. Holleman, E. Wiberg, N. Wiberg, *Lehrbuch der anorganischen Chemie*, 102. Auflage, **2007**, Gruyter, Berlin.
- [49] R. A. Geanangel, *Inorg. Chem.*, **1990**, *29*, 3525.
- [50] M. Becker, *Dissertation*, **2010**, Mainz.

- [51] J. A. B. Hartrath, *Dissertation*, **2013**, Mainz.
- [52] M. J. Slade, *J. Organomet. Chem.*, **1987**, 330, 31 – 46.
- [53] R. West, *J. Am. Chem. Soc.*, **2002**, 124, 4186 – 4187.
- [54] P. Gütlich, *Chemie in unserer Zeit* **1970**, 4, 133 – 144.
- [55] P. Gütlich, *Chemie in unserer Zeit*, **1971**, 5, 131 – 141.
- [56] H. Wegener, *Mößbauereffekt und seine Anwendung in Physik und Chemie*, 2. Auflage, **1996**, Bibliograph. Inst., Mannheim.
- [57] A. Weidinger, *Nukleare Festkörperphysik: Kernphysikalische Messmethoden und ihre Anwendungen*, 3. Auflage, **1997**, Teubner Verlag, Stuttgart.
- [58] A. V. Lesikar, *J. Chem. Phys.*, **1964**, 40, 2746 – 2747.
- [59] H. Determann, *Gelchromatographie*, **1967**, Springer-Verlag, Heidelberg.
- [60] P. F. W. Simon, *Analytik News, Gelpermeationschromatographie (GPC) in der Polymeranalytik: Eine kurze Einführung*, **2013**.
- [61] Bio-Rad Laboratories, Bio-Beads® S-X Beads, Gel Permeation Chromatography, *Instruction Manual (LIT263 Rev C)*.
- [62] Bundesministerium für Bildung und Forschung, *Innovationsmotor Grundlagenforschung*, **2013**, Bonn.
- [63] C. Marschner, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2004**, 3254 – 3261.
- [64] F. Lappert, *J. C. S. Chem. Comm.*, **1974**, 895 – 896.
- [65] C. Marschner, *Organometallics*, **2007**, 26, 1762 – 1770.
- [66] M. Bochmann, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **1999**, 43 – 50.
- [67] S. Harder, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2003**, 3401 – 3408.
- [68] M. Shimizu, *Chemistry Letters*, **2006**, 35, 1022 – 1023.
- [69] P. D. Trutzel, *Dissertation*, **2016**, Mainz.
- [70] P. Dierkes, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **1999**, 1519 – 152.
- [71] K. W. Klinkhammer, *Angew. Chem.* **1995**, 107, 1448 – 1451; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1995**, 34, 1334 – 1336.
- [72] K. W. Klinkhammer, *Chem. Eur. J.*, **1997**, 3, 1418 – 1431.
- [73] J. Jander, *Wasserähnliche Lösungsmittel*, **1968**, Verl. Chemie, Weinheim.

- [74] C. E. Housecroft, *Anorganische Chemie*, **2006**, Pearson Studium, München [u.a.].
- [75] T. Fjeldberg, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1983**, *11*, 639 – 641.
- [76] C. Förster, *Examensarbeit*, **2004**, Mainz.
- [77] J. C. Huffman, *Inorg. Chem.*, **1990**, *29*, 1585.
- [78] M. Herberhold, B. Wrackmeyer, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **1999**, 145 – 151
- [79] S. Pawlenko, *Methoden der organischen Chemie*, **1980**, Thieme, Stuttgart.
- [80] K. Lagarec, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **1997**, *129*, 266 – 280.