

PHILIPPS-UNIVERSITÄT MARBURG



Reaktionen von elementorganischen
Verbindungen mit Indiumatomen
in den Oxidationsstufen +I und +II

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades

der Naturwissenschaften

(Dr. rer. nat.)

dem

Fachbereich Chemie

der Philipps-Universität Marburg vorgelegt von

Andreas Lawerenz

aus (Itzehoe)

Marburg/Lahn 2007

Vom Fachbereich Chemie
der Philipps-Universität Marburg
als Dissertation am

angenommen.

Erstgutachter Prof. Dr. Werner Uhl

Zweitgutachter Prof. Dr. Bernhard Neumüller

Tag der mündlichen Prüfung am

„Keine noch so große Zahl von Experimenten kann beweisen, dass ich recht habe; ein einziges Experiment kann beweisen, dass ich unrecht habe. (No amount of experimentation can ever prove me right; a single experiment can prove me wrong.)“

Albert Einstein (1879–1955)

Inhaltsverzeichnis

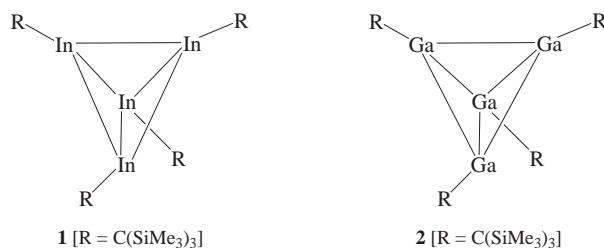
1	Einleitung	7
2	Versuche zur Reduktion und Komplexbildung	15
2.1	Einleitung	15
2.2	Umsetzungen mit Natriumamalgam	16
2.3	Umsetzungen des Tetraindiumclusters 1 und des Tetragalliumclusters 2 mit unterschiedlichen Eisenkomplexen	17
3	Umsetzung von In_4R_4 (1) zu neuen Subhalogeniden	21
3.1	Einleitung	21
3.2	Umsetzung von 1 mit Silbertetrafluoroborat	24
3.2.1	Diskussion der Struktur von 6	25
3.3	Umsetzung von 1 mit 1,2-Diodethan	30
4	Umsetzungen von 3 mit chelatisierenden Liganden	32
4.1	Einleitung	32
4.2	Umsetzung von 3 mit Lithium-divaloylmethanid	33
4.2.1	Diskussion der Struktur von 8	34
4.3	Umsetzung von 3 mit Lithium-dibenzoylmethanid im Verhältnis 1:2	37
4.3.1	Diskussion der Struktur von 9	38
4.4	Umsetzung von 3 mit Lithium-dibenzoylmethanid im Verhältnis 1:1	44
4.5	Umsetzung von 3 mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat	46
4.5.1	Diskussion der Struktur von 11	48

4.6	Umsetzung von 3 mit Lithium- <i>p-tert</i> -butylbenzoat	50
5	Umsetzungen mit einem Tetrasilandianion	52
5.1	Einleitung	52
5.2	Umsetzung von Indium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetramethyl- 1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6) (13)	54
5.2.1	Diskussion der Struktur von 14	56
5.3	Umsetzung von Gallium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetra- methyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6) (13) . . .	60
5.3.1	Diskussion der Struktur von 15	61
5.4	Umsetzung von 15 mit Kalium	65
6	Umsetzung von In₄R₄ (1) mit Lithium-ketiminaten	66
6.1	Einleitung	66
6.2	Umsetzung von In ₄ R ₄ mit Lithium-N-phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2- amid	66
6.3	Umsetzung von In ₄ R ₄ mit Lithium-N-phenyl-3-penten-2-on-4-amid (17a)	68
6.3.1	Diskussion der Struktur von 17a	70
7	Zusammenfassung	72
8	Synthese der Ausgangsverbindungen	77
8.1	Synthese von Indium(I)-bromid	78
8.2	Synthese von Tris(trimethylsilyl)methan ^[89]	78
8.3	Synthese von Tris(trimethylsilyl)methylithium ^[89]	79
8.4	Synthese von <i>tetrahedro</i> -Tetrakis[tris(trimethylsilyl)methylindium(I)] (1) ^[1]	79
8.5	Synthese von Lithium-trichloro[tris(trimethylsilyl)methylgallat] · 2 THF .	80
8.6	Synthese von Rieke-Magnesium ^[90]	80
8.7	Synthese von <i>tetrahedro</i> -Tetrakis[tris(trimethylsilyl)methylgallium(I)] (2) ^[2]	81
8.8	Synthese von Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan (3) ^[14]	81
8.9	Synthese von Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dibromodiindan (4) ^[14]	82

8.10	Synthese von Pentamethylcyclopentadienyl-eisen-dicarbonyl-bromid	82
8.11	Synthese von [Hexamethylphenyl-pentamethylcyclopentadienyl-eisen(II)]- hexafluorophosphat ^[91]	83
8.12	Synthese von Hexamethylphenyl-pentamethylcyclopentadienyl-eisen(I) (5) ^[91]	83
8.13	Synthese von N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin	84
8.14	Synthese von N-Phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2-amin	84
9	Experimenteller Teil	86
9.1	Umsetzung von 1 mit Silbertetrafluoroborat im molaren Verhältnis 1:4 . .	86
9.2	Umsetzung von 1 mit 1,2-Diodethan im molaren Verhältnis 1:2	88
9.3	Umsetzung von 3 mit Lithium-dipivalylmethanid im molaren Verhältnis 1:2	89
9.4	Umsetzung von 3 mit Lithium-dibenzoylmethanid im molaren Verhältnis 1:2	90
9.5	Umsetzung von 3 mit Lithium-dibenzoylmethanid im molaren Verhältnis 1:1	91
9.6	Umsetzung von 3 mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat im molaren Verhältnis 1:1	92
9.7	Umsetzung von 3 mit Lithium- <i>p-tert</i> -butylbenzoat im molaren Verhältnis 1:2	94
9.8	Umsetzung von Indium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetramethyl- 1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6)	95
9.9	Umsetzung von Gallium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetra- methyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6)	96
9.10	Umsetzung von 1 mit Lithium-N-phenyl-3-penten-2-on-4-amid im mola- ren Verhältnis 1:4	97
10	Liste der Verbindungen	98
11	Anhang (Kristalldaten)	101

1 Einleitung

Mit der Synthese des Tetraindium-, $\text{In}_4[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ (**1**)^[1], bzw. Tetragalliumclusters, $\text{Ga}_4[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ (**2**)^[2], gelang vor einigen Jahren in unserer Arbeitsgruppe erstmalig der einfache Zugang zu hervorragenden Ausgangsverbindungen für die Erzeugung ungewöhnlicher Indium- und Gallium-organischer Folgeprodukte.



Das Tetraindan **1** entsteht in einfacher Reaktion und guter Ausbeute bei der Umsetzung von Indium(I)-bromid mit dem sterisch anspruchsvollen Lithiumalkyl $\text{LiC}(\text{SiMe}_3)_3$ ^[1]. Die Synthese des Tetragallans **2** benötigt dagegen den Umweg über die Reduktion einer Gallium(III)-Verbindung mit Rieke-Magnesium^[2], da die entsprechenden Gallium(I)-halogenide nicht so leicht zu erhalten und deutlich instabiler als die Indium(I)-halogenide sind. Beide Clusterverbindungen verfügen über nahezu unverzerrte Tetraeder aus den Elementatomen in der Oxidationsstufe +I.

Elektrochemische Untersuchungen der Clusterverbindungen **1** und **2** durch Cyclovoltammetrie zeigten die reversible Bildung der einfach negativ geladenen Anionen. EPR-Messungen des Anions von **2** belegten das Vorliegen eines ungewöhnlichen

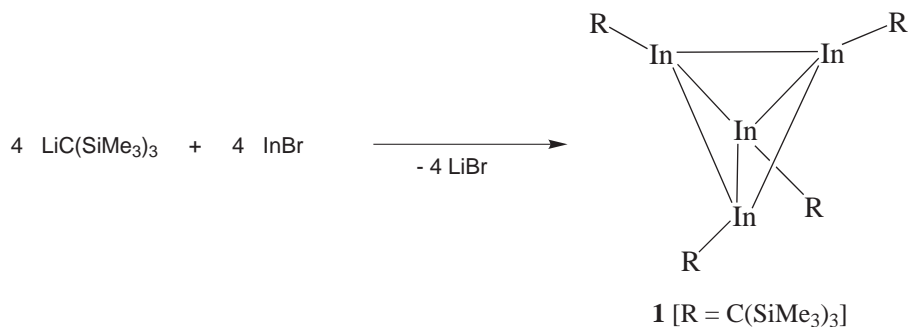


Abbildung 1.1: Darstellung des Tetraindiumclusters **1**

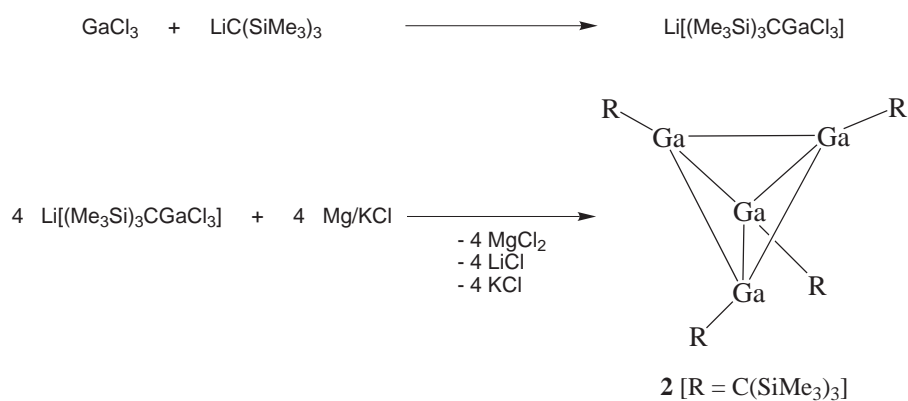


Abbildung 1.2: Darstellung des Tetragalliumclusters **2**

Radikalanions. Entsprechende Messungen mit der Indiumverbindung führten dagegen zu keinem verwertbaren Ergebnis^[3].

Während der Galliumcluster im Festkörper tetramer vorliegt, ergaben kryoskopische Messungen der Molmasse in Benzol in Abhängigkeit von der Konzentration eine vollständige Dissoziation in die monomeren Einheiten Ga–R. Diese Monomerisierung findet bei der Indiumverbindung **1** nicht statt, obwohl das Signal des monomeren Bruchstückes im Massenspektrum mit hoher Intensität auftritt. Diese monomeren Fragmente E–R sind koordinativ und elektronisch hoch ungesättigt und sind isolobal zu Kohlenmonoxid. Demzufolge gelang die Synthese von Analoga zu Übergangsmetallcar-

bonylkomplexen mit terminalen^[4,5] oder verbrückenden^[6–10] E–R-Einheiten.

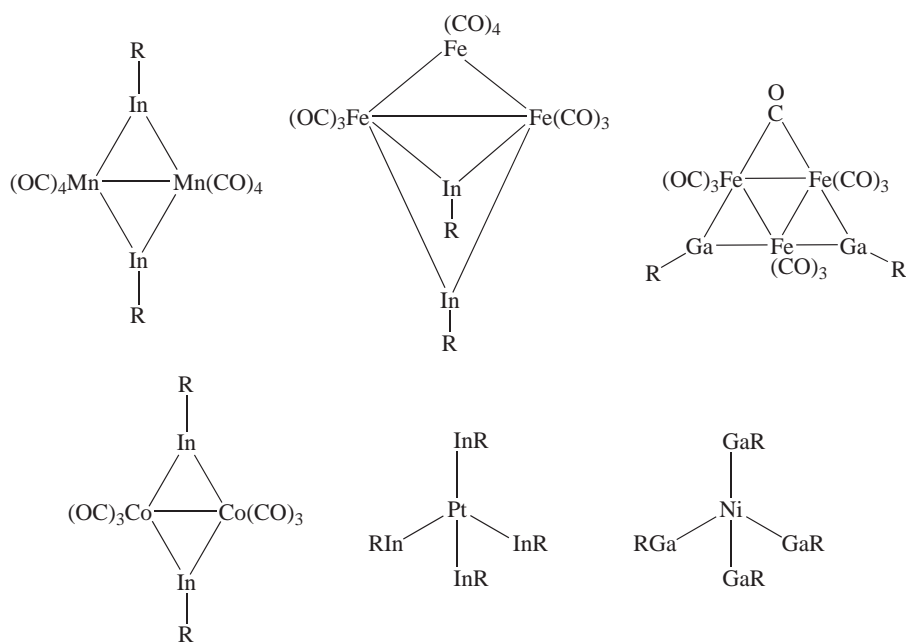


Abbildung 1.3: Ausgewählte Beispiele für Übergangsmetallcarbonylkomplexe mit E–R-Einheiten

Wie im Schema gezeigt, sind die meisten Produkte isostrukturell zu den binären Carbonylkomplexen, Abweichungen lassen sich aber in seltenen Fällen beobachten. Ein Beispiel ist die in Abb. 1.3 aufgenommene Fe_3Ga_2 -Verbindung. Quantenchemische Rechnungen für die homoleptischen Komplexe zeigen eine effektive Rückbindung von Elektronendichte vom zentralen Übergangsmetallatom in die unbesetzten p-Orbitale an den Indiumatomen^[5].

Die vollständige Oxidation der Cluster mit Chalkogenen oder Chalkogendonoren führte zur Bildung von Verbindungen des Typs $\text{E}_4\text{X}_4\text{R}_4$, die über Heterokuban-artige Käfige mit alternierender Besetzung der Würfecken verfügen^[1,11,12]. Die Umsetzung von **1** mit Propylensulfid führte dagegen unter Übertragung nur eines Schwefelatoms auf den Cluster zu der bemerkenswerten Verbindung $\text{In}_4\text{S}[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ ^[13], die sich in Anlehnung

an die Wade'schen Regeln als closo-Cluster beschreiben lässt und in der eine Fläche des In_4 -Tetraeders mit einem Schwefelatom besetzt ist.

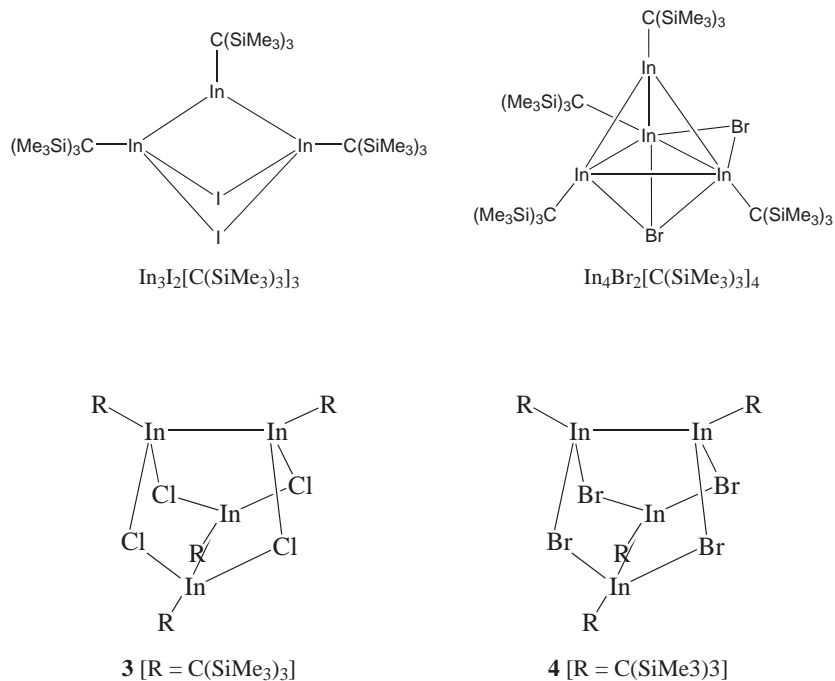


Abbildung 1.4: Elementorganische Subhalogenide von Indium

In weiteren Umsetzungen wurden elementorganische Subhalogenide der Cluster erhalten. Diese lassen sich leicht aus den Umsetzungen mit Halogendonoren wie 1,2-Dibromethan oder den freien Halogenen unter Zugabe der entsprechenden Aluminiumtrihalogenide gewinnen. Bisher führten diese Untersuchungen zum Nachweis von Indiumverbindungen mit drei unterschiedlichen Strukturmotiven. Bei Verwendung von 1,2-Dibromethan fand die teilweise Oxidation des Clusters unter Transfer eines Brommoleküls zu der Verbindung $\text{In}_4\text{Br}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ statt. Hierbei blieb die tetraedrische Anordnung der Indiumatome unverändert. Eine Dreiecksfläche des Clusters sowie eine dazugehörige Kante wurden von je einem Bromatom überbrückt^[14]. Elementares Iod in Verbindung mit Aluminiumtriiodid führte zur Bildung der Triindiumverbindung

$\text{In}_3\text{I}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_3$, die eine Kette aus drei Indiumatomen mit zwei Indium–Indium-Bindungen enthält^[15]. Das dritte Motiv entstand bei einer vollständigen Oxidation aller Indiumatome von +I nach +II in den Verbindungen $[\text{R}_2\text{In}_2\text{X}_2]_2$ [X = Cl (**3**), Br (**4**)]. In diesen Verbindungen sind jeweils zwei senkrecht zueinander stehende Indium–Indium-Einfachbindungen durch Halogenatome miteinander verbrückt, so dass ein Realgar-artiger Käfig entsteht^[14].

Durch Umsetzung des entsprechenden Galliumclusters **2** gelang auch die Darstellung analoger Galliumsubhalogenide. Lediglich eine analoge Struktur zum $\text{In}_4\text{Br}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ fehlt in dieser Reihe, was wahrscheinlich mit der leichten Dissoziation der tetraedrischen Ga_4 -Anordnung zusammenhängt. Die zu den dimeren Verbindungen $[\text{R}_2\text{In}_2\text{X}_2]_2$ analogen Galliumsubhalogenide $\text{R}_2\text{Ga}_2\text{X}_2$ bleiben wahrscheinlich aufgrund des kleineren Kovalenzradius der Galliumatome und der hohen sterischen Abschirmung auch im festen Zustand monomer.

Diese Subhalogenide sind hervorragende Ausgangsverbindungen für die Synthese von Folgeprodukten unter Salzeliminierung. Übergangsmetallcarbonylate führten zur Bildung entsprechender Koordinationsverbindungen^[16–19], wobei wie auch bei der Umsetzung mit einem Lithiumphosphanid^[20] die Spaltung der E–E-Bindung eintrat.

Diese Verbindungen wurden auch mit zwei Äquivalenten Lithiumacetylacetonat- und Lithiumcarboxylat-Verbindungen umgesetzt. Hierbei entstanden unter Eliminierung von zwei Äquivalenten Lithiumchlorid Verbindungen, in denen die beiden Chelatliganden sowohl terminale als auch verbrückende Positionen einnahmen^[21,22]. Die Art der Koordination wurde vom Biss der Liganden (O–O-Abstand) und seiner Flexibilität bestimmt. Die dreiatomige Carboxylato-Gruppe, bei der die Winkeldeformation mit einer hohen Energieänderung verbunden ist, besetzte immer die verbrückende Position über der E–E-Bindung, da dann der Abstand Kohlenstoff–Metallatom nicht zu einer abstoßenden Wechselwirkung führte. Auf Grund des relativ kleinen Sauerstoff–Sauerstoff-Abstandes führte die Verbrückung insbesondere bei Indium zu einer dramatischen Verkürzung des Indium–Indium-Abstandes. Dies hatte wegen der sterischen Spannung in den Molekülen zur Folge, dass die Carboxylato-Gruppen nahezu ideal senkrecht zueinander standen.

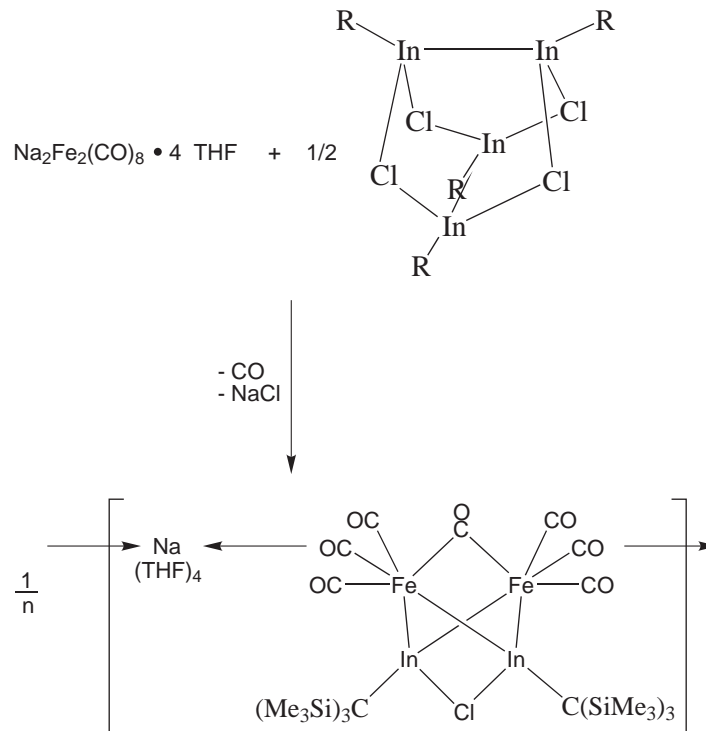


Abbildung 1.5: Beispiel für eine Umsetzung von **3** mit einem Eisencarbonylat

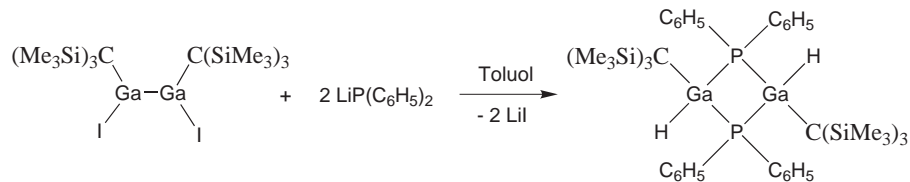


Abbildung 1.6: Umsetzung mit einem Lithiumphosphanid

Mit den größeren Acetylacetonat-Liganden besteht nicht die Gefahr einer engen transannularen Metall-Kohlenstoff-Wechselwirkung. Terminale Koordinationen resultierten, in denen die Chelatliganden über beide Sauerstoffatome an nur ein Metallatom koordinierten und die einem entspannteren Zustand mit der Annäherung der Bindungswinkel an Tetraederwinkel entsprachen. Auch der Austausch nur eines Halogenatoms gegen

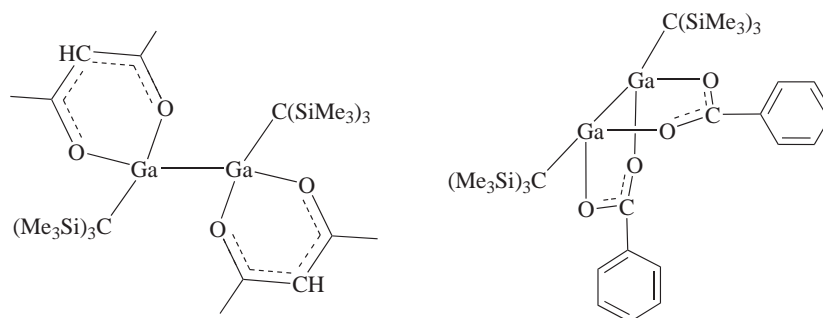


Abbildung 1.7: Terminal und verbrückend koordinierte E–E-Bindungen

eine Carboxylato-Gruppe gelang^[23]. Im Produkt wurde die E–E-Bindung wiederum überbrückt und die Koordinationszahlen am Gallium betragen drei und vier.

Die bereits erwähnten monomeren Fragmente E–R der Cluster sind neben ihren Reaktionen mit Übergangsmetallcarbonylen auch noch in anderer Hinsicht interessant. Auf Grund ihrer außerordentlich hohen thermischen Beständigkeit gelang die Bestimmung der Gasphasenstruktur von Ga–R durch ein Elektronenbeugungsexperiment bei 250 °C^[3].

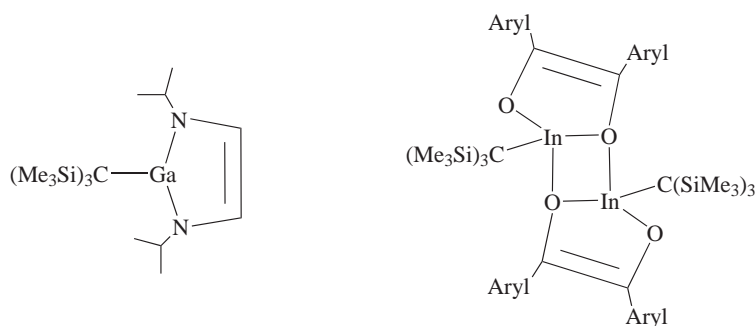


Abbildung 1.8: Produkte der Abfangreaktionen der monomeren E–R-Einheiten

Die monomeren Bruchstücke ließen sich auch durch Cycloadditionsreaktionen unter Oxidation der Elemente von +I nach +III abfangen^[24–26]. Für Ga–R erwiesen sich

Diazabutadiene, für In–R Benzilderivate als optimale Abfangreagenzien und in hohen Ausbeuten wurden die Additionsprodukte aus Abb. 1.8 isoliert, wobei wegen des größeren Radius der Indiumatome nur mit der Indiumverbindung Dimerisierung unter Bildung von In_2O_2 -Heterozyklen eintrat.

Im Laufe dieser Arbeit sollten die Möglichkeiten für die Synthese weiterer elementarorganischer Subhalogenide abgeleitet von Tetraindiumcluster **1**, insbesondere im Hinblick auf die Erzeugung von Fluoriden und Iodiden, untersucht werden, sowie eine systematische Fortsetzung der Untersuchungen zum Reaktionsverhalten der Subhalogenide von Indium erfolgen.

Ein weiteres Ziel war das Abfangen der monomeren In–R- (oder Ga–R-) Fragmente durch Chelatliganden ohne Oxidation der Indiumatome. Dies bedeutet eine Komplexbildung unter Erhalt der Oxidationsstufe +I am Indium und Vermeidung der Oxidation im Sinne typischer Cycloadditionsreaktionen.

Da die Existenz der Radikalanionen der beiden Cluster **1** und **2** durch cyclovoltammetrische Untersuchungen belegt ist, sollte auch die Möglichkeit eines Elektronentransfers auf den Tetraindium- bzw. den Tetragalliumcluster untersucht werden.

Die Synthese weiterer Übergangsmetallverbindungen unter Verwendung von Eisenkomplexen ohne Carbonylliganden war ebenfalls Teil der Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit.

2 Versuche zur Reduktion und Komplexbildung

2.1 Einleitung

Bereits vor einigen Jahren gelang in unserem Arbeitskreis die Darstellung der beiden Elementcluster E_4R_4 [$E = \text{In}$ (**1**), Ga (**2**); $R = \text{C}(\text{SiMe}_3)_3$]. Bei den Untersuchungen dieser Verbindungen wurde in cyclovoltammetrischen Messungen festgestellt, dass sich die Cluster sowohl einfach als auch zweifach reduzieren ließen^[3]. Der erste Reduktionsschritt führte reversibel zu anionischen Radikalverbindungen während der zweite Schritt irreversibel verlief. In der Folgezeit wurden einige vorläufige Versuche unternommen, diese Radikalanionen der ersten Reduktionsstufe auf präparativem Wege zu synthetisieren, nach Möglichkeit zu isolieren und zu charakterisieren. Radikalanionen mit den Elementen der dreizehnten Gruppe sind bereits in den Anionen der Dielementverbindungen R_2E-ER_2 [$E = \text{Al}, \text{Ga}$; $R = \text{CH}(\text{SiMe}_3)_2$]^[27,28] sowie vom Nonagallan Ga_9tBu_9 ^[29] aus unserer Arbeitsgruppe sowie weitere Radikalanionen dieser Elemente bekannt^[30-33].

Eine weitere Eigenschaft der Cluster folgt aus der Bildung monomerer Fragmente $E-R$. Diese monomeren Bruchstücke sind isolobal zu Kohlenmonoxid. In der Folge gelang die Darstellung vieler Analoga von Übergangsmetallcarbonylkomplexen mit terminalen^[4,5] und verbrückenden^[6-9] $E-R$ -Liganden, über die bereits ausführlich in der vorausgegangenen Einleitung berichtet wurde. Aufbauend auf den Ergebnissen cyclovoltammetrischer Untersuchungen sollte versucht werden, die Radikalanionen von **1** und **2** zu synthetisieren. Daneben sollten neue Eisenkomplexe ohne Verwendung von Carbonylverbindungen dargestellt werden.

2.2 Umsetzungen mit Natriumamalgam

Erste Versuche zur Reduktion der Cluster **1** und **2** umfassten Umsetzungen mit Alkalimetallen. Dabei zeigten frühere Untersuchungen in unserer Arbeitsgruppe, dass die Verwendung von elementarem Natrium wegen der außerordentlichen Reaktivität des Alkalimetalls die Reduktion der Clusteratome zu elementarem Gallium und Indium ergab. Auf Grund der beträchtlichen Unterschiede in den Molmassen zwischen Natrium (23 g/mol) und den Clustern (Indium: 1385,8 g/mol; Gallium: 1205,2 g/mol) gestaltete sich die exakte Einwaage der für eine Reaktion im molaren Verhältnis von 1:1 notwendigen Menge an Natrium schwierig. Daher wurde versucht, Natrium feiner zu verteilen und unter Verwendung von Quecksilber Natriumamalgam zu erzeugen. Das verwendete Natriumamalgam enthielt hierbei 1 % Natrium, womit die Legierung noch flüssig war. Bei den Versuchen mit dem Indiumcluster **1** zeigte sich, dass auch bei der Verwendung von Amalgam nur eine Reduktion des Clusters zu elementarem Indium stattfand. Die Reaktionslösung behielt über den kompletten Reaktionszeitraum die violette Farbe von **1** bei und die ^1H -NMR-Untersuchungen zeigten ausschließlich die Resonanzen von Verbindung **1** sowie Tris(trimethylsilyl)methan und 1,2-Dimethoxyethan als Lösungsmittel. Tris(trimethylsilyl)methan entstand wahrscheinlich durch radikalische Spaltung der Indium-Kohlenstoff-Bindung und anschließende Reaktion des Alkyldradikals mit dem Lösungsmittel unter Wasserstoffatomtransfer. Somit gelang auch die gezielte Reduktion mittels Natriumamalgam im Falle von **1** nicht.

Mit der Galliumverbindung **2** wurde ein anderes Ergebnis erzielt. Die charakteristische rote Farbe der Lösung des Clusters in 1,2-Dimethoxyethan verschwand während der Reaktion, stattdessen trat eine grüne Färbung auf. Die ^1H -NMR-Spektren wiesen außer dem Signal des Galliumclusters bei $\delta = 0,51$ ppm noch eine Resonanz bei $\delta = 0,50$ ppm auf. Eine umfassende Charakterisierung oder die Kristallisation der Verbindung, der die grüne Farbe zuzuordnen ist, gelang jedoch nicht. Bereits bei der Bereitung der NMR-Proben zersetzte sich ein Teil des grünen Produktes und ein kompletter

Austausch des Lösungsmittels ergab eine Lösung mit der charakteristischen roten Farbe des Galliumclusters **2**. Die vollständige Bildung des Galliumclusters unter Zersetzung der unbekanntes Verbindung wurde durch eine anschließende NMR-Messung bestätigt. Somit ließ sich die Konstitution der grünen Verbindung nicht ermitteln und eine Zuordnung der ^1H -NMR-Verschiebung von $\delta = 0,50$ ppm gelang nicht.

2.3 Umsetzungen des Tetraindiumclusters **1** und des Tetragalliumclusters **2** mit unterschiedlichen Eisenkomplexen

Nachdem eine Reduktion der Clusterverbindungen **1** und **2** durch Alkalimetalle nicht gelang, wurde versucht, andere Reduktionsmittel einzusetzen. Hiermit sollte eine einstufige Reduktion der Cluster zu den entsprechenden Radikalanionen durchgeführt und diese durch schwach koordinierende Kationen stabilisiert werden. Als geeignete Reagenzien kamen 19-Valenzelektronen-Komplexe in Betracht, die als Ein-Elektronen-Donoren dienen und anschließend als Kationen das jeweilige Produkt stabilisieren sollten. Als entsprechende Verbindung wurde von uns der Eisen(I)-komplex $\text{Cp}^*\text{-Fe-C}_6\text{Me}_6$ (**5**) gewählt.

Bei diesen Versuchen zeigte sich, dass eine Umsetzung mit dem Indiumcluster **1** nicht zu einem eindeutigen Ergebnis führte. Bei allen Reaktionen von **1** mit der Eisenverbindung **5** enthielten die ^1H -NMR-Spektren der Reaktionslösungen bereits sehr viele Signale chemisch unterschiedlicher $\text{C}(\text{SiMe}_3)_3$ -Gruppen im Bereich von 0,00 ppm bis 1,00 ppm, die von einer großen Zahl unterschiedlicher Produkte herrührten. Keine dieser Verbindungen ließ sich in reiner Form isolieren und durch Röntgenstrukturanalyse charakterisieren. Als einzige kristallin erhältliche Verbindung ergab sich das bekannte Decamethylferrocen $\text{Fe}(\text{Cp}^*)_2$ [34].

Führte man die Reaktion des Eisenkomplexes **5** mit dem Gallium-Cluster **2** durch, so erhielt man bei Umsetzungen unter 0°C ähnliche Ergebnisse. Auch hier waren in den

Kontrolluntersuchungen durch NMR-Spektroskopie mehrere Produkte neben der noch vorhandenen Ausgangsverbindung **2** erkennbar. Wurden die entsprechenden Reaktionen bei einer Temperatur von 50 °C durchgeführt, so traten im ^1H -NMR-Spektrum breite Signale mit negativen chemischen Verschiebungen zwischen $\delta = -1,49$ ppm und $\delta = -1,69$ ppm auf. Die Signalintensitäten nahmen mit steigender Reaktionszeit zu, während die Intensität des Signals bei $\delta = 0,51$ ppm, das sich dem Cluster **2** zuordnen ließ, abnahm. Gleichzeitig erschienen noch mehrere Signale im Bereich der Methylgruppen zwischen $\delta = 1,10$ ppm und $\delta = 2,20$ ppm, die sich keiner bekannten Verbindung zuordnen ließen. Die Isolierung und Identifizierung des Produktes mit den negativen chemischen Verschiebungen gelang nicht. Das Auftreten des Signals bei $\delta = 0,50$ ppm aus den Versuchen mit Natriumamalgam war nicht zu beobachten.

Trotz intensiver Bemühungen in den letzten Jahren gelang somit der präparative Zugang zu den Radikalanionen der beiden Clusterverbindungen **1** und **2** bisher nicht.

In weiteren Umsetzungen wurden die beiden Cluster mit verschiedenen Eisenkomplexen umgesetzt, um neben der Reduktion vielleicht auch einen Substituentenaustausch unter Bildung von Eisen–Indium-Bindungen zu erreichen. Diese Eisenkomplexe waren im Einzelnen die Verbindungen $\text{C}_6\text{H}_6\text{--Fe--C}_6\text{H}_8$, Mesityl–Fe–Cp, $\text{C}_6\text{Et}_6\text{--Fe--C}_8\text{H}_8$, Mesityl–Fe– C_6H_8 und $(\text{CH}_3)\text{C}_6\text{H}_5\text{--Fe--C}_4\text{H}_6$.

Mit den Komplexen $\text{C}_6\text{Et}_6\text{--Fe--C}_8\text{H}_8$ und Mesityl–Fe– C_6H_8 fanden keine erkennbaren Umsetzungen statt. Die Lösungen der Eisenkomplexe in *n*-Hexan und Toluol hatten jeweils eine rote Farbe, so dass die Reaktionsmischungen durch Zugabe von violetterm In_4R_4 oder rotem Ga_4R_4 nur eine dunklere Färbung annahmen. Die ^1H -NMR-Spektren der Reaktionslösungen zeigten auch nach Erwärmung bis zum Siedepunkt des Lösungsmittels keine neuen Produkte. Stattdessen trat nur eine Zersetzung der Clusterverbindungen ein.

Die Umsetzung von $\text{C}_6\text{H}_6\text{--Fe--C}_6\text{H}_8$ mit der Indium-Verbindung **1** führte bei Raumtemperatur nicht zu einer Reaktion. Setzte man jedoch den Eisenkomplex bei 95 °C zu **1** zu, so traten in den zur Reaktionskontrolle aufgenommenen ^1H -NMR-Spektren vier neue

Signale im charakteristischen Bereich von C(SiMe₃)₃-Gruppen, die an Indiumatomen in den Oxidationsstufen +I und +II binden, ($\delta = 0,30 \text{ ppm} - 0,50 \text{ ppm}$) auf. Auch waren im aromatischen Bereich neue Signalgruppen erkennbar. Die Integration der Signale ließ kein sinnvolles Verhältnis zwischen einer Eisenverbindung und einem vielfachen der monomeren Einheit In–R erkennen. Die Isolierung eines einzelnen Produktes dieser Reaktion durch Kristallisation gelang nicht. Ein ähnliches Ergebnis lieferte die Reaktion des Indiumclusters mit Mesityl–Fe–Cp. Hier trat in geringem Umfang eine Reaktion mit dem Clusters ein, die im ¹H-NMR-Spektrum zu einem Singulett einer neuen Verbindung mit einer chemischen Verschiebung von $\delta = 0,40 \text{ ppm}$ führte. Allerdings hat sich in diesem Fall die Eisenverbindung anscheinend zersetzt. So traten im Bereich zwischen $\delta = 1,00 \text{ ppm}$ und $\delta = 2,00 \text{ ppm}$ mehrere neue Signale auf, die sich den Methylgruppen des Mesitylenringes am Eisen zuordnen ließen. Ebenso waren mehrere Signale im Bereich zwischen $\delta = 4,20 \text{ ppm}$ und $\delta = 4,60 \text{ ppm}$ mit geringen Intensitäten zu erkennen. Auch in diesem Fall ließen sich keine Kristalle eines Produktes generieren, so dass eine Klärung des Reaktionsverlaufes bisher nicht möglich war.

Der Komplex (CH₃)₃SiC₆H₅–Fe–C₄H₆ ergab mit beiden Clustern eine erfolgreiche Umsetzung, die in ¹H-NMR-Spektren zu Signalverschiebungen der Trimethylsilyl-Signale nach hohem Feld führten. So besaß das ¹H-NMR-Spektrum der Reaktionslösung mit **1** ein Singulett bei $\delta = 0,34 \text{ ppm}$ und mit **2** eine Resonanz bei $\delta = 0,47 \text{ ppm}$. Für die Indiumverbindung traten weitere Signale von Methylgruppen bei $\delta = 2,27 \text{ ppm}$ und für aromatische Protonen bei $\delta = 6,75\text{--}6,80 \text{ ppm}$ sowie $\delta = 6,93\text{--}7,20 \text{ ppm}$ auf. Das Integrationsverhältnis belegt, dass neben einem Toluolmolekül zwei monomere Einheiten In–R vorliegen. Bei Kristallisationsversuchen wurde allerdings stets das Tetraindan **1** in unterschiedlichen Modifikationen gefunden. Die Überprüfung der jeweiligen Mutterlaugen durch NMR-Spektroskopie zeigte nur noch in wenigen Fällen Signale, die auf eine Eisenverbindung hindeuteten. Stattdessen wurde zwischen den Kristallen zum Teil schwarzer Staub gefunden, der auf die Zersetzung des Eisenkomplexes unter Bildung von elementarem Eisen hinwies. Sobald die Eisenverbindung im Überschuss hinzugegeben wurde, traten mit der Galliumverbindung neben dem Signal bei $\delta = 0,47 \text{ ppm}$ breite Resonanzen

auf, die dem Toluol-Rest gebunden an Eisen zugeordnet wurden. Auch bei dieser Umsetzung wurden Einkristalle erhalten und durch Röntgenbeugung untersucht. Wie bei der Umsetzung mit **1** wurden nur Kristalle des Ausgangsclusters gefunden, die eine andere Elementarzelle besaßen als in der Literatur beschrieben^[2].

3 Umsetzung von In_4R_4 (1) zu neuen Subhalogeniden

3.1 Einleitung

Ausgehend von der Verbindung *tetrahedro*-Tetrakis[tris(trimethylsilyl)methylindium(I)] (1) wurden bereits vor einigen Jahren verschiedene elementorganische Subhalogenide von Indium synthetisiert. Diese entstehen bei den Umsetzungen von In_4R_4 mit Halogendonororen wie 1,2-Dibromethan oder mit den elementaren Halogenen unter polarisierendem Einfluss von Aluminiumtrihalogeniden. Wie bereits eingehend in der Einleitung (Kapitel 1) diskutiert, wurde mit 1,2-Dibromethan unter Übertragung eines Brommoleküls das Subhalogenid $\text{In}_4\text{Br}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_4$ ^[14] synthetisiert, in dem die tetraedrische Anordnung der Indiumatome erhalten bleibt. Elementares Iod in Gegenwart von Aluminiumtriiodid ergab $\text{In}_3\text{I}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_3$ ^[15]. Als drittes Motiv entstanden unter vollständiger Oxidation aller Indiumatome von +I nach +II die beiden Subhalogenide Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan(II) (3) und Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dibromodiindan(II) (4). Von dem letzten Verbindungstyp kannte man bisher keine Fluoride und Iodide. Ihre Synthese und strukturelle Charakterisierung scheint aber recht bedeutsam, da wegen des ungewöhnlichen Koordinationsverhaltens der Fluoratom- und der Größe der Iodatome auch andere als die bisher beschriebenen Molekülstrukturen auftreten könnten.

In der Literatur sind mittlerweile einige elementorganische Indium-Fluor-Verbindungen mit Indium in der Oxidationsstufe +III bekannt. Dialkylelementhalogenide (X = Cl, Br, I) liegen im Allgemeinen in Lösung und im festen Zustand

Tabelle 3.1: Oligomerisierungsgrad bekannter Fluoride der Elemente Al, Ga, In

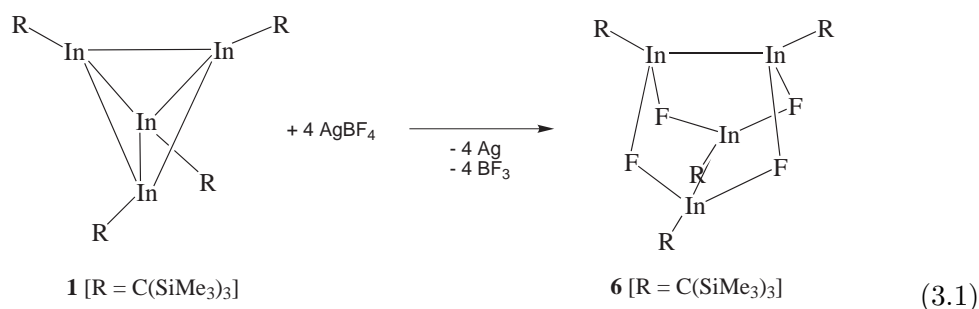
Verbindung (monomere Einheit)	Grad der Oligomerisierung	Untersuchungsmethode
Me ₂ AlF	tetramer	Kryoskopie, IR, RE, NMR, Gasphasenstruktur
Et ₂ AlF	tetramer	Kryoskopie, IR, RE, NMR
<i>i</i> Pr ₂ AlF	tetramer	IR, RE
<i>t</i> Bu ₂ AlF	tetramer	Kryoskopie, IR, RE
<i>n</i> Pr ₂ AlF	trimer	Kryoskopie, IR, RE
<i>i</i> Bu ₂ AlF	trimer	Kryoskopie, IR, RE
(PhCH ₂) ₂ GaF	dimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR, MS
Mes ₂ GaF	dimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR, Kristallstruktur
[(Me ₃ Si) ₂ CH] ₂ GaF	dimer	Kristallstruktur
Me ₂ GaF	trimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR
Et ₂ GaF	trimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR
<i>i</i> Pr ₂ GaF	trimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR, MS
Me ₂ GaF	tetramer	Kryoskopie, IR
(PhCH ₂) ₂ InF	dimer	Kryoskopie, IR, RE, NMR, MS
Mes ₂ InF	dimer (in Lösung)	Kryoskopie, IR, RE, NMR, MS
Mes ₂ InF	trimer (im Festkörper)	Kristallstruktur
<i>i</i> Pr ₂ InF	polymer, Leiterstruktur	Löslichkeit, Kryoskopie, MS
Me ₂ InF	polymer	IR, NQR
Et ₂ InF	polymer	IR, NQR

dimer vor; eine Ausnahme bildet das *Ditertbutylgalliumchlorid*. Die bekannten Diorganylelementfluoride mit Elementen der dritten Hauptgruppe sind in Tab. 3.1 zusammengefasst. Auf Grund von schwingungsspektroskopischen und kryoskopischen Untersuchungen liegen viele Fluoride mit Aluminium, Gallium und Indium trimer,

tetramer oder sogar polymer vor. Kristallstrukturen sind bekannt für die Verbindungen Bis[bis(trimethylsilyl)methyl]galliumfluorid, Dimesitylgalliumfluorid und Dimesitylindiumfluorid. Demnach liegen die Galliumfluoride dimer, das Indiumfluorid trimer vor^[35]. Der Raumanpruch der Substituenten besitzt Einfluss auf den Grad der Oligomerisierung. Ursache für das im Vergleich zu den übrigen Halogeniden teilweise abweichende Verhalten dürfte der kleine Radius der Fluoratome und der größere Abstand der beteiligten Atome in den sechs- oder höhergliedrigen Ringen sein. Bisher existiert aber keine Fluor-Verbindung mit Indium in der Oxidationsstufe +II. Einzig theoretische Rechnungen für die Verbindung $F_2In-InF_2$ lassen sich finden. Diese zeigen eine σ -E-E-Bindung ohne nennenswerte Hyperkonjugation über die p-Orbitale an Indium und die freien Elektronenpaare an den Fluoratomen^[36]. $R_2In_2I_2$ -Verbindungen sind bisher ebenfalls nicht bekannt. Die genannte Triindiumdiiodid-Verbindung $R_3In_3I_2$ stellt eigentlich keine Indium(II)-Iod-Verbindung dar, sondern enthält Indiumatome in gemischten Valenzen (+I und +II).

Um die Möglichkeiten einer Darstellung von Indium(II)-Fluor-Verbindungen zu untersuchen, wurden verschiedene Fluorierungsreagenzien verwendet. Auch alternative Möglichkeiten, Iod auf den Cluster **1** zu übertragen, sollten getestet werden.

3.2 Umsetzung von **1** mit Silbertetrafluoroborat



Für die Umsetzung von **1** mit Silbertetrafluoroborat wurde das Silbersalz in Toluol suspendiert und diese Suspension auf 40 °C erwärmt. Die Zugabe von **1**, gelöst in Toluol, erfolgte dann zunächst bei dieser Temperatur. Nachdem die Hälfte der Lösung von **1** zugetropft war, wurde die Reaktionsmischung auf 90 °C erwärmt und die zweite Hälfte der Lösung zugetropft. Anschließend wurde noch 30 Minuten bis zur vollständigen Entfärbung bei 90 °C gerührt. Durch diese Reaktionsführung wurde vor Beginn der Reaktion der sichtbare Anteil an festem Silbertetrafluoroborat verringert. Anscheinend löste sich das Silbersalz wenigstens teilweise in Toluol.

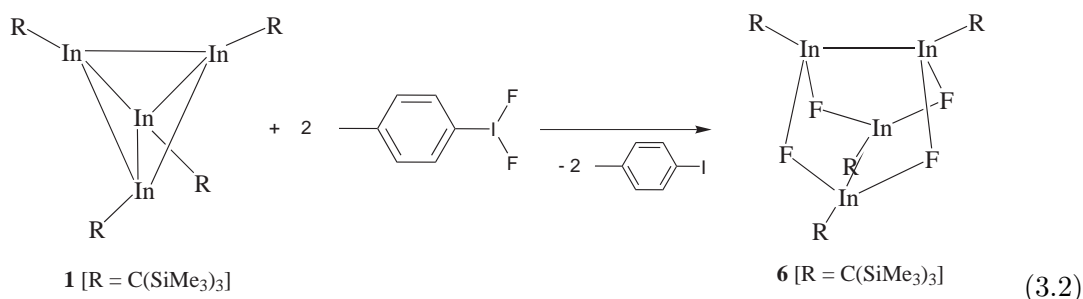
Führte man die Reaktion so durch, dass zunächst die Silbersalzsuspension mit der Lösung von **1** vollständig bei Raumtemperatur vermischt wurde, so war eine Reaktionstemperatur von 90 °C über einen Zeitraum von 90 Minuten erforderlich, um eine vollständige Entfärbung der Mischung zu erzielen.

Nach Entfärbung des Ansatzes wurde das ausgefallene elementare Silber durch Filtration entfernt. Das Lösungsmittel Toluol wurde gegen *n*-Hexan ersetzt, aus dem das entstandene Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]difluorodiindan(II) (**6**) in Form farbloser Plättchen kristallisierte.

Die ¹H-NMR-Spektren von **6** weisen mit $\delta = 0,44$ ppm ein einzelnes Singulett im charakteristischen Bereich für die Verbindungsklasse der Indium(II)-subhalogenide auf. Auch die ¹³C-NMR-Verschiebungen der an Indium gebundenen Kohlenstoffatome liegen mit $\delta = 22,6$ ppm im typischen Bereich^[14]. Ein ¹⁹F-NMR-Spektrum zeigt eine Resonanz mit einer chemischen Verschiebung von $\delta = -152$ ppm. Im Vergleich zu

Diorganylindiumfluoriden stellt dies eine Verschiebung zu tieferem Feld dar. In diesen Fluoriden liegt Indium in der Oxidationsstufe +III vor^[35]. Das Massenspektrum von **6** weist mit $m/z = 1230$ ($M^+ - C(SiMe_3)_3$) das Signal mit der höchsten Intensität auf. Weitere Massen mit hoher Intensität sind bei $m/z = 1095$ ($[F_3In_3(C(SiMe_3)_3)_3]^+$), 884 ($[F_4In_3(C(SiMe_3)_3)_2]^+$), 633 ($1/2 M^+ - F_2SiMe_2$) zu finden. Aus den Signalen lässt sich auf das Vorliegen des Dimers $[F_2In_2(C(SiMe_3)_3)_2]_2$ in der Gasphase hin.

Eine weitere Möglichkeit zur Darstellung des Subfluorids **6** bietet die Verwendung von *p*-Toluolioddifluorid. Hierbei wird ebenfalls ein Fluoratom pro Indiumatom unter Oxidation übertragen. Auf Grund der recht hohen thermischen Instabilität dieses Fluorierungsreagenzes resultiert jedoch eine geringe Ausbeute von lediglich etwa 15 %.



3.2.1 Diskussion der Struktur von **6**

Verbindung **6** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit vier unabhängigen Molekülen in einer Elementarzelle. Die Struktur von **6** wurde auch in der hexagonalen Raumgruppe $R\bar{3}$ bestimmt. In diesem Fall befanden sich noch zwei Moleküle *cyclo*-Pentan pro Formeleinheit von **6** in der Elementarzelle. Die Lösungsmittelmoleküle haben jedoch keinen Einfluss auf die Molekülstruktur von **6**, so dass im Folgenden kein weiterer Bezug auf diese Modifikation genommen wird.

Die Molekülstruktur ähnelt derjenigen der bereits bekannten Strukturen von **3** und **4**^[14]. **6** besitzt zwei orthogonal zueinander stehende Indium–Indium–Einfachbindungen, die durch μ_2 -verbrückende Fluoratome verbunden sind. Ausgehend von **1** wurden alle

Indiumatome von +I nach +II oxidiert und vier Fluoratome pro Molekül übertragen. Die Oxidation fand durch die verwendeten Silberkationen statt, wobei formal Bortrifluorid als Nebenprodukt entsteht, das aber nicht nachgewiesen wurde. Das entstandene Silber wurde mittels Guinier-Aufnahmen untersucht und identifiziert. Hierbei wurde kein Indium in dem Feststoff gefunden.

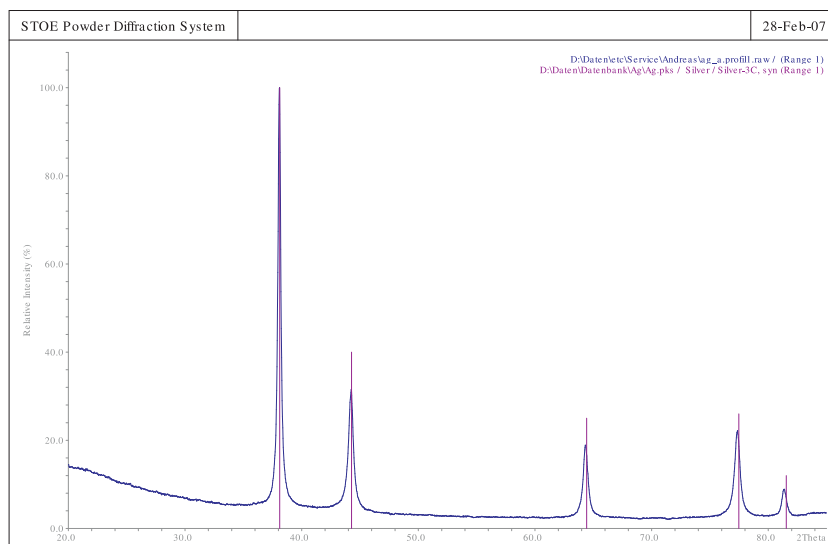


Abbildung 3.1: Guinier-Aufnahme des bei der Synthese anfallenden Feststoffs und Vergleich mit den bekannten Reflexen von elementarem Silber

Verbindung **6** lässt sich als dimeres Dialkyldiindiumdifluorid auffassen, in dem Indium eine koordinative Sättigung durch Dimerisierung über die freien Elektronenpaare der Fluoratome erreicht. Die Zuordnung eines Fluoratoms zu einem bestimmten Indiumatom ist auf Grund der Struktur nicht möglich, da alle Indium–Fluor-Bindungen in der Größenordnung von 216 pm liegen. Hiermit liegt der Indium–Fluor-Abstand in der typischen Größenordnung für μ_2 -verbrückende Fluoratome^[35,37,38].

Die Indium–Indium-Bindungslängen liegen mit 279 pm (In1–In2) bzw. 282 pm (In3–In4) in dem Bereich, der für Indium–Indium-Einfachbindungen wie bei **3** und **4**^[14] sowie Tetraalkyl- bzw. Tetraaryldiindanen ($R_2In-InR_2$)^[39–41] charakteristisch

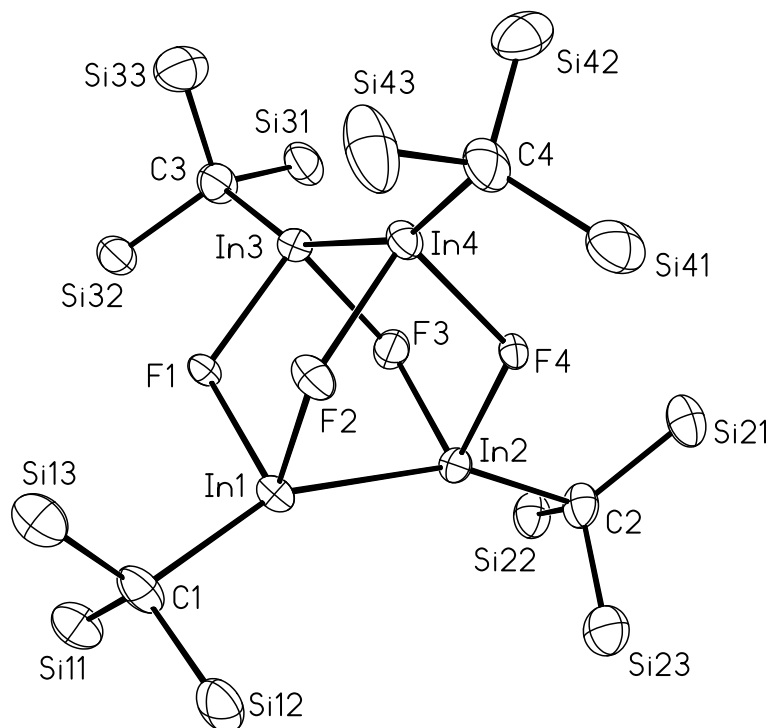


Abbildung 3.2: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **6**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen nicht dargestellt.

ist. Er ist damit deutlich kürzer als in der Ausgangsverbindung **1**^[1]. Der Indium-Indium-Abstand über die Indium-Halogen-Indium-Brücken ist mit 370 pm länger als in **1** mit 300 pm ohne Halogenatome^[1], aber erheblich kürzer als in **3** (414 pm) und **4** (425 pm). Der relativ kurze Abstand, der in der Größenordnung des doppelten van-der-Waals-Radius von Indium liegt, erklärt sich durch den gegenüber Brom und Chlor kleineren Kovalenzradius des Fluoratoms und lässt nicht auf eine zusätzliche bindende Indium-Indium-Wechselwirkung schließen.

Die Indiumatome sind verzerrt tetraedrisch umgeben. Der Winkel $\angle \text{F-In-F}$ weist mit durchschnittlich $87,5^\circ$ keine signifikanten Unterschiede zu den analogen Subhalogeniden mit Chlor- und Bromatomen auf und liegt in der gleichen Größenordnung wie für das

Tabelle 3.2: Ausgewählte Bindungslängen [\AA] und durchschnittliche Winkel [$^\circ$] für Verbindung **6**

In1-In2	2,786(1)	F-In-F	87,5
In1-C1	2,225(4)	In-F-In	117
In2-C2	2,185(4)	In-In-C	156,3
In1-F1	2,163(3)	In-In-F	93,1
In1-F2	2,175(4)		
In2-F3	2,154(4)		
In2-F4	2,167(3)		
In3-In4	2,817(1)		
In3-C3	2,178(5)		
In4-C4	2,215(5)		
In3-F1	2,150(3)		
In3-F3	2,154(4)		
In4-F4	2,146(3)		
In4-F2	2,198(4)		

trimere Dimesitylindium(III)-fluorid mit 86° ^[42]. Der Winkel $\angle\text{In-F-In}$ ist mit 117° um 13° größer als die analogen Winkel an den Halogenatomen von **3** und **4**, was auf den kleineren Radius der Fluoratome zurückzuführen ist. Im Vergleich zur trimeren Struktur von Dimesitylindium(III)-fluorid ($\angle\text{In-F-In}$: 139°) ist der Winkel jedoch deutlich kleiner. Die Erklärung für den Unterschied der Winkel dürfte in den Erfordernissen der Käfigstruktur zu suchen sein. Dimerisierung tritt bei dem Dimesitylindium(III)-fluorid nur in Lösung auf^[42]. Auf die Winkel $\angle\text{In-In-X}$ hat die Größe der Fluoratome keine Auswirkungen, da diese mit 93° in der gleichen Größenordnung liegen wie bei den analogen Chlor- und Bromverbindungen. Der Winkel $\angle\text{In-In-C}$ ist mit 156° geringfügig größer als bei den anderen beiden Subhalogeniden (Chlor: 149° , Brom: 148°).

Auffallend bei allen kristallographischen Untersuchungen ist die Fehlordnung der Moleküle von **6**. Die graphische Darstellung dieser Fehlordnung ist Abb. 3.3 zu entnehmen. Demnach liegt eine rotationssymmetrische Fehlordnung der Moleküle um eine dreizählige Achse durch eine Ecke des dargestellten verzerrten Tetraeders und die gegenüberliegende Dreiecksfläche vor. Die berechneten Besetzungsfaktoren der einzelnen Positionen der

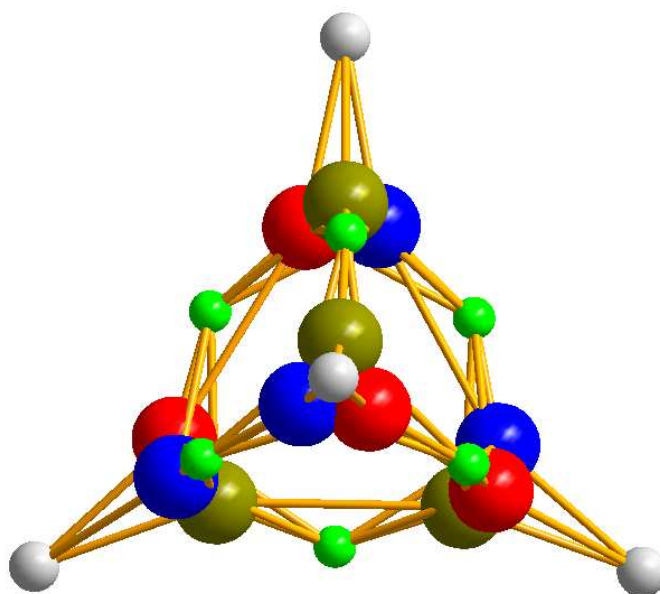
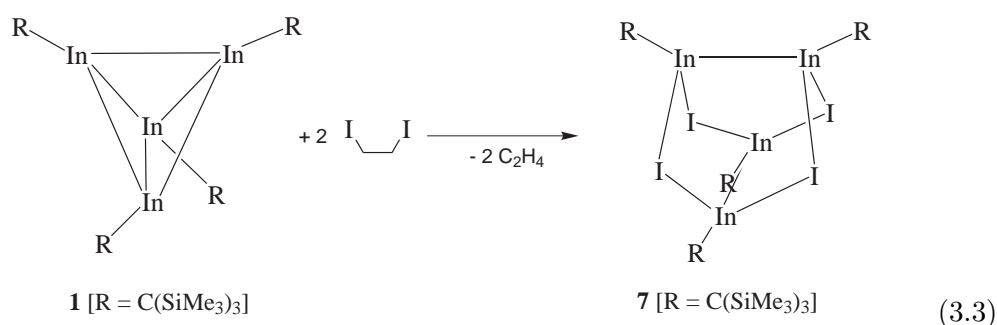


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung von **6** mit der Fehlordnung in scheinbarer Rotationssymmetrie. Die Trimethylsilylgruppen der organischen Liganden sind aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht dargestellt.

Indiumatome betragen 0,42 (gold): 0,38 (blau): 0,20 (rot), während alle dargestellten Fluorpositionen (grün) mit $2/3$ besetzt sind.

Die Struktur ließ sich auch in Zusammenarbeit mit Dr. R.-D. Hoffmann aus der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. R. Pöttgen in Münster noch nicht in einer höher symmetrischen Raumgruppe, die die dreizählige Achse enthält, lösen.

3.3 Umsetzung von **1** mit 1,2-Diiodethan



Ausgehend von der Clusterverbindung **1** wurde bereits vor geraumer Zeit das Triindiumdiiodid $\text{In}_3\text{I}_2[\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]_3$ dargestellt. Die Synthese erfolgte durch Umsetzung von **1** mit elementarem Iod unter Zugabe von Aluminiumtriiodid. Unter Verlust eines der vier Indiumatome des Clusters resultierte eine Kette aus drei Indiumatomen. Um eine vollständige Oxidation aller Indiumatome von +I nach +II zu erzielen, wurden im Rahmen dieser Arbeit erstmals Versuche mit 1,2-Diiodethan durchgeführt. Frühere Untersuchungen mit der ähnlichen Verbindung 1,2-Dibromethan führten zur Bildung eines Tetraindiumdibromids $\text{In}_4\text{Br}_2\text{R}_4$ unter nur partieller Oxidation der Indiumatome. Wegen der schnellen Zersetzung des 1,2-Diiodethans bei 20 °C wurde eine Lösung von **1** in *n*-Hexan auf -20 °C gekühlt und dann mit dem in *n*-Hexan gelösten Diiodethan versetzt. Die Lösung von Diiodethan wurde ebenfalls bei -20 °C hergestellt. Nach der Vermischung der beiden Ausgangssubstanzen wurde die Lösung auf 50 °C erwärmt und für 90 Minuten gerührt. Wie bei den Umsetzungen mit Hexachlorethan zu **3**, mit Brom/Aluminiumtribromid zu **4** und mit Silbertetrafluoroborat zu **6** erfolgte auch hier die nahezu vollständige Entfärbung der Reaktionsmischung unter gleichzeitigem Ausfall von wenig elementarem Metall.

Die $^1\text{H-NMR}$ -Verschiebung der Trimethylsilyl-Gruppen liegt mit $\delta = 0,40$ ppm im charakteristischen Bereich der Subhalogenide, ist jedoch leicht zu höherem Feld verschoben. Die Resonanz des an Indium gebundenen Kohlenstoffatoms ist mit $\delta = 30,6$ ppm zu tieferem Feld verschoben als für **6**. Das Massenspektrum von Verbindung **7** weist keine Masse oberhalb von $m/z = 715$ auf. Peaks bei $m/z = 73$ ($[\text{SiMe}_3]^+$), 115 (In^+),

201 ($[\text{ISiMe}_3]^+$), und 473 ($[\text{InC}(\text{SiMe}_3)_3]^+$) sind möglichen Abbauprodukten von **6** zuzuordnen. Signale mit geringen Intensitäten bei $m/z = 585$ ($[\text{In}_2\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]^+$) und 715 ($[\text{In}_2\text{In}_2\text{C}(\text{SiMe}_3)_3]^+$) lassen auf eine Verbindung mit Indium–Indium-Bindung schließen und deuten auf das Vorliegen der monomeren Formeleinheit in der Gasphase hin.

4 Umsetzungen von **3** mit chelatisierenden Liganden

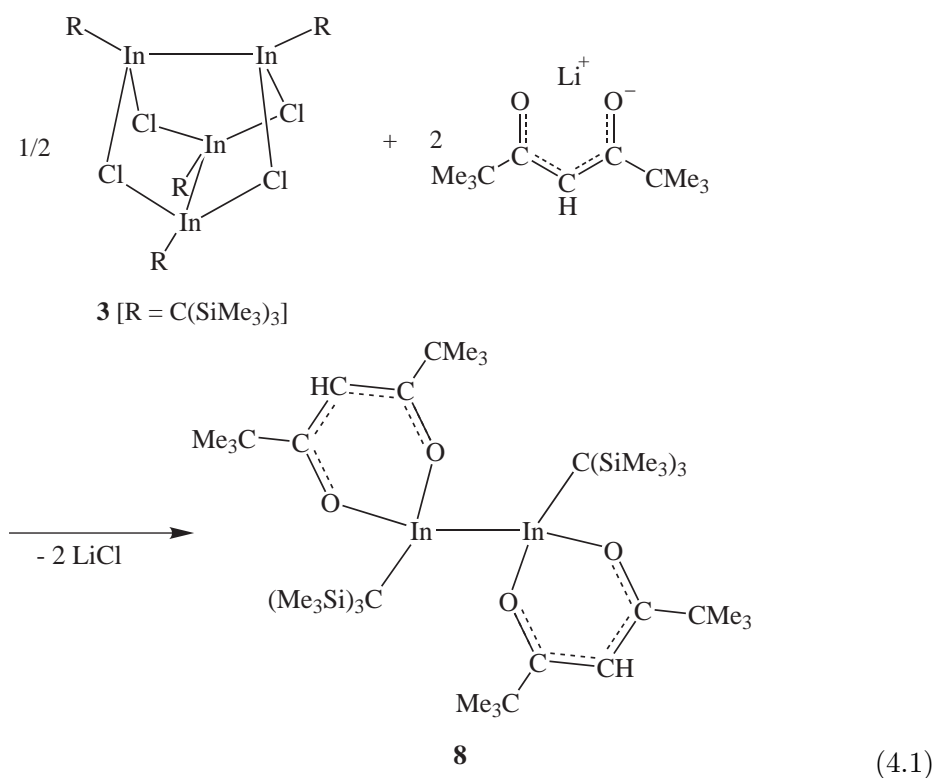
4.1 Einleitung

Wie bereits in der Einleitung (Kapitel 1) beschrieben, sind die Subhalogenide der Elemente Gallium und Indium hervorragende Ausgangsverbindungen für die Synthese von Folgeprodukten unter Salzeliminierung. Übergangsmetallcarbonylate führten zu entsprechenden Koordinationsverbindungen^[16–19], wobei ebenso wie bei der Umsetzung mit einem Lithiumphosphanid^[20] Spaltung der E–E-Bindungen eintrat. Daneben wurden die Subhalogenide von Gallium und Indium mit Acetylacetonat- und Carboxylat-Derivaten umgesetzt, wobei sich in guten Ausbeuten die entsprechenden Diindium- bzw. Digallium-Verbindungen mit zwei terminalen bzw. verbrückenden Chelatliganden bildeten^[21,22]. In weiteren Versuchen zeigte sich, dass auch ein teilweiser Ersatz nur eines Halogenatoms an der Gallium–Gallium-Bindung durch Carboxylatliganden möglich ist^[23].

Mit dem Element Gallium gelang die Synthese entsprechender Verbindungen bereits in früheren Untersuchungen. So führte die Umsetzung von Tetrakis[bis(trimethylsilyl)methyl]digallan(4) ($R_2Ga-GaR_2$ [$R = CH(SiMe_3)_2$]) mit Carbonsäure- bzw. Acetylacetonderivaten unter Erhalt der Gallium–Gallium-Bindung und Freisetzung von Bis(trimethylsilyl)methan zu den entsprechenden Dicarboxylaten bzw. Diacetylacetonaten^[43–45]. Analoge Reaktionen gelangen nicht mit der Diindiumverbindung $R_2In-InR_2$, da immer die Spaltung der Indium–Indium-Bindung erfolgte. Die Umsetzungen von Subhalogeniden wie **3** mit Lithiumcarboxylaten oder -acetylacetonaten eröffneten somit

den einzigen Zugang zu Dicarboxylato- und Diacetylacetonato-diindiumverbindungen. Die einzige bisher bekannte Dicarboxylato-diindiumverbindung entstand eher durch Zufall bei der Reaktion von Silberbenzoat mit der Triindiumverbindung $\text{In}_3\text{I}_2\text{R}_3$ unter teilweiser Zersetzung. Wir führten daher weitere systematische Untersuchungen zur Synthese derartiger Verbindungen mit Chelatliganden gebunden an Indium(II)-atome durch, insbesondere auch im Hinblick auf eine einfache und reproduzierbare Synthese der Diindiumdicarboxylate.

4.2 Umsetzung von 3 mit Lithium-dipivaloylmethanid



Durch Deprotonierung mit *n*-Butyllithium wurde zunächst aus Dipivaloylmethan Lithium-dipivaloylmethanid hergestellt. Ohne die Lithiumverbindung zu isolieren, wurde zu der Suspension des Salzes in Toluol ein halbes Äquivalent des Subhalogenids

3 getropft. Nach mehrstündigem Rühren der Mischung bei Raumtemperatur wurde zur Vervollständigung der Umsetzung noch eine Stunde bei 50 °C gerührt. Anschließend wurde das entstandene Lithiumchlorid abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der verbleibende Rückstand enthielt das Produkt Diindiumdipivaloylmethanid **8**. Aus *n*-Hexan bei -30 °C wurde **8** unter Bildung farbloser Stäbchen umkristallisiert. Das ¹H-NMR-Spektrum der Verbindung **8** weist ein Singulett bei $\delta = 0,39$ ppm für die Trimethylsilylprotonen, eines bei $\delta = 1,20$ ppm für die *tert*-Butylprotonen und eines bei $\delta = 5,78$ ppm für die vinyllischen Protonen der Liganden auf. Das Integrationsverhältnis der Signale entspricht mit 54:36:2 dem erwarteten Verhältnis. Die NMR-Verschiebung der Trimethylsilyl-Gruppen liegt im charakteristischen Bereich für an Indium–Indium-Bindungen mit Indiumatomen in der Oxidationsstufe +II gebundene C(SiMe₃)₃-Gruppen^[14,15,21,22,46]. Auch die Resonanzen der an Indium gebundenen Kohlenstoffatome liegen mit 18,5 ppm im normalen Bereich.

4.2.1 Diskussion der Struktur von **8**

Die Verbindung **8** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe C2/c mit 8 Molekülen in der Elementarzelle. Die Indium–Indium-Bindung ist mit 279 pm praktisch nicht gegenüber derjenigen des Eduktes (**4**) mit 282 pm verändert. Wie in der publizierten Verbindung mit Acetylacetonat^[22], koordiniert je ein Dipivaloylmethylrest ein Indiumatom terminal. Der entstehende Sechsring ist nicht planar. Das jeweilige Indiumatom ragt mit 18,7 pm aus der Ebene, die durch die Atome O–C–C–O gebildet wird, heraus. Die Indiumatome sind verzerrt tetraedrisch koordiniert. Auf Grund des Sauerstoff–Sauerstoff-Abstandes innerhalb eines Chelatliganden von im Mittel 290 pm fallen die Bindungswinkel $\angle \text{O–In–O}$ mit 84° an In1 bzw. 85° an In2 relativ klein aus. Die kleinen Winkel werden durch Ausweitung der Winkel $\angle \text{C–In–In}$ auf 133° an In1 bzw. 134° an In2 wie bei ähnlichen Acetylacetonaten^[22] kompensiert.

Das Molekül besitzt keine Spiegelsymmetrie, sondern ist um die Indium–Indium-

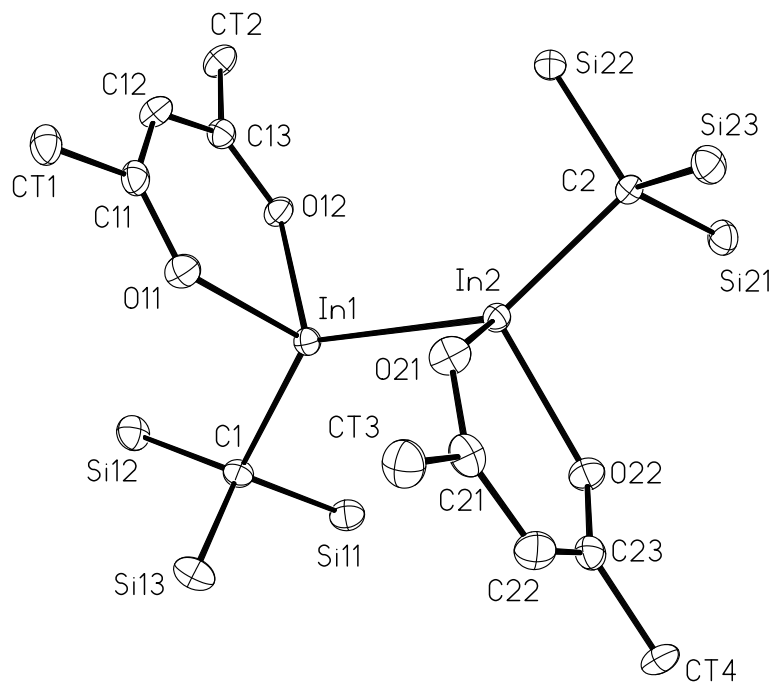


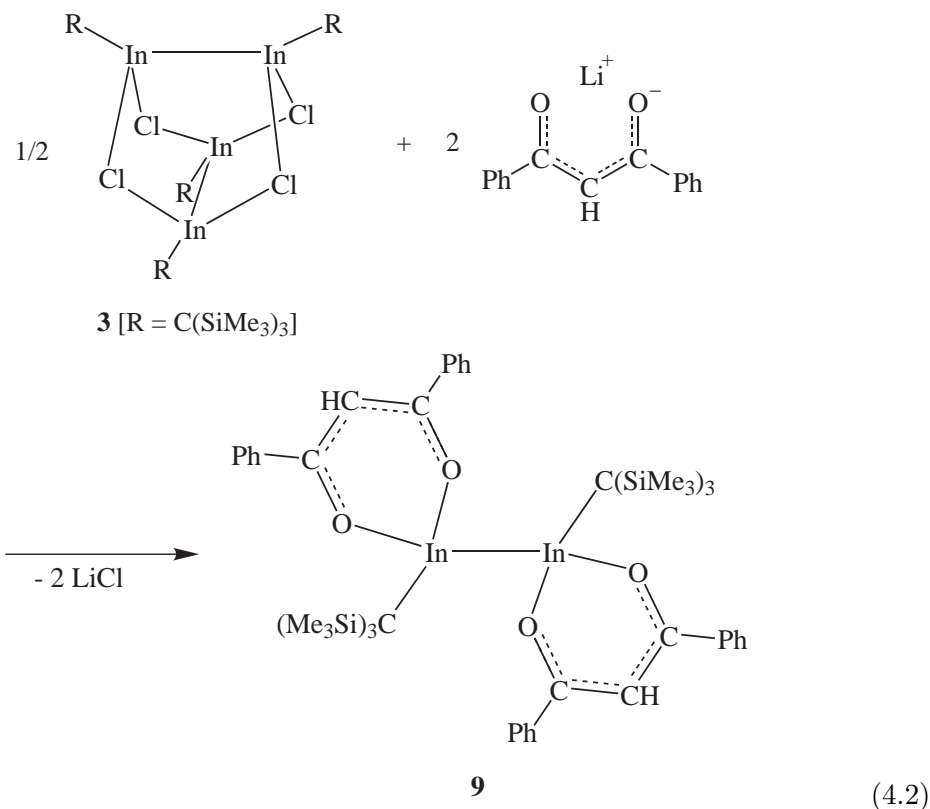
Abbildung 4.1: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **8**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen und der *tert*-Butylgruppen nicht dargestellt.

Bindung gedreht. Hierbei ergibt sich ein Torsionswinkel $\angle C1-In1-In2-C2$ von 138° in Übereinstimmung mit der *gauche*-Konformation.

Tabelle 4.1: Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für Verbindung **8**

In1-O11	2,133(3)	O11-In1-O12	84,4(1)
In1-O12	2,169(3)	O11-In1-C1	107,4(1)
In1-C1	2,217(4)	O12-In1-C1	105,3(1)
In1-In2	2,7934(4)	O11-In1-In2	101,99(8)
In2-O21	2,148(3)	O12-In1-In2	113,30(8)
In2-O22	2,170(3)	C1-In1-In2	133,1(1)
In2-C2	2,214(4)	O21-In2-O22	84,5(1)
O11-C11	1,276(5)	O21-In2-C2	108,3(1)
O12-C13	1,273(5)	O22-In2-C2	104,1(1)
C11-C12	1,396(6)	O21-In2-In1	104,18(8)
C12-C13	1,398(6)	O22-In2-In1	110,96(8)
O21-C21	1,290(5)	C2-In2-In1	133,8(1)
O22-C23	1,273(5)	C11-O11-In1	129,4(3)
C21-C22	1,386(6)	C13-O12-In1	128,2(3)
C22-C23	1,402(6)	O11-C11-C12	124,8(4)
		C11-C12-C13	127,3(4)
		O12-C13-C12	125,2(4)
		C21-O21-In2	128,7(3)
		C23-O22-In2	128,1(3)
		O21-C21-C22	124,8(4)
		C21-C22-C23	127,7(4)
		O22-C23-C22	125,4(4)

4.3 Umsetzung von **3** mit Lithium-dibenzoylmethanid im Verhältnis 1:2



Für die Umsetzung mit Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan(II) (**3**) wurde Dibenzoylmethan in Toluol mit *n*-Butyllithium in die entsprechende Lithiumverbindung überführt. Das entstandene Lithium-dibenzoylmethanid bildete in Toluol eine Suspension, zu der bei Raumtemperatur ein halbes Äquivalent von Verbindung **3**, gelöst in Toluol, gegeben wurde. Die Reaktionsmischung wurde zur Vervollständigung der Umsetzung für eine Stunde bei 50 °C gerührt und anschließend entstandenes Lithiumchlorid bei Raumtemperatur durch Filtration entfernt. Das Produkt wurde im Vakuum vom Lösungsmittel befreit und in *n*-Hexan zum Umkristallisieren aufgenommen. Verbindung **9** kristallisierte in Form gelber Stäbchen.

Das ¹H-NMR-Spektrum von **9** zeigt eine chemische Verschiebung von $\delta = 0,42$ ppm für

die Protonen der Trimethylsilylgruppen sowie ein Singulett bei $\delta = 6,84$ ppm für die vinylicischen Protonen der Liganden. Die Protonen der Phenylgruppen bilden Multipletts zwischen $\delta = 7,08$ – $7,13$ ppm und $\delta = 7,92$ – $7,98$ ppm. Die Integration der gefundenen Signale ergibt ein Verhältnis von 54:2:12:8, aus dem sich auf Verbindung **9** schließen lässt. Wie bei **8** liegen auch hier die NMR-Verschiebungen im charakteristischen Bereich für diese Verbindungsklasse^[14,15,21,22,46]. Gleiches gilt für die ¹³C-NMR-Verschiebung der an Indium gebundenen Kohlenstoffatome mit $\delta = 19,1$ ppm.

Für die Verbindung **9** lassen sich im IR-Spektrum mehrere Absorptionen im Bereich zwischen 1500 und 1600 cm^{-1} für die Valenzschwingungen der Phenylgruppen und das delokalisierte System der Chelatliganden finden. Verbindung **9** ist außerordentlich beständig und zersetzt sich erst oberhalb von 262 °C .

Elementorganische Indium(II)-Verbindungen mit dreifach koordinierten Indiumatomen wie das Diindan $\text{R}_2\text{In-InR}_2$ [$\text{R} = \text{CH}(\text{SiMe}_3)_2$] sind im allgemeinen farbig^[39], während Verbindungen mit vierfach koordinierten Indium(II)-Atomen in der Regel farblos sind^[14,21,22]. Dagegen weist **9** eine intensiv gelbe Farbe auf, die dem ausgedehnten delokalisierten π -System zugeschrieben werden kann.

4.3.1 Diskussion der Struktur von **9**

Interessanterweise kristallisiert Verbindung **9** unter geringfügig geänderten Bedingungen in drei unterschiedlichen Raumgruppen ($\text{P2}_1/\text{n}$, $\text{C2}/\text{c}$ und Pc), die im Folgenden als **9a**, **9b** und **9c** bezeichnet werden. Das Molekül in **9a** liegt auf einem Inversionszentrum, so dass der Torsionswinkel $\angle\text{C-In-In-C}$ mit 180° in einer idealen trans-Anordnung festliegt. Die Indium-Indium-Bindungslänge liegt mit 277 pm im Bereich vergleichbarer, mit Acetylacetonat koordinierter Indium(II)-Verbindungen^[22] und ist geringfügig kürzer als in der Ausgangsverbindung **3** mit 282 pm . Die Indiumatome sind verzerrt tetraedrisch koordiniert. Der Winkel $\angle\text{O1-In-O2}$ ist mit 84° stark gegenüber dem Tetraederwinkel gestaucht. Diese Stauchung wird durch den großen Winkel $\angle\text{C1-In-In}$ mit 134° kompensiert. Der Ring $\text{In1-O1-C2-C3-C4-O2}$ ist nicht planar. Stattdessen

ist der Dibenzoylmethylrest um $6,5^\circ$ in Richtung des zweiten Indiumatoms abgewinkelt. In **9b** liegt das Molekül in einer *gauche*-Anordnung mit einem deutlich kleineren Torsionswinkel $\angle\text{C1-In1-In2-C2}$ von $118,5^\circ$ vor. Auf die Bindungslängen und Bindungswinkel hat diese *gauche*-Anordnung keine Auswirkungen. So beträgt auch hier der Indium-Indium-Abstand 275 pm und die Winkel $\angle\text{O-In-O}$ liegen mit 85° in der gleichen Größenordnung wie zuvor. Schließlich treten beide Konformere in **9c** nebeneinander auf. Die Torsionswinkel $\angle\text{C-In-In-C}$ betragen hier 177° , was nahezu einer idealen *trans*-Anordnung entspricht, und 136° in Übereinstimmung mit der *gauche*-Anordnung in **9b**.

Merkliche Unterschiede zwischen den Konformeren beobachtet man für die Winkel der verzerrten tetraedrischen Anordnung um die Indiumatome. In der *trans*-Anordnung liegen die Winkel $\angle\text{O-In-In}$ in der Größenordnung von 107° bis 110° , während die analogen Winkel in der *gauche*-Anordnung den Bereich von 99° bis 108° erreichen. Entsprechend sind die Winkel $\angle\text{C-In-In}$ mit 139° bis 140° in der *gauche*-Anordnung größer als in der *trans*-Anordnung mit 133° . Als Folge liegen nun auch die beiden Acetylacetonatreste bezüglich der Ebenen O-C-C-O nicht mehr parallel zueinander, sondern weisen einen Winkel von $4,4^\circ$ auf.

Tabelle 4.2: Ausgewählte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] für Verbindung **9a**

In1-O2	2,141(3)	O2-In1-O1	83,8(1)
In1-O1	2,142(3)	O2-In1-C1	107,6(1)
In1-C1	2,197(4)	O1-In1-C1	104,7(1)
In1-In1'	2,7672(7)	O2-In1-In1'	107,09(8)
O1-C2	1,266(5)	O1-In1-In1'	109,60(8)
O2-C4	1,276(5)	C1-In1-In1'	133,07(9)
C2-C3	1,398(6)	C2-O1-In1	129,7(3)
C3-C4	1,384(6)	C4-O2-In1	129,4(3)
		O1-C2-C3	124,5(4)
		C4-C3-C2	127,5(4)
		O2-C4-C3	124,6(4)

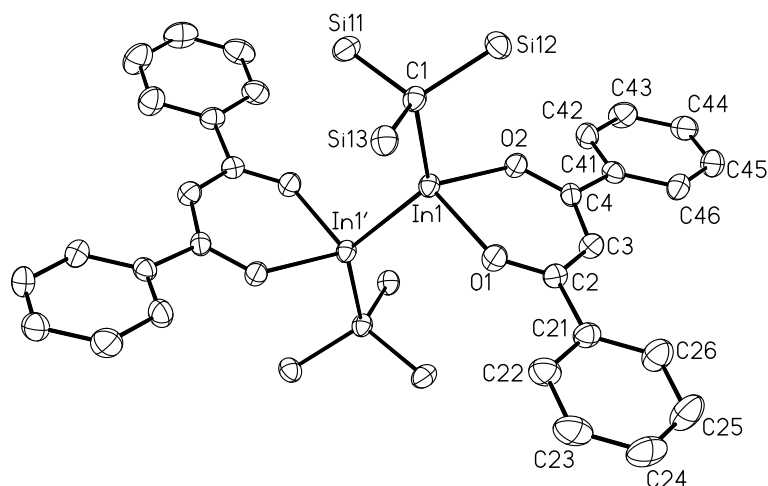


Abbildung 4.2: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **9a**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen nicht dargestellt.

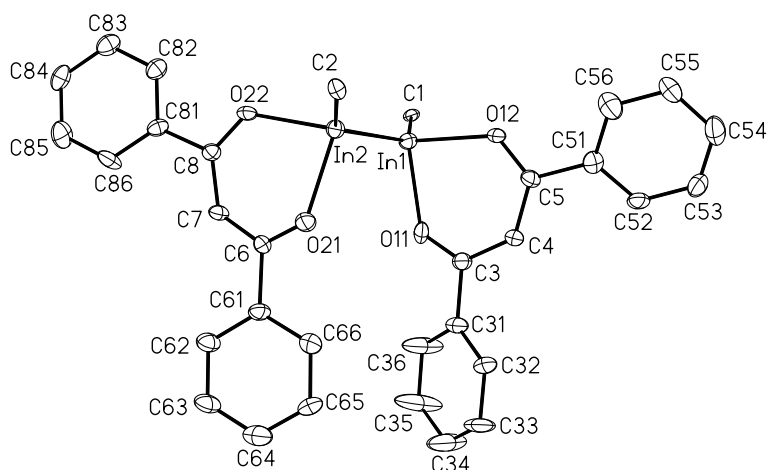


Abbildung 4.3: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **9b**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden nur die inneren Kohlenstoffatome der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen dargestellt.

Auf Grund der größeren sterischen Wechselwirkungen der Gruppen in **9b** schließen die Flächennormalen der durch die Phenylringe gebildeten Ebenen mit der zugehörigen

Ebene O–C–C–C–O des an In1 gebundenen Dibenzoylmethylrestes Winkel von 29° bzw. 32° ein. Die Ringe aus den Atomen In–O–C–C–C–O sind wie beschrieben nicht planar. Das Indiumatom ragt in der *trans*-Anordnung 17 pm aus der Ebene O–C–C–C–O hervor. In der *gauche*-Anordnung in **9b** beträgt die Entfernung 26 pm bzw. 40 pm, ist also für beide Reste unterschiedlich.

Diese Unterschiede der Strukturen von **9a**, **9b** und **9c** lassen sich auf Effekte der Packung in der Kristallstruktur zurückführen. Das Gleiche gilt für die Verdrehung der Phenylringe gegen die Ebene des jeweiligen Heterozyklus (O–C–C–C–O) an Indium. Hier sind fast alle Phenylringe aus der zu erwartenden Mesomerieebene herausgedreht. Ausgenommen davon sind nur die Phenylringe in **9a**.

Tabelle 4.3: Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für Verbindung **9b**

In1-O12	2,144(5)	O12-In1-O11	85,5(2)
In1-O11	2,163(5)	O12-In1-C1	104,7(2)
In1-C1	2,203(6)	O11-In1-C1	106,3(2)
In1-In2	2,7473(8)	O12-In1-In2	106,5(1)
O11-C3	1,261(8)	O11-In1-In2	100,3(1)
O12-C5	1,283(8)	C1-In1-In2	140,1(2)
C3-C4	1,396(9)	C3-O11-In1	127,3(4)
C4-C5	1,394(9)	C5-O12-In1	126,6(4)
In2-O21	2,149(5)	O11-C3-C4	125,0(6)
In2-O22	2,155(5)	C5-C4-C3	127,4(7)
In2-C2	2,194(6)	O12-C5-C4	126,1(6)
O21-C6	1,256(8)	O21-In2-O22	84,5(2)
O22-C8	1,274(8)	O21-In2-C2	106,5(2)
C6-C7	1,394(9)	O22-In2-C2	106,5(2)
C7-C8	1,385(9)	O21-In2-In1	99,0(1)
		O22-In2-In1	107,7(1)
		C2-In2-In1	138,8(1)
		C6-O21-In2	127,0(4)
		C8-O22-In2	126,9(4)
		O21-C6-C7	126,0(6)
		C8-C7-C6	126,7(6)
		O22-C8-C7	125,8(6)

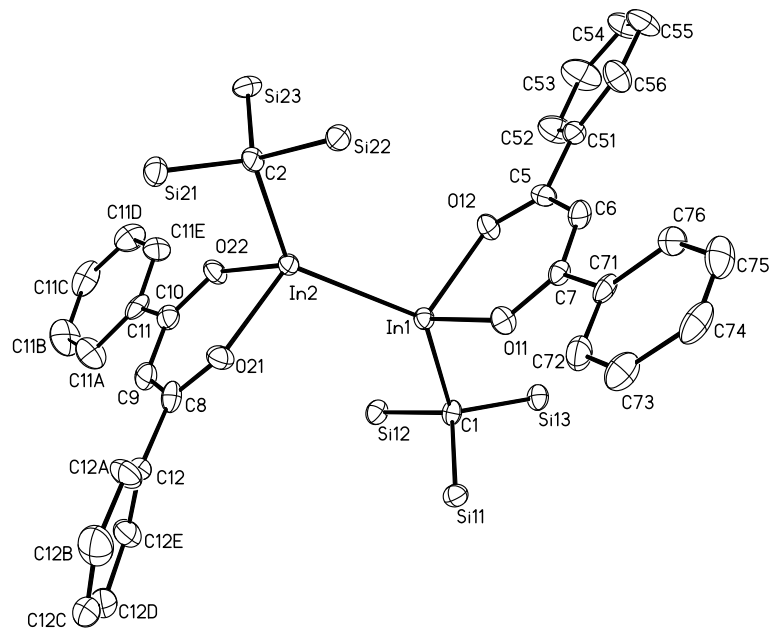


Abbildung 4.4: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **9c** in *trans*-Konformation. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen nicht dargestellt.

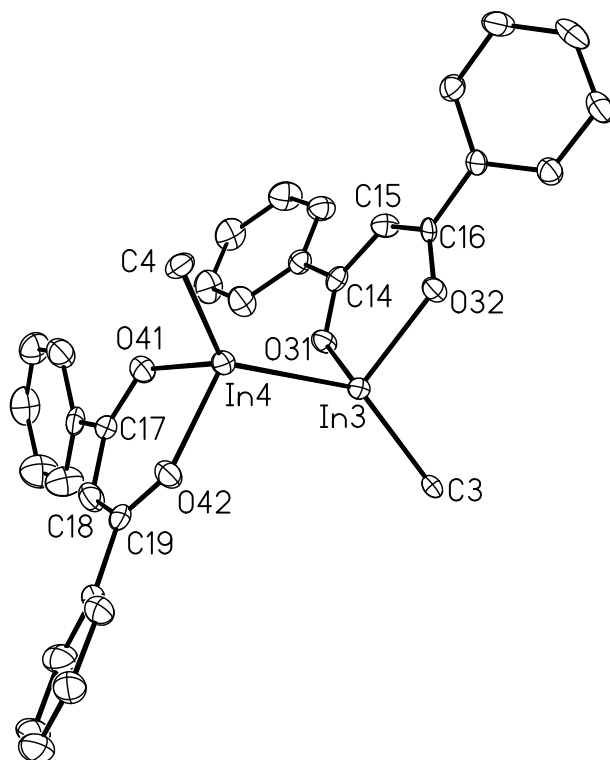


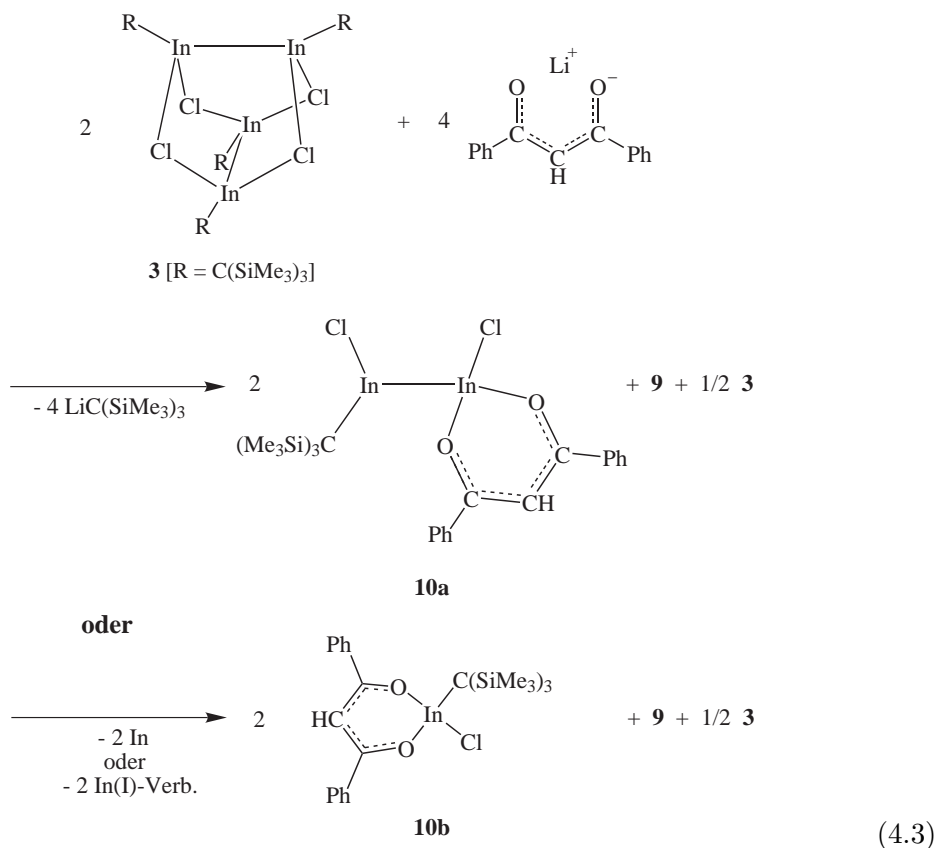
Abbildung 4.5: Darstellung eines Moleküls von Verbindung **9c** in *gauche*-Konformation. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden nur die inneren Kohlenstoffatome der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen dargestellt.

4.4 Umsetzung von **3** mit Lithium-dibenzoylmethanid im Verhältnis 1:1

Bei näherer Betrachtung der ^1H -NMR-Spektren aus der Umsetzung von **3** mit Lithium-dibenzoylmethanid im Verhältnis 1:2 fand ich eine Gruppe von Signalen, die nicht dem Produkt **9** zuzuordnen war. Diese Resonanzen besaßen die chemischen Verschiebungen von $\delta = 0,44$ ppm, $\delta = 6,68$ ppm sowie $\delta = 7,02\text{--}7,12$ ppm und $\delta = 7,80\text{--}7,84$ ppm mit einem Integrationsverhältnis von 27:1:6:4. Aus der Verschiebung der $\text{C}(\text{SiMe}_3)_3$ -Gruppe mit $\delta = 0,44$ ppm ließ sich auf eine Verbindung mit einer Indium–Indium-Bindung schließen, bei denen die Trimethylsilyl-Gruppen gewöhnlich Resonanzen in diesem Bereich aufweisen. Die Integration wies auf ein molares Verhältnis von 1:1 zwischen der Tris(trimethylsilyl)methyl-Gruppe und dem Dibenzoylmethylrest hin. Somit könnte prinzipiell die Substitution beider Chloratome einer Indium–Indium-Bindung in **3** eingetreten sein, die in der Bildung von **9** beobachtet wurde. Allerdings waren die chemischen Verschiebungen von **10** deutlich verschieden zu denjenigen der Signale von **9**. Auch die chemischen Verschiebungen für die an Indium gebundenen Kohlenstoffatome lagen mit $\delta = 19,1$ ppm (**9**) und $\delta = 15,0$ ppm (**10**) in einem Bereich, der für Verbindungen mit Indiumatomen in der Oxidationsstufe +II üblich ist. Eine Substitution einer Tris(trimethylsilyl)methyl-Gruppe an der Indium–Indium-Bindung wäre ein denkbare Produkt (**10a**), das allerdings nach unserem bisherigem Kenntnisstand nicht wahrscheinlich erscheint. Eine zweite Möglichkeit stellte die Spaltung der Indium–Indium-Bindung unter Bildung einer Indium(III)-Verbindung (**10b**) dar. Die Phenylgruppen des Dibenzoylmethylrestes könnten durch elektronische Wechselwirkungen die chemische Verschiebung im ^1H -NMR-Spektrum der Trimethylsilylprotonen beeinflussen und in den Bereich um $\delta = 0,45$ ppm statt $\delta = 0,25$ ppm verschieben. Bei der durchgeführten Reaktion fand sich stets **9** als Nebenprodukt.

Um die Bildung von **9** zu verhindern, wurden die Reaktionsbedingungen dahingehend geändert, dass die Substitution schnell ablief und die Konzentration der Reaktionspartner gering war. Hierzu wurde das Subhalogenid **3** in Toluol vorgelegt

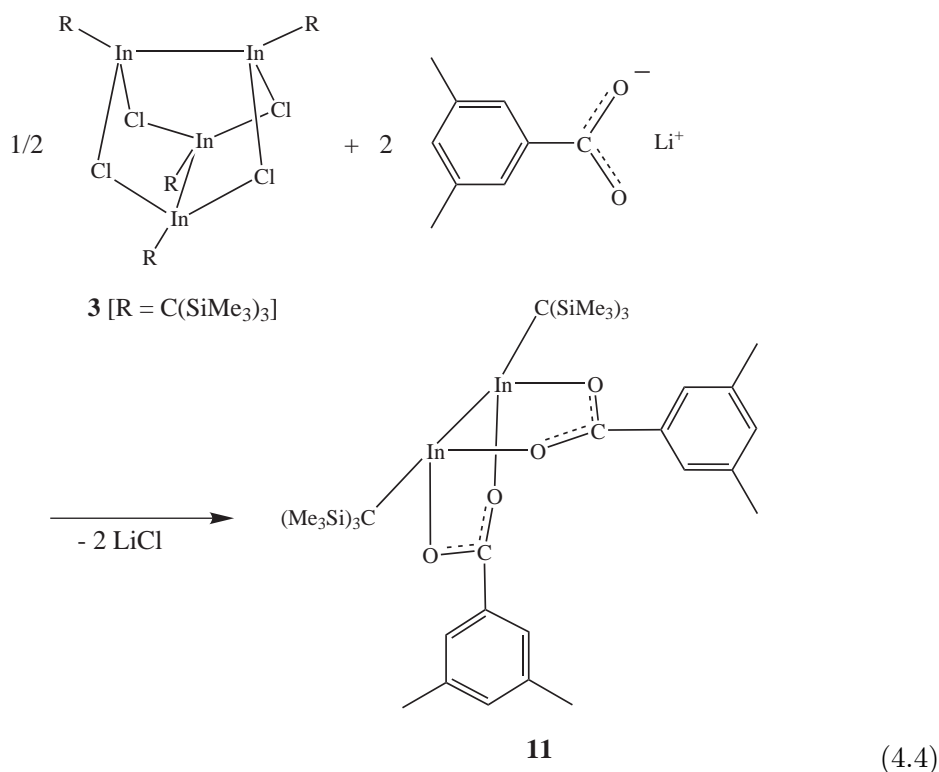
und dann bei einer Temperatur von 80 °C tropfenweise mit einer Suspension von Lithium-dibenzoylmethanid in Toluol versetzt. Dies verhinderte zwar nicht gänzlich die Bildung des zweifach substituierten Produktes **9**, aber das Verhältnis der Integrale im ¹H-NMR-Spektrum wurde zugunsten des neuen Produktes (**10**) verschoben.



Da Lithium-dibenzoylmethanid in Toluol nur als Suspension vorlag, wurden in weiteren Versuchen koordinierende Lösungsmittel wie Diethylether und Diisopropylether verwendet, um eine höhere Löslichkeit der Lithiumverbindung zu erhalten. Die Zugabe dieser Lösungsmittel führte jedoch nicht zu einer besseren Löslichkeit von Lithium-dibenzoylmethanid und somit nicht zu Erhöhung der Ausbeuten des Produktes **10**.

Bisher gelang es nicht, das Produkt dieser Umsetzung ohne die zweifach substituierte Verbindung als Nebenprodukt darzustellen. Auch ließ sich **10** bisher nicht in einkristalliner Form isolieren, um eine Strukturaufklärung durch Röntgenstrukturanalyse zu ermöglichen.

4.5 Umsetzung von **3** mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat



Die einzige bisher bekannte Dicarboxylatodiindium-Verbindung entstand eher zufällig bei der Umsetzung von Silberbenzoat mit der Triindium-Verbindung R₃In₃I₂^[21]. Seither wurde in unserem Arbeitskreis häufig versucht, diese Verbindungen auf einfacherem Weg durch Umsetzung von **3** mit unterschiedlich substituierten Metallcarboxylaten zu synthetisieren. Versuche mit Silberbenzoaten, die zur Darstellung von Dibenzoatodigallium-Verbindungen erfolgreich eingesetzt wurden, führten nur zu Produktgemischen, aus denen sich keine Verbindung isolieren ließ. Dagegen ergab die Umsetzung mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat neben mehreren Nebenprodukten reproduzierbar das gewünschte reine Produkt.

3,5-Dimethylbenzoesäure wurde zur Umsetzung mit Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]-

dichlorodiindan(II) (**3**) zunächst durch Deprotonierung mit *n*-Butyllithium in die entsprechende Lithiumverbindung überführt. Hierzu wurde die Benzoesäure in Toluol gelöst und mit *n*-Butyllithium in *n*-Hexan versetzt. Die entstandene Suspension wurde bei 30 °C zu einer Lösung von Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan(II) (**3**) in Toluol getropft. Nach Rühren der Reaktionsmischung für eine Stunde wurde die Suspension filtriert, um Lithiumchlorid zu entfernen. Das entstandene Produkt wurde aus *n*-Hexan bei -30 °C umkristallisiert und fiel in geringer Ausbeute in Form farbloser Plättchen an.

In früheren Versuchen wurde die Umsetzung in molaren Verhältnis von 1:1 durchgeführt, um so die Substitution nur eines Chloratoms an der Indium–Indium-Bindung zu erreichen. Bei diesen Versuchen zeigten die ¹H-NMR-Untersuchungen interessanterweise nur das Vorliegen des zweifach substituierten Produktes $R_2In_2[\mu-O_2C(3,5-Me_2C_6H_3)-O,O']_2$ (**11**) neben noch vorhandener Ausgangsverbindung **3**. Die Integration der NMR-Signale der C(SiMe₃)₃-Gruppen von **11** und **3** ergab ein Verhältnis von 1:1. Somit wurden bei der Hälfte der Moleküle von **3** beide Chloratome substituiert, während die zweite Hälfte nach Beendigung der Reaktion unverändert vorliegt. Ob ein einfach substituiertes Produkt als Zwischenstufe vorgelegen hat, ließ sich nicht feststellen, da auch kurze Zeit nach Zugabe von **3** im ¹H-NMR-Spektrum nur die Signale der beiden Verbindungen **3** und **11** vorhanden waren.

Im ¹H-NMR-Spektrum von **11** beobachtet man ein Singulett mit einer chemischen Verschiebung von $\delta = 0,54$ ppm für die Protonen der Trimethylsilylgruppen, ein Singulett bei $\delta = 2,09$ ppm sowie zwei Multipletts in den Bereichen $\delta = 6,74$ – $6,78$ ppm und $\delta = 8,00$ – $8,04$ ppm. Die Integrale der genannten Signale stehen im Verhältnis von 54:12:2:4 zueinander und stimmen mit dem erwarteten Spektrum für **11** überein.

4.5.1 Diskussion der Struktur von 11

Anders als in den Acetylacetonat-Derivaten **8** und **9** wird die Indium–Indium-Bindung durch die beiden Chelatliganden überbrückt. Der kleine Biss der Carboxylato-Gruppe von 225 pm führt zu einer signifikanten Verkürzung der Indium–Indium-Bindung im Vergleich zu **8** und **9** auf 265 pm. Der Indium–Sauerstoff-Abstand ist mit 221 pm dagegen um etwa 7 pm länger als in **8** und **9**. Auch der recht spitze Winkel $\angle\text{In–In–O}$ von 85° bestätigt die durch die Verbrückung der Indium–Indium-Bindung im Molekül induzierte sterische Spannung. Wie Winkel $\angle\text{O–In–O}$ belegen mit 92° die annähernd ideal senkrechte Anordnung der Chelatliganden. Dagegen nähern sich die C–In–In–C-Gruppen mit In–In–C-Winkeln von 158° einer linearen Anordnung an.

Tabelle 4.4: Ausgewählte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] für Verbindung **11**

In1-C1	2,153(4)	C1-In1-O21	110,3(1)
In1-O21	2,208(3)	C1-In1-O12	108(1)
In1-O12	2,218(3)	O21-In1-O12	91,9(1)
In1-In2	2,6463(4)	C1-In1-In2	159,5(1)
In2-C2	2,169(4)	O21-In1-In2	85,55(8)
In2-O11	2,211(3)	O12-In1-In2	83,63(8)
In2-O22	2,227(3)	C2-In2-O11	110,8(1)
O11-C11	1,266(5)	C2-In2-O22	110,1(1)
O12-C11	1,262(5)	O11-In2-O22	91,7(1)
O21-C21	1,270(5)	C2-In2-In1	157,3(1)
O22-C21	1,267(6)	O11-In2-In1	85,79(8)
		O22-In2-In1	83,89(8)
		C11-O11-In2	120,9(3)
		C11-O12-In1	123,1(3)
		O12-C11-O11	125,7(4)
		C21-O21-In1	121,5(3)
		C21-O22-In2	121,7(3)
		O22-C21-O21	125,0(4)

Die Bevorzugung der verbrückenden anstelle der terminalen Koordination der Indiumatome durch die Carboxylato-Liganden beruht auf der Inflexibilität des O–C–

O-Winkels und dem daraus resultierenden engen transannularen Kontakt zwischen Indium- und Kohlenstoffatomen^[47].

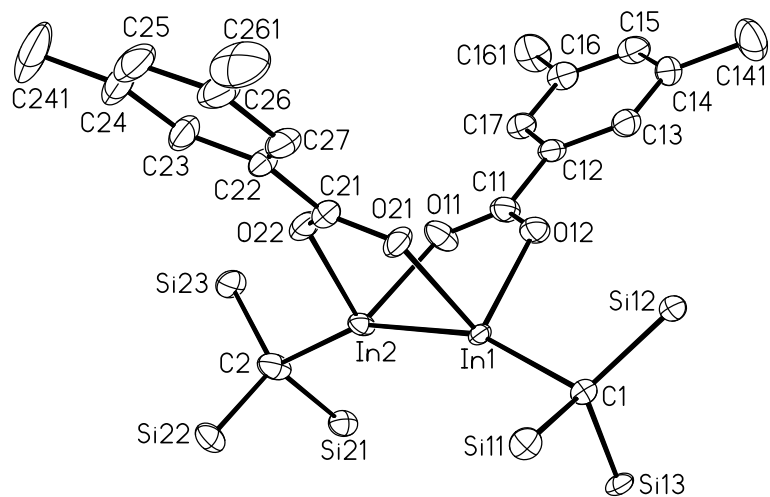
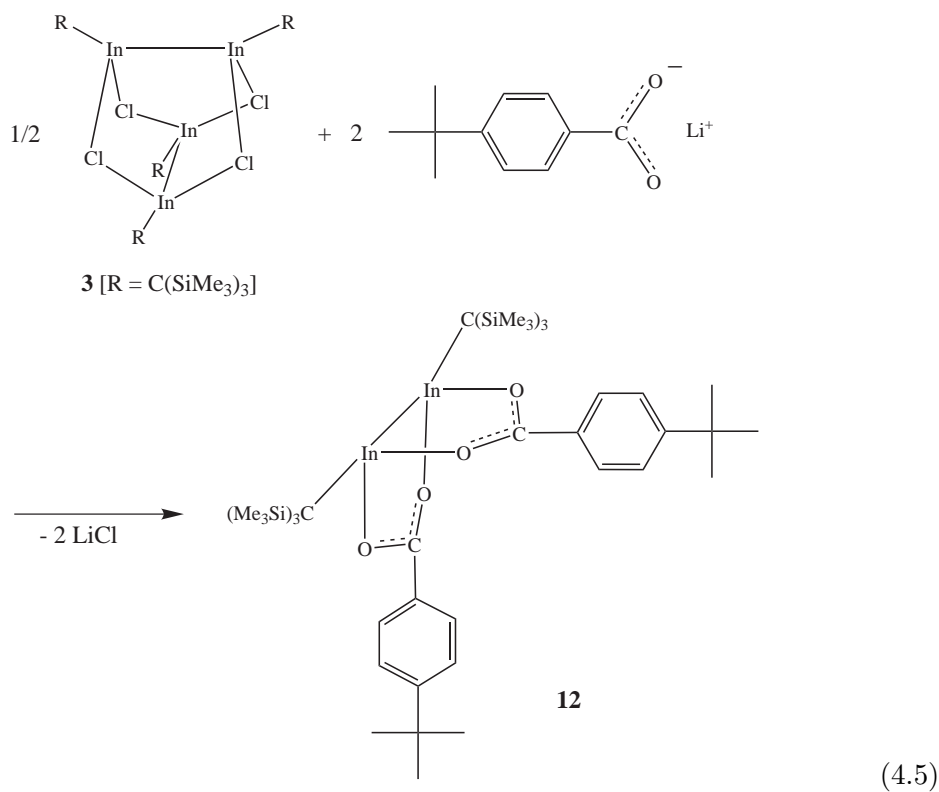


Abbildung 4.6: Darstellung des Moleküls von Verbindung **11**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Tris(trimethylsilyl)methylgruppen nicht dargestellt.

4.6 Umsetzung von **3** mit Lithium-*p*-tert-butylbenzoat



Bei der Umsetzung von **3** mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat wurden beide Chloratome gegen Benzoatliganden ausgetauscht. In gleicher Weise reagierte Lithium-*p*-tert-butylbenzoat mit Verbindung **3**. Zur Durchführung wurde *p*-tert-Butylbenzoesäure in Toluol gelöst und mit *n*-Butyllithium in das zugehörige Lithiumsalz überführt. Anschließend wurde **3** ebenfalls in Toluol gelöst und zu der Suspension des Benzoats getropft.

Hierbei zeigte sich ein wesentlicher Unterschied zu der Reaktion mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat. Führte man die Reaktion mit Lithium-*p*-tert-butylbenzoat im molaren Verhältnis von zwei Teilen Benzoat mit einem Teil der Indiumverbindung durch, so erkannte man im ¹H-NMR-Spektrum der Reaktionslösung neben einigen Zersetzungsprodukten des eingesetzten Diindans eine Gruppe von Signalen, die dem zweifach substituierten Produkt (**12**) der Reaktion zuzuordnen war. Hierbei handelt

es sich um zwei Singulettts mit den chemischen Verschiebungen von $\delta = 0,54$ ppm und $\delta = 1,07$ ppm im Integrationsverhältnis von 54:18. Diesen lassen sich die Protonen der Trimethylsilyl- sowie der *tert*-Butylgruppen zuordnen. Die Protonen in ortho- und meta-Position des Phenylringes finden sich in Form zweier Multipletts im aromatischen Bereich des Spektrums bei $\delta = 7,09\text{--}7,12$ ppm und $\delta = 8,28\text{--}8,34$ ppm wieder. Diese Multipletts ergeben bei der Integration jeweils vier Protonen im korrekten Verhältnis zu den beiden genannten Singulettts.

Bei der Umsetzung von **3** mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat führte die Umsetzung im molaren Verhältnis von 1:2 zu keinem einheitlichen Reaktionsverlauf. Stattdessen erzielte man dort bei einer Umsetzung im molaren Verhältnis von 1:1 in relativ guten Ausbeuten das reine zweifach substituierte Produkt **11**. Eine Umsetzung von **3** mit Lithium-*p-tert*-butylbenzoat im molaren Verhältnis von 1:1 führte nur zu wenig zweifach substituierten Produkt **12**. Im NMR-Spektrum waren daneben noch mehrere Zersetzungsprodukte von **3** zu erkennen.

5 Umsetzungen mit einem Tetrasilandianion

5.1 Einleitung

Seit den sechziger Jahren sind Organosiliziumverbindungen Teil der Forschung. Hierbei hatte die SiMe_3 -Gruppe bedeutenden Anteil. Während der sterische Raumanspruch dieser Gruppe in der Größenordnung einer *tert*-Butylgruppe liegt, resultiert aus dem elektropositiveren Siliziumatom ein gänzlich anderes chemisches Verhalten dieser Gruppe. Trimethylsilyllithium stellt ein stark nucleophiles SiMe_3 -Anion zur Verfügung^[48]. Hiermit war es beispielsweise möglich, ein Tetrakis(trimethylsilyl)borat darzustellen. Die ähnliche Umsetzung mit *tert*-Butyllithium zur Darstellung eines Tetrakis(*tert*-butyl)borates gelang nicht. In Verbindungen, die Keto-Enol-Tautomerie zeigen, wird die Enolform durch den α -Silyleffekt stabilisiert bzw. die Ketoform destabilisiert. Eine Destabilisierung von Carbeniumionen durch den α -Silyleffekt ließ sich ebenfalls feststellen^[49,50]. Das SiMe_3 -Anion ist isoelektronisch zu Triorganylphosphanen und fand in Übergangsmetallkomplexen als Ligand Verwendung^[51].

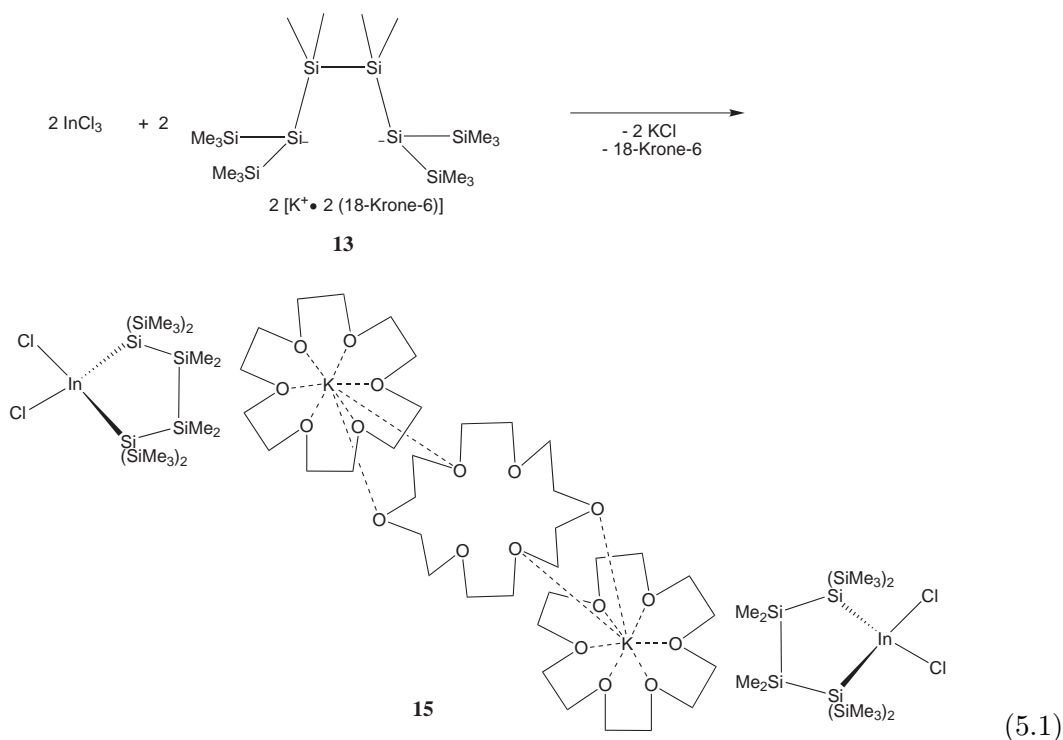
Die stabilisierende Schutzwirkung von Triorganylsilyl-Verbindungen^[51] wird noch vergrößert beim Übergang zu sterisch anspruchsvolleren Silylliganden wie dem $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3$ -Anion. So war es durch die sterische Abschirmung durch diese Gruppe möglich, monomere Blei(II)-Verbindungen wie das $(2,6-(2,4,6\text{-}i\text{Pr}_3\text{-C}_6\text{H}_2)_2\text{-C}_6\text{H}_3)\text{Pb}[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3]$ zu synthetisieren^[52]. Auch ungewöhnliche Germanium-^[53] bzw. Galliumcluster^[54] sowie Silberkomplexen^[55] ließen sich stabilisieren.

Seit etwa einem Jahrzehnt wurde die weiterführende Chemie der Silylanionen und ihre

Verbindungen intensiv untersucht. Hierbei zeigte sich, dass diese Verbindungen sowohl zum Aufbau höherer Oligosilylanionen^[56,57] als auch als chelatisierende Liganden^[58-61] einsetzbar sind. Beispielsweise wurden Silylanionen mit entsprechenden halogenierten Siliziumverbindungen wie dem 1,2-Dichloro-tetramethyldisilan zu höheren Oligosilanen oder mit Dihalogenelementverbindungen wie dem 2,2,6,6-Tetramethylpiperidinyldichlorid umgesetzt. Unter Salzeliminierung erhielt man dabei heterozyklische Element-Silizium-Verbindungen. Auf analogem Weg ließen sich mit entsprechenden Dianionen zyklische Organosilane darstellen^[62]. Verwendung fanden hierbei beispielsweise die Oligosilyl- α,ω -dikalium-Verbindungen, die mit 1,2-Dibromdisilanen homocyclische Ringe bildeten.

Das Subhalogenid Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan(II) (**3**) ließ sich, wie bereits gezeigt, mit Lithiumcarboxylaten und -acetylacetonaten umsetzen, wobei unter Salzeliminierung Diacetylacetonatodiindium- und Dicarboxylatodiindium-Verbindungen entstanden. In diesen Umsetzungen wurde jedes Chloratom an der Indium-Indium-Bindung gegen einen Chelatliganden ausgetauscht. Im Unterschied zu den Acetylacetonat- und Carboxylat-Liganden besitzen Oligosilyldianionen zwei negativ geladene Silizium-Atome und könnten somit jeweils zwei Halogenatome ersetzen. Bei den Umsetzungen mit Verbindungen des Typs $[R_2E_2X_2]_n$ [E = Ga, In; X = Cl, Br, I; n = 1, 2] sollten sich also unter Substitution beider Halogenidionen heterozyklische Indium-Silizium- bzw. Gallium-Silizium-Verbindungen bilden.

5.2 Umsetzung von Indium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetramethyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6) (**13**)



In einem ersten orientierenden Versuch wurde die Diindium-Verbindung **3** mit der Tetrasilyl-dikalium-Verbindung **13** umgesetzt. Hierzu wurde die Silizium-Verbindung in einer Mischung aus Toluol und wenig Tetrahydrofuran gelöst und anschließend zu einer Lösung von **3** in Toluol getropft. Bei dieser Reaktion zeigten die $^1\text{H-NMR}$ -Untersuchungen eine große Zahl an verschiedenen Produkten, von denen sich Kristalle von $[[\text{K} \cdot (18\text{-Krone-6})_{1,5}][\text{Cl}_2\text{In}\{(\text{Si}(\text{SiMe}_3)_2)_2(\text{SiMe}_2)_2\}]]_2$ (**14**) isolieren ließen. Hierbei handelte es sich um ein Dichloroindanat(III), in dem ein Indiumatom durch eine Einheit des Tetrasilylanions koordiniert wird. Weitere Produkte ließen sich aus der Reaktionsmischung nicht gewinnen, so dass eine Aussage über den Reaktionsverlauf nicht möglich war. An jedes Indiumatom sind jedoch außer dem Silyl-Liganden zwei

Chloratome gebunden, so dass die Reaktion unter Verlust einer $C(SiMe_3)_3$ -Gruppe und Wanderung eines Chloratoms stattgefunden haben muss. Wahrscheinlich trat unter dem Einfluss der Silylgruppen Disproportionierung ein. Im Produkt wurden die Indiumatome von +II nach +III oxidiert und die Indium-Indium-Bindung wurde gespalten.

Für die gezielte Darstellung dieser Verbindung wurde statt der Diindium-Verbindung **3** käufliches Indium(III)-chlorid verwendet. Dieses wurde in Toluol suspendiert und anschließend bei $-40\text{ }^\circ\text{C}$ mit der Silyl-Verbindung **13** in einer Mischung aus Toluol und Tetrahydrofuran im Verhältnis 2:1 versetzt. Nach langsamem Erwärmen unter Rühren über Nacht auf Raumtemperatur wurde das Lösungsmittel vollständig im Vakuum entfernt. Der zurückbleibende Feststoff ergab die Verbindung **14** nach Umkristallisieren aus einer Mischung von Toluol und wenig Tetrahydrofuran in einer Ausbeute von 25 %. Die $^1\text{H-NMR}$ -Verschiebungen von **14** weisen für die unterschiedlichen Methylgruppen an den Siliziumatomen der Kette nahezu identische Verschiebungen von $\delta = 0,61\text{ ppm}$ für die $SiMe_3$ -Gruppen und $\delta = 0,63\text{ ppm}$ für die $SiMe_2$ -Gruppen auf. Damit beobachtet man für beide Gruppen eine deutliche Verschiebung zu höherem Feld gegenüber der Dikalium-Verbindung ($\delta = 0,87\text{ ppm}$ ($SiMe_2$), $\delta = 0,77\text{ ppm}$ ($SiMe_3$))^[59]. Eine ähnliche Verschiebung tritt auch bei Produkten mit Übergangsmetallen wie Zirkonium und Hafnium^[58] oder auch Hauptgruppenelementen wie Bor, Phosphor und Magnesium^[60,61] auf. Die relativ hohe Verschiebung für **14** nach tieferem Feld im Vergleich zu den genannten Verbindungen mit Werten zwischen $\delta = 0,31\text{ ppm}$ für die Magnesium-Verbindung und $\delta = 0,56\text{ ppm}$ für die Bor-Verbindung steht im Einklang mit der koordinativen Sättigung der Indiumatome und der Bildung eines negativ geladenen Indanations. Sie liegt im Bereich des Monokaliumsalzes des Tetrasilananions^[58].

5.2.1 Diskussion der Struktur von 14

Die Verbindung **14** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit vier Formeleinheiten (zwei Dimeren) in der Elementarzelle. Die Molekülstruktur von **14** besteht aus zwei symmetrieäquivalenten Molekülen des Dichloroindanats mit jeweils einem Tetrasilylrest, und zwei symmetrieäquivalenten, durch jeweils 1,5 Moleküle Kronenether koordinierten Kaliumatomen.

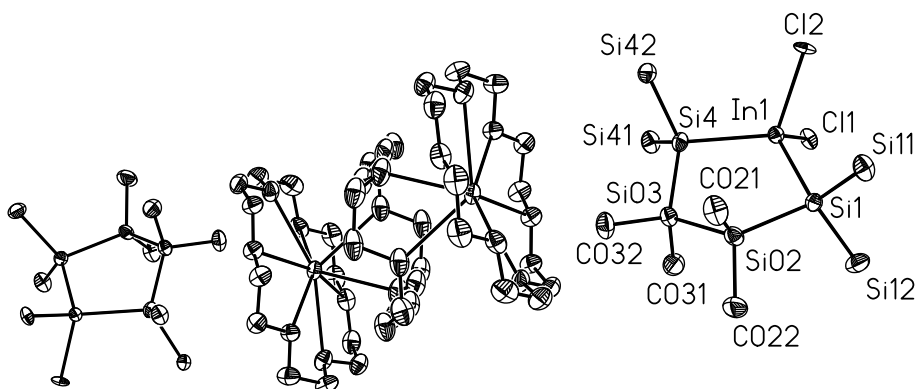


Abbildung 5.1: Darstellung einer vollständigen Formeleinheit von Verbindung **14**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Trimethylsilylgruppen nicht dargestellt.

In den Indanatanionen bildet ein Indiumatom mit einem Tetrasilylliganden einen gefalteten heterozyklischen Fünfring in Briefumschlagkonformation. Dieser weist eine Fehlordnung der SiMe_2 -Gruppen auf, wobei Si2A zu Si02 und Si3A zu Si03 zuzuordnen sind. In dem Heterozyklus liegen die Atome Si4–In1–Si1–Si02 nahezu in einer Ebene mit einem Torsionswinkel von $5,9^\circ$. Das Atom Si03 liegt $68,7 \text{ pm}$ oberhalb dieser Ebene. Die Indiumatome sind verzerrt tetraedrisch koordiniert mit dem relativ kleinen Winkel zwischen den Chloratomen ($\angle \text{Cl1–In1–Cl2}$ von $99,95^\circ$) und einem Winkel $\angle \text{Si1–In1–Si4}$ von 110° zwischen den Siliziumatomen. Die Innenwinkel des Fünfringes sind an den Atomen Si1 und Si4 mit 98° bzw. 100° ebenfalls leicht gestaucht während an den Atomen Si02 und Si03 mit 110° und 112° eine nahezu ideal tetraedrische

Umgebung vorliegt. Die Verzerrung der tetraedrischen Umgebung an In1, Si1 und Si4 ist möglicherweise auf die unterschiedlichen Atomradien von Indium und Silizium, den Elektronenzug der Chloratome an Indium und die sterische Wechselwirkung zwischen den Trimethylsilylgruppen an Si1 und Si4 zurückzuführen.

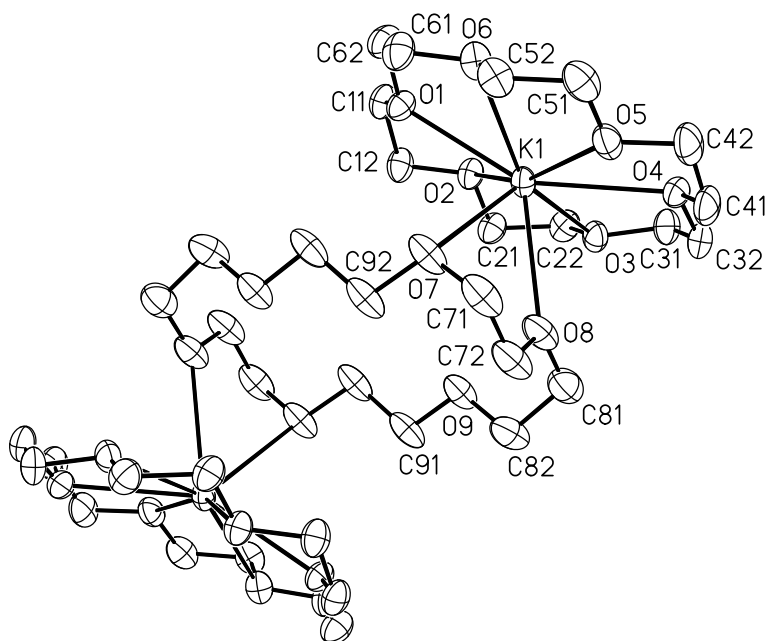


Abbildung 5.2: Darstellung der mit 18-Krone-6 koordinierten Kaliumatome aus Verbindung **14**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein.

Die Indium–Silizium-Bindungslängen zwischen den beiden Siliziumatomen und dem Indiumatom liegen mit 259 pm im Bereich bereits bekannter Indium(III)-silyl-Verbindungen^[63–65]. Indium(II)-silyl-Verbindungen weisen erwartungsgemäß längere Indium–Silizium-Abstände im Bereich von 260 pm bis zu 280 pm auf^[40,66–68]. Die Abstände innerhalb der Siliziumkette sind nicht gleich lang. Während die Abstände Si1–Si02 und Si02–Si03 mit 240 pm bzw. 237 pm annähernd gleich lang sind, weisen die Abstände Si03–Si4 und Si3A–Si4 mit 226 pm und 245 pm hingegen einen deutlichen Unterschied auf, was wahrscheinlich ein Artefakt der Fehlordnung ist. Die Längendiskre-

panz ließ sich durch die Strukturverfeinerung auch unter Restriktionen nicht aufheben. In den in der Literatur bekannten Derivaten der Tetrasilylverbindung mit zyklischen Fünfringen^[58–61] betragen die Silizium–Silizium-Bindungslängen zwischen 236 pm für Bor- und Phosphor-Verbindungen und 240 pm für Magnesium- sowie Übergangsmetallverbindungen.

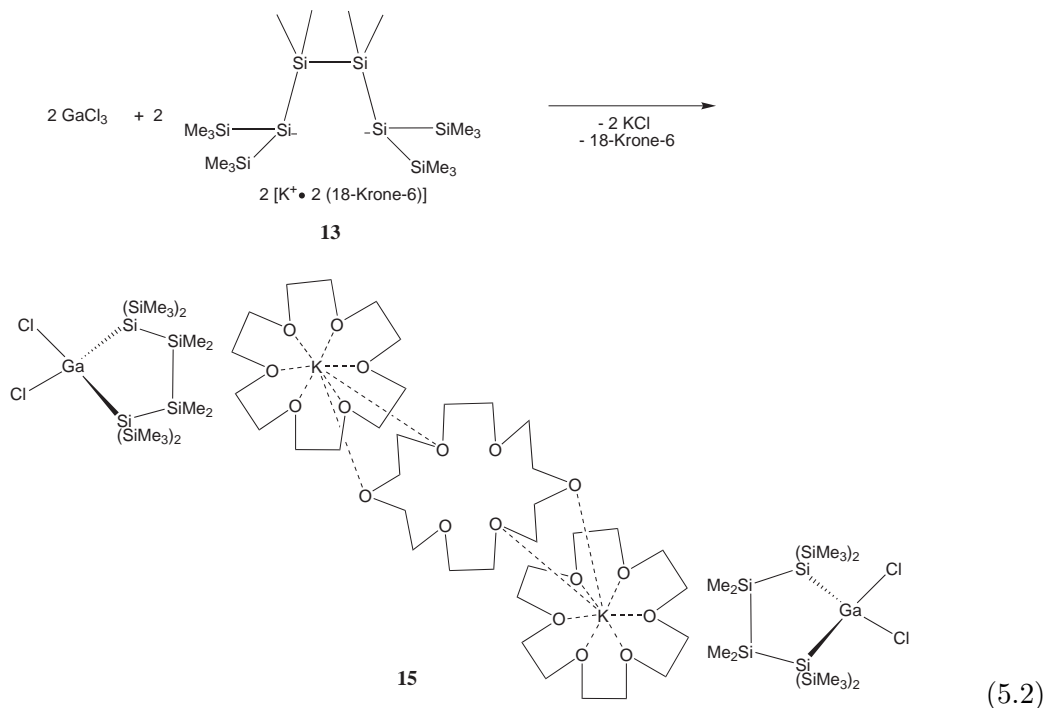
Die terminalen Indium–Chlor-Abstände sind mit 250 pm gegenüber der eingesetzten Indium(II)-Verbindung **3**, die über verbrückende Chloratome verfügt (In–Cl = 260 pm im Durchschnitt)^[14] verkürzt, sie liegen aber durchaus im Bereich für dimere Moleküle des Typs $[\text{R}_2\text{InCl}]_2$ (243 pm bis 265 pm)^[63,69–72].

Das Kation $[\text{K}_2(18\text{-Krone-6})_3]^{2+}$ verfügt über eine außerordentlich bemerkenswerte Struktur. Die beiden Kaliumatome werden nahezu planar von sechs Sauerstoffatomen eines Kronenethermoleküls umgeben (Winkelsumme: $353,7^\circ$). Zusätzlich werden beide Kaliumatome durch ein weiteres Kronenethermolekül, dessen Zentrum auf dem kristallographischen Inversionszentrum liegt, jeweils über die Sauerstoffatome O7 und O8 bzw. O7' und O8' miteinander verbrückt. Die Kalium–Sauerstoff-Abstände zu dem verbrückenden Kronenethermolekül unterscheiden sich kaum vom Mittelwert der übrigen Kalium–Sauerstoff-Abstände (286 pm gegenüber 285 pm).

Tabelle 5.1: Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für Verbindung **14**

In1-Cl1	2,500(1)	Cl1-In1-Cl2	99,95(4)
In1-Cl2	2,510(1)	Cl1-In1-Si4	109,65(4)
In1-Si4	2,587(1)	Cl2-In1-Si4	111,83(4)
In1-Si1	2,592(1)	Cl1-In1-Si1	113,75(4)
Si1-Si2	2,400(3)	Cl2-In1-Si1	111,14(4)
Si4-Si3	2,258(4)	Si4-In1-Si1	110,18(5)
Si2-Si3	2,371(5)	Si2-Si1-In1	98,19(8)
Si2A-Si3A	2,356(5)	Si3-Si4-In1	99,7(1)
K1-O1	2,793(3)	Si3-Si2-Si1	109,8(2)
K1-O2	2,836(3)	Si4-Si3-Si2	111,8(2)
K1-O3	2,859(4)	O1-K1-O2	59,4(1)
K1-O4	2,856(4)	O2-K1-O3	59,1(1)
K1-O5	2,853(4)	O4-K1-O3	59,3(1)
K1-O6	2,942(4)	O5-K1-O4	59,2(1)
K1-O7	2,844(4)	O5-K1-O6	57,5(1)
K1-O8	2,876(4)	O1-K1-O6	59,27(9)
O1-C62	1,407(6)	O7-K1-O8	58,7(1)
O1-C11	1,415(6)	C11-O1-K1	118,6(3)
C11-C12	1,476(8)	O1-C11-C12	109,4(4)
C61-C62	1,501(7)	O2-C12-C11	108,7(4)
C12-O2	1,425(6)	C12-O2-K1	110,3(3)
O7-C71	1,427(8)	C71-O7-K1	98,8(3)
C71-C72	1,49(1)	O7-C71-C72	112,7(5)
C72-O8	1,415(7)	O8-C72-C71	109,3(5)
		C72-O8-K1	115,7(4)

5.3 Umsetzung von Gallium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetramethyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6) (13)



Wie die Umsetzung mit dem Dikaliumsalz des Tetrasilanidians **13** mit Indium(III)-chlorid wurde die Reaktion mit Gallium(III)-chlorid in einer Mischung aus Toluol und Tetrahydrofuran durchgeführt. Bei -40°C wurde das in Toluol und Tetrahydrofuran gelöste Tetrasilanion langsam zu dem in Toluol suspendierten Galliumchlorid getropft. Nach langsamer Erwärmung unter Rühren auf Raumtemperatur wurde das Lösungsmittel destillativ im Vakuum entfernt und der verbleibende Rückstand aus einer Mischung von Toluol mit wenig Tetrahydrofuran aufgenommen. Nach Filtration wurde die Lösungsmittelmenge im Vakuum verringert und man erhielt bei 4°C das Produkt **15** in kristalliner Form mit einer Ausbeute von 28 %. Das erhaltene Dichlorogallanat kristallisierte isotyp zu dem Dichloroindanat **14** und lag ebenfalls als Kaliumsalz vor.

Die $^1\text{H-NMR}$ -Verschiebungen der Trimethylsilyl-Gruppen liegen wie diejenigen der

Dimethylsilyl-Gruppen mit $\delta = 0,63$ ppm bzw. $\delta = 0,64$ ppm im üblichen Bereich für heterozyklische Derivate des Tetrasilandianions^[58–61] und bei nahezu identischen Werten im Vergleich zur Verbindung **14**. Die ¹³C-NMR-Verschiebungen weisen gegenüber der Dikalium-Verbindung des Tetrasilandianions eine Hochfeld-Verschiebung von etwa $\Delta\delta = 5$ ppm [$\delta = 4,7$ ppm (SiMe₃) und $-\delta = 0,7$ ppm (SiMe₂)] auf und sind wie diejenigen der Bor- und Phosphor-Verbindungen^[60] gegenüber den Übergangsmetallverbindungen^[58] zu hohem Feld verschoben. Die ²⁹Si-NMR-Verschiebungen von **15** liegen mit $\delta = -6,1$ ppm und $\delta = -28,1$ ppm für die SiMe₃- und SiMe₂-Gruppen im Bereich bekannter Verbindungen. Die Verschiebungen der metallgebundenen Siliziumatome sind mit $\delta = -135,6$ ppm um 55 ppm gegenüber der Dikalium-Verbindung zu tiefem Feld verschoben, entsprechen jedoch dem Wert für das Siliziumatom der Si(SiMe₃)₃-Gruppe in der Monokalium-Verbindung^[58].

5.3.1 Diskussion der Struktur von **15**

Die Verbindung **15** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe P2₁/c mit vier monomeren Formeleinheiten (zwei Dimeren) in der Elementarzelle. **15** ist isostrukturell zu Verbindung **14**. Die Molekülstruktur besteht aus zwei Dichlorogallanatanionen und zwei durch 18-Krone-6 koordinierten Kaliumatomen als Gegenionen. Die Dichlorogallanatomoleküle liegen in Form eines Fünfringes, bestehend aus einem Galliumatom und vier Siliziumatomen vor. Der Fünfring besitzt Briefumschlagkonformation mit den Atomen Si4–Ga1–Si1–Si2 in einer Ebene aus der das Atom Si3 um 71,6 pm herausragt. Der im Vergleich zu **14** nur geringfügig größere Abstand zur Ebene ergibt sich aus den im Vergleich zu Indium–Silizium kürzeren Gallium–Silizium-Abständen von 242 bzw. 244 pm, die im üblichen Bereich von 240 pm für vierfach koordiniertes Gallium(III) mit zwei Silizium-Liganden liegen^[63,73].

Der Torsionswinkel Si4–Ga1–Si1–Si2 ist mit 3° gegenüber **14** halbiert. Das Galliumatom ist verzerrt tetraedrisch umgeben, wobei der Winkel $\angle\text{Cl1–Ga1–Cl2}$ mit 101° im Vergleich zum Tetraederwinkel gestaucht ist, während der Winkel $\angle\text{Si1–Ga1–Si4}$

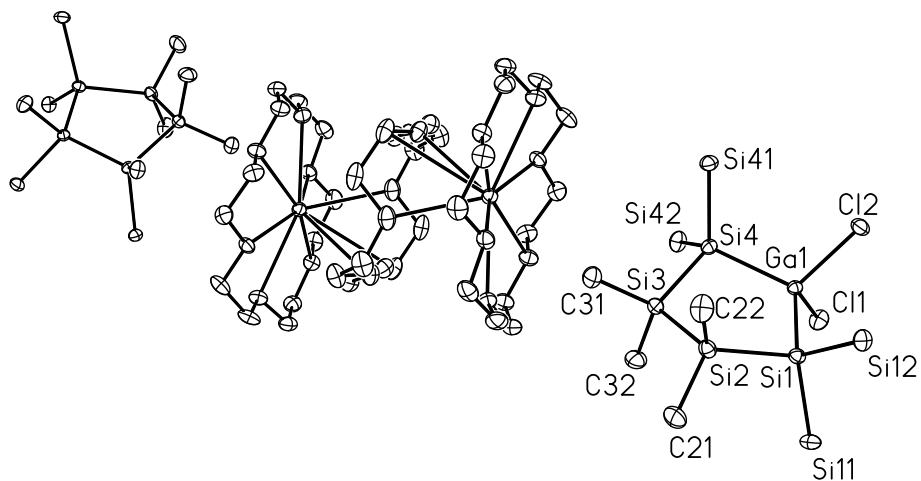


Abbildung 5.3: Darstellung einer vollständigen Formeleinheit von Verbindung **15**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Methylgruppen der Trimethylsilylgruppen nicht dargestellt.

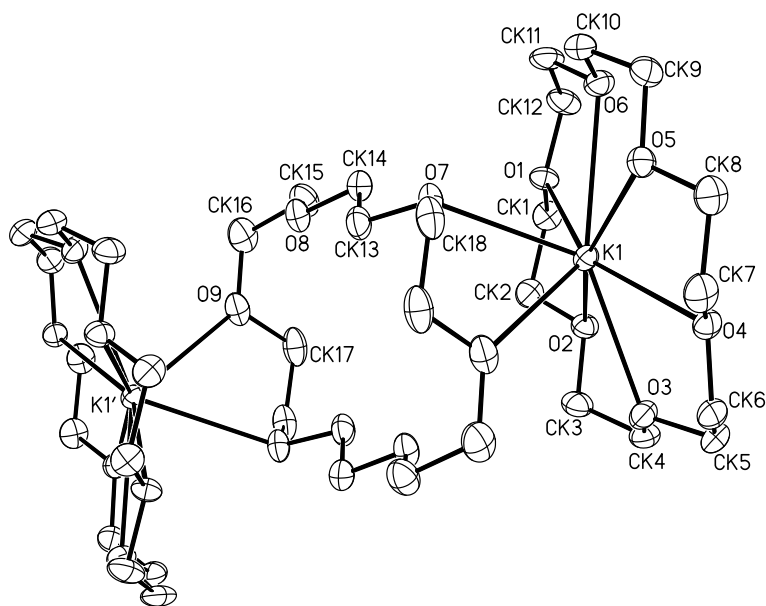


Abbildung 5.4: Darstellung des Dikalium-Gegenions von Verbindung **15**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein.

mit 112° eine Aufweitung erfährt. Die beiden Innenwinkel an Si1 ($\angle\text{Ga1-Si1-Si2}$) und Si4 ($\angle\text{Si3-Si4-Ga1}$) sind mit 102° bzw. 101° ebenfalls gestaucht, während die entsprechenden Winkel an den Atomen Si2 und Si3 ($\angle\text{Si1-Si2-Si3}$: 108° , $\angle\text{Si2-Si3-Si4}$: 109°) einer nahezu unverzerrten tetraedrischen Umgebung entsprechen.

Die Bindungslängen zwischen den Siliziumatomen der Kette Si1-Si2-Si3-Si4 sind mit 235 - 236 pm annähernd gleich lang und liegen in der für Silizium-Silizium-Abstände üblichen Größenordnung^[58-61]. Eine Fehlordnung tritt hier nicht auf.

Die Längen der terminalen Gallium-Chlor-Bindungen sind mit 228 pm etwa 10 pm kürzer als in dimeren Diorganylgallium(III)-Verbindungen mit Gallium-Chlor-Brücken^[74,75] oder in verbrückten Gallium(II)-Verbindungen^[76]. Im Vergleich mit der Gallium(II)-Verbindung $\text{Cl}_2\text{Ga-GaCl}_2 \cdot 2$ Dioxan mit ebenfalls terminal gebundenen Chloratomen ist die Bindungslänge um 10 pm verlängert^[77].

Wie in **14** ist jedes Kaliumatom nahezu ideal planar von den Sauerstoffatomen eines Kronenethermoleküls umgeben (Winkelsumme: $354,8^\circ$) und über zwei Sauerstoffatome (K1 über O7 und O9', K1' über O7' und O9) an ein weiteres Molekül Kronenether gebunden, das die beiden Kaliumatome miteinander verbrückt.

Tabelle 5.2: Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für Verbindung **15**

Ga1-Cl2	2,2708(6)	Cl2-Ga1-Cl1	100,70(2)
Ga1-Cl1	2,2826(6)	Cl2-Ga1-Si4	111,27(2)
Ga1-Si4	2,4237(7)	Cl1-Ga1-Si4	110,03(2)
Ga1-Si1	2,4375(6)	Cl2-Ga1-Si1	110,68(2)
Si1-Si2	2,3607(9)	Cl1-Ga1-Si1	112,09(2)
Si2-Si3	2,3514(9)	Si4-Ga1-Si1	111,60(2)
Si3-Si4	2,3475(8)	Si2-Si1-Ga1	101,79(3)
K1-O1	2,787(2)	Si3-Si2-Si1	107,59(3)
K1-O2	2,844(2)	Si4-Si3-Si2	108,54(3)
K1-O3	2,862(2)	Si3-Si4-Ga1	100,55(3)
K1-O4	2,831(2)	O1-K1-O2	59,13(4)
K1-O5	2,836(2)	O2-K1-O3	59,52(5)
K1-O6	2,941(2)	O4-K1-O3	59,54(5)
K1-O7	2,845(2)	O4-K1-O5	59,30(5)
K1-O9	2,866(2)	O5-K1-O6	57,89(4)
O1-CK1	1,424(3)	O1-K1-O6	59,40(4)
CK1-CK2	1,491(3)	O7-K1-O9'	59,45(5)
CK2-O2	1,420(3)	CK1-O1-K1	119,4(1)
O7-CK18	1,417(3)	O1-CK1-CK2	108,7(2)
CK17-CK18	1,488(4)	O2-CK2-CK1	108,0(2)
O9-CK17	1,434(3)	CK2-O2-K1	109,5(1)
		CK18-O7-K1	98,4(1)
		O7-CK18-CK17	114,0(2)
		O9-CK17-CK18	108,9(2)
		CK17-O9'-K1	115,3(1)

5.4 Umsetzung von **15** mit Kalium

In einer weiterführenden Umsetzung wurde **15** in *n*-Hexan suspendiert und mit elementarem Kalium umgesetzt. Auf Grund der hohen Molmassendifferenz und der geringen Substanzmenge an **15** von nur 50 mg wurde Kalium im Überschuss verwendet. Nach Rühren bei Raumtemperatur für 16 Stunden hatte sich die Farbe der Lösung von schwach gelb zu braun verändert und ein Feststoff war angefallen. Dieser wurde durch Filtration aus der Lösung entfernt und anschließend in Tetrahydrofuran aufgenommen. Hierbei blieb kein dunkler Feststoff zurück, so dass offensichtlich kein Metall als Produkt einer Zersetzung ausgefallen war. Das *n*-Hexan des Filtrates wurde im Vakuum entfernt und der verbleibende Rückstand in *cyclo*-Pentan aufgenommen. ¹H-NMR-Untersuchungen der beiden Lösungen zeigten keine Ausgangsverbindung **15** mehr. Stattdessen enthielt das in Tetrahydrofuran-d₈ gemessene ¹H-NMR-Spektrum der *cyclo*-Pentan-Lösung Signale mit den chemischen Verschiebungen von $\delta = 0,15$ ppm, 0,16 ppm, 0,87 ppm und 0,91 ppm im Verhältnis 3:3:18:18. Die Tetrahydrofuran-Lösung wies in ihrem ¹H-NMR-Spektrum deutlich mehr Signale auf. Diese liegen bei $\delta = -0,14$ ppm (6H), 0,14 ppm (12H), 0,85 ppm (6H), 0,88 ppm (6H), 1,68 ppm (3H) und 1,72 ppm (3H). Auffallend hierbei war, dass in beiden Lösung kein Kronenether mehr aufgefunden werden konnte. Eine Identifizierung der Produkte dieser Umsetzung ist noch nicht gelungen, da bisher keine Einkristalle zur Strukturaufklärung erhalten wurden.

6 Umsetzung von In_4R_4 (**1**) mit Lithium-ketiminaten

6.1 Einleitung

Bereits vor einigen Jahren wurden die Clusterverbindungen **1** und **2** mit unterschiedlichen Heterodienen wie Benzil- oder Diazabutadienderivaten umgesetzt. In diesen Umsetzungen reagierten die monomeren Einheiten E–R der Cluster unter Cycloaddition, wobei die Elemente Indium oder Gallium von der Oxidationsstufe +I nach +III oxidiert wurden^[24–26].

Im Folgenden werden Versuche beschrieben, die monomeren Fragmente In–R mit chelatisierenden Liganden koordinativ zu binden, ohne eine Oxidation der Indiumatome zu erzielen.

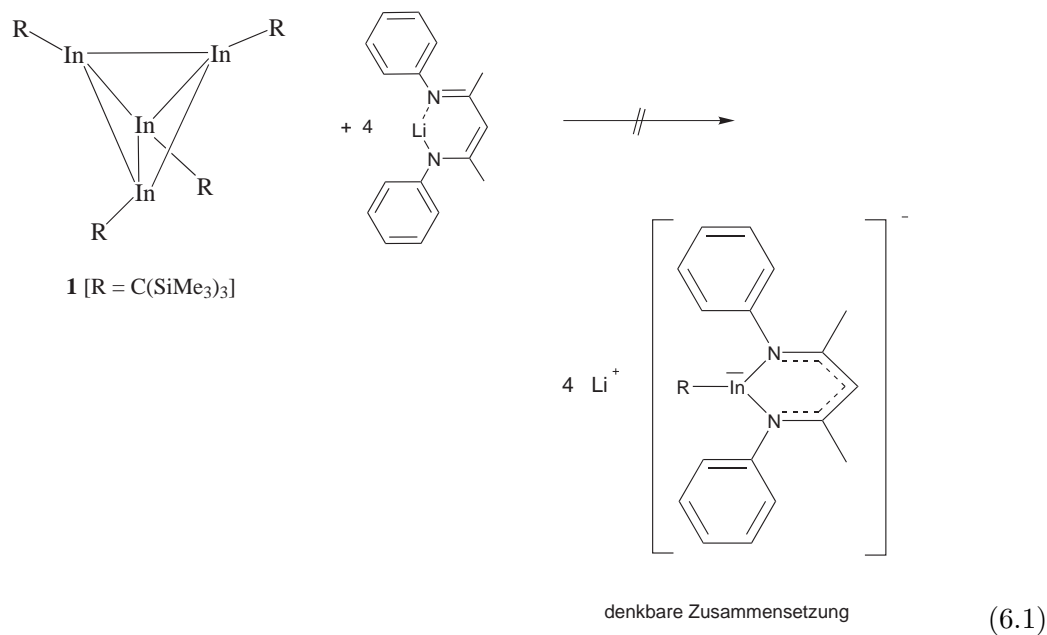
6.2 Umsetzung von In_4R_4 mit

Lithium-N-phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2-amid

In ersten Versuchen, ein monomeres Indium(I)-Fragment In–R durch chelatisierende Liganden zu binden und so zu stabilisieren, verwandten wir N-Phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2-amin (**16**). Mit *iso*-Propylgruppen anstelle der Phenylgruppen wurden derartige Liganden in früheren Umsetzungen erfolgreich mit Elementtrihalogeniden von Bor, Aluminium und Gallium umgesetzt^[78–80]. Diese Liganden zeigten dabei ihre besondere Befähigung zur Stabilisierung niedriger Koordinations- und Oxidationszahlen

am Heteroelement. Zum Aufbau der Verbindungen wurden direkt die Wasserstoffverbindungen unter Abspaltung von Chlorwasserstoff eingesetzt, das durch eine Base neutralisiert wird. Auf diesem Weg wurde bereits mehrere zu den Arduengo-Carbenen analoge Verbindungen mit den Elementen Aluminium, Gallium und Indium dargestellt^[81–84]. In diesen Verbindungen liegen die Elemente in der Oxidationsstufe +I vor und werden durch den Raumanspruch der an Stickstoff gebundenen Gruppen (z. B. 2,6-Diisopropylphenyl-Gruppen) sterisch abgeschirmt.

Eine Versuchsdurchführung mit diesen relativ aciden Verbindungen hätte analog zu den Umsetzungen des Diindans $R_2In-InR_2$ mit Carbonsäuren zu einer Oxidation der Indiumatome geführt.



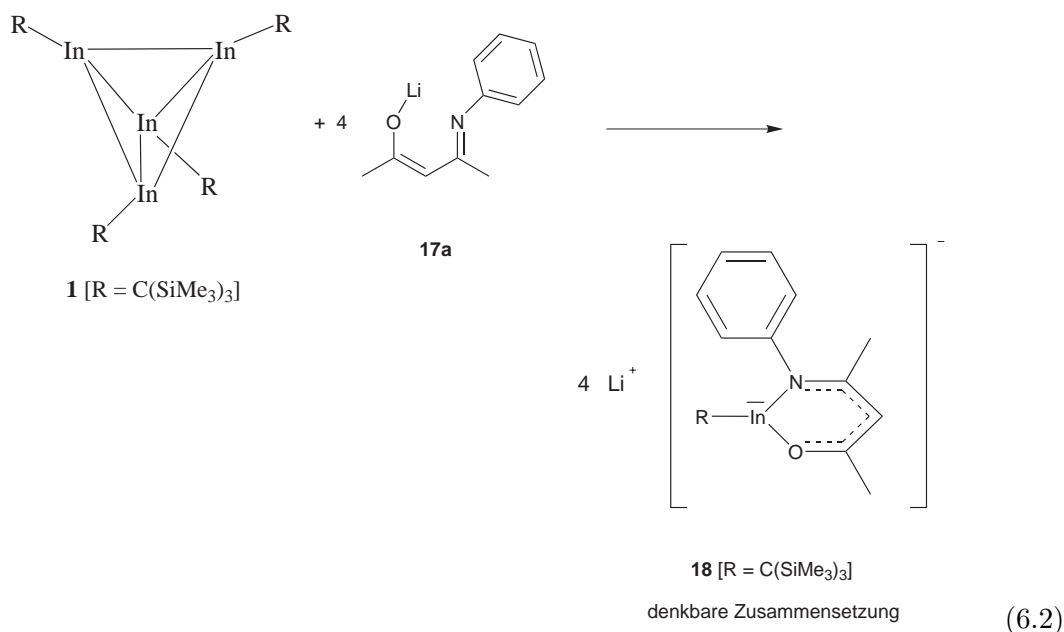
Zur Vermeidung dieser Reaktion wurde das Vinamidin **16** durch Behandlung mit *n*-Butyllithium in die entsprechende Lithium-Verbindung überführt und im Anschluss mit dem Cluster **1** im molaren Verhältnis von 1:4 umgesetzt. Hierbei zeigte sich bereits nach kurzer Zeit eine deutliche Farbänderung der Reaktionslösung von der violetten Farbe des Tetraindans zu dunkelrot. Diese Farbänderung trat

unabhängig von der gewählten Reaktionstemperatur zwischen $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $+90\text{ }^{\circ}\text{C}$ auf. $^1\text{H-NMR}$ -spektroskopische Untersuchungen der Reaktionslösung zeigten allerdings mit $\delta = 0,45\text{ ppm}$ nur die Resonanz, die üblicherweise **1** zuzuordnen ist. In den Kristallisationsversuchen wurden rote Kristalle erhalten, die aber nach den gängigen Strukturlöseverfahren nur einen teilweise verzerrten Tetraeder aus Indiumatomen aufwiesen. Daher ist davon auszugehen, dass eine Reaktion zwischen dem Cluster und der Lithium-Verbindung des ausgewählten Vinamidins **16** nicht in der gewünschten Weise stattfindet. Ähnlich wie in den Reaktionen mit Diazabutadienen^[85], scheint somit keine Umsetzung mit dieser Distickstoff-Verbindung einzutreten.

6.3 Umsetzung von In_4R_4 mit

Lithium-N-phenyl-3-penten-2-on-4-amid (**17a**)

Um dennoch eine In–R-Einheit mit einem chelatisierenden Liganden ohne Änderung der Oxidationsstufe am Indium abzufangen, wurde statt der Distickstoffverbindung **16** auf eine Verbindung mit einem Sauerstoffatom anstelle eines der beiden Stickstoffatome zurückgegriffen. Die hohe Indium–Sauerstoff-Bindungsenergie sollte damit als Triebkraft ausgenutzt werden. Die entsprechende Verbindung, N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin (**17**), ist eine stärkere Brønsted-Säure als das Iminopentenamin **16**, so dass direkt die entsprechende Lithium-Verbindung **17a** eingesetzt wurde.



Das Pentenonamin **17** wurde in Toluol gelöst und mit einer *n*-Butyllithium-Lösung in *n*-Hexan in **17a** überführt. Anschließend wurde die in Toluol gelöste Clusterverbindung **1** langsam unter Lichtausschluss bei Raumtemperatur zugetropft. Die Reaktionsmischung wurde im Anschluss für 30 Minuten im Dunkeln bei 80 °C gerührt. Während der Reaktion fand eine Farbänderung der Mischung von violett zu rot statt und Metallstaub schied sich ab. Nach der Filtration zeigte eine ¹H-NMR-spektroskopische Untersuchung der Reaktionsmischung ein neues Signal bei $\delta = 0,40$ ppm, das im charakteristischen Bereich für C(SiMe₃)₃-Gruppen gebunden an niedervalente Indiumatome lag^[14,15,21,22,46]. Weitere Resonanzen traten mit den chemischen Verschiebungen von $\delta = 1,05$ ppm, $\delta = 1,08$ ppm und $\delta = 4,97$ ppm auf, die im Integrationsverhältnis von 3:3:1:27 zu dem Signal der Trimethylsilyl-Gruppen standen. Daraus ließ sich auf das Vorliegen der Verbindung **18** schließen, in der ein Fragment In–R durch einen Pentenonamid-Rest chelatartig koordiniert wird. Bei der Kristallisation aus der Reaktionslösung wurden farblose Kristalle erhalten. Einige dieser Kristalle zerfielen in Paraffinöl bei Raumtemperatur schnell unter Bildung von grauem Staub, während andere unverändert blieben. Die Röntgenstrukturanalyse der beständigen Kristalle ergab die bisher nicht bekannte Struktur der

Lithiumverbindung **17a**.

6.3.1 Diskussion der Struktur von **17a**

Verbindung **17a** kristallisiert in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ mit 8 monomeren Formeleinheiten (2 Tetramere) in der Elementarzelle. Jeweils vier Moleküle sind unter Bildung einer Heterokuban-Struktur miteinander verknüpft. Der Würfel des Heterokubans wird durch je vier Lithium- und vier Sauerstoffatome in Form zweier ineinandergestellter Tetraeder gebildet. Der Sauerstoff-Tetraeder ist mit einer Kantenlänge von 286 pm um 28 pm größer als der Lithium-Tetraeder (258 pm). Aus den unterschiedlichen Größen ergeben sich die gegenüber dem idealen Würfel leicht aufgeweiteten Winkel $\angle O-Li-O$ mit 93° sowie die entsprechend gestauchten Winkel $\angle Li-O-Li$ mit 87° . Die vier Pentenonamid-Liganden überbrücken vier parallele Kanten des Würfels, wobei die Stickstoffatome mit den Phenylgruppen abwechselnd auf entgegengesetzte Seiten des Würfels weisen. Die Normalen der gemittelten Ebene aus den Atomen O-C-C-N und der Ebene der an das Stickstoffatom gebundenen Phenylgruppe schließen einen Winkel von $79,5^\circ$ ein.

Die Bindungslänge C12-C13 ist mit 136 pm um 7 pm kürzer als der Abstand C13-C14 mit 143 pm. Ebenso ist eine Verkürzung der Bindung N1-C14 um etwa 12 pm gegenüber der Bindung des Stickstoffatoms zum Phenylring mit 143 pm zu beobachten. Diese unterschiedlichen Bindungslängen sind bei allen vier Molekülen nahezu identisch. Die kürzesten Bindungslängen des Gerüsts sind in den Abständen O1-C12 und N1-C14 mit jeweils 130 pm zu finden.

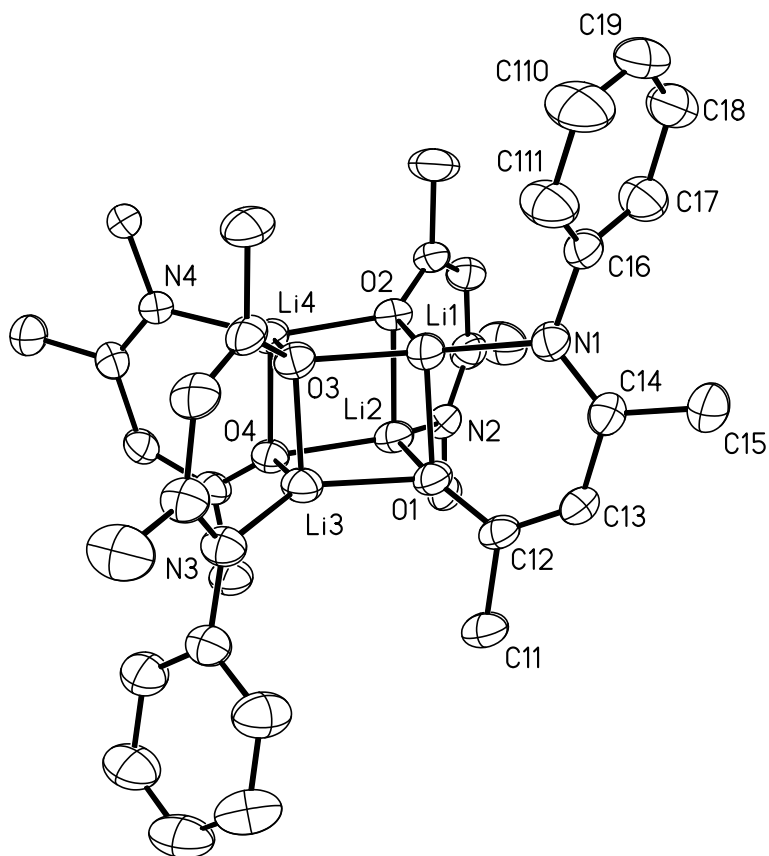


Abbildung 6.1: Darstellung eines Tetramers von Verbindung **17a**. Die Schwingungsellipsoide schließen den Schwerpunkt der jeweiligen Atome mit 40 % Wahrscheinlichkeit ein. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Phenylgruppen an den Stickstoffatomen N2 und N4 nicht dargestellt.

Tabelle 6.1: Ausgewählte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] für Verbindung **17a**

Li1-O1	1,922(5)	Li1-O1-Li3	86,3(2)
Li1-N1	1,967(5)	Li1-O1-Li2	86,1(2)
Li1-O3	1,968(5)	Li3-O1-Li2	85,7(2)
Li1-O2	1,973(5)	O1-Li1-O3	93,3(2)
O1-C12	1,297(3)	O1-Li1-O2	93,7(2)
Li1-Li3	2,653(6)	O3-Li1-O2	92,9(2)
N1-C14	1,300(3)	O1-Li1-N1	97,2(2)
N1-C16	1,425(3)	C12-O1-Li1	122,8(2)
C12-C13	1,360(4)		
C13-C14	1,431(4)		

7 Zusammenfassung

Aus cyclovoltammetrischen Messungen ist bekannt, dass sich die Clusterverbindungen E_4R_4 ($R = C(SiMe_3)_3$; $E = In$ (**1**), Ga (**2**)) zu den Radikalanionen reduzieren lassen. Versuche, die Reduktion der Cluster auf chemischen Wege im präparativen Maßstab durchzuführen, gelangen nicht. Das Tetraindan $In_4[C(SiMe_3)_3]_4$ führte mit Natriumamalgam lediglich zu einem Metallaustausch unter Bildung von elementarem Indium. Das starke Reduktionsmittel $(C_6Me_6)Fe(C_5Me_5)$ (**5**) ergab nach NMR-Untersuchungen eine Vielzahl unterschiedlicher Produkte, als einzige kristalline Verbindung ließ sich das bereits bekannte Decamethylferrocen isolieren.

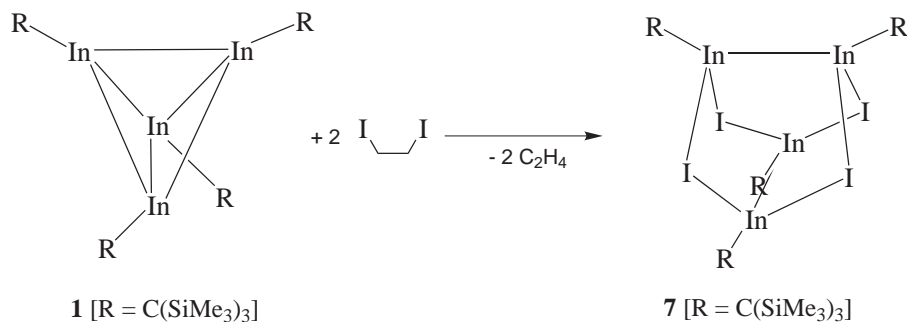
Auch mit der Tetragalliumverbindung **2** ließ sich durch Reduktion sowohl mit Natriumamalgam als auch dem Eisenkomplex **5** keine reine Verbindung erhalten. Allerdings entstand bei der Reaktion von **2** mit Natriumamalgam nicht nur elementares Gallium, vielmehr bildete sich eine grüne Lösung, aus der sich jedoch keine neue Komponente isolieren und charakterisieren ließ.

Cyclooctadienylnickel oder die entsprechende Platinverbindung reagierten mit den Cluster **1** und **2** unter Substitution der Dien-Liganden gegen die monomeren Fragmente $E-R$ ($E = Ga, In$)^[5,86]. Versuche, derartige Reaktionen mit Eisenkomplexen durchzuführen, scheiterten. Zwar traten bei den Umsetzungen mit dem Eisenkomplex $(CH_3)C_6H_5-Fe-C_4H_6$ in den NMR-Spektren zuvor nicht beobachtete Resonanzen auf, allerdings kristallisierte aus den Reaktionslösungen stets nur die jeweilige Clusterverbindung aus. Insbesondere das Tetraindan zeigte dabei eine ausgedehnte Neigung zur Polymorphie.

Elementorganische Subhalogenide von Indium, wie $\text{In}_3\text{I}_2(\text{C}(\text{SiMe}_3)_3)_3$ oder $[\text{In}_2\text{X}_2\text{R}_2]_2$ ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$) waren bisher lediglich mit den schwereren Halogenen Chlor bis Iod bekannt. In dieser Arbeit gelang mir erstmals die Synthese eines Subfluorides $[\text{In}_2\text{F}_2\text{R}_2]_2$ (**6**) durch Umsetzung des Cluster **1** mit Silbertetrafluoroborat. Die Verbindung liegt im festen Zustand dimer über Indium–Fluor–Brücken vor und die Indiumatome wurden vermutlich durch die Silberkationen von der Oxidationsstufe +I im Cluster auf +II oxidiert.



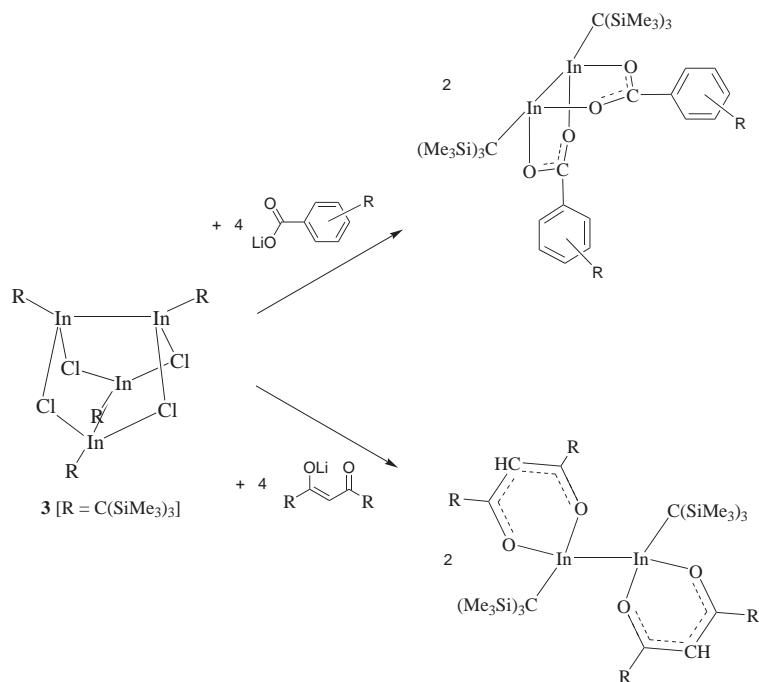
Erstmals wurde eine entsprechende Indium(II)-Verbindung (**7**) auch mit Iodatomen erhalten. Sie entstand bei der Reaktion von **1** mit Diiodethan, allerdings fehlt noch der endgültige Strukturbeweis durch Kristallstrukturbestimmung.



Derartige Subhalogenide sind hervorragende Ausgangsverbindungen, um unter Austausch der Halogenatome beispielsweise durch Chelatliganden neuartige Verbindungen zu synthetisieren. In früheren Untersuchungen wurde $[\text{In}_2\text{Cl}_2\text{R}_2]_2$ mit

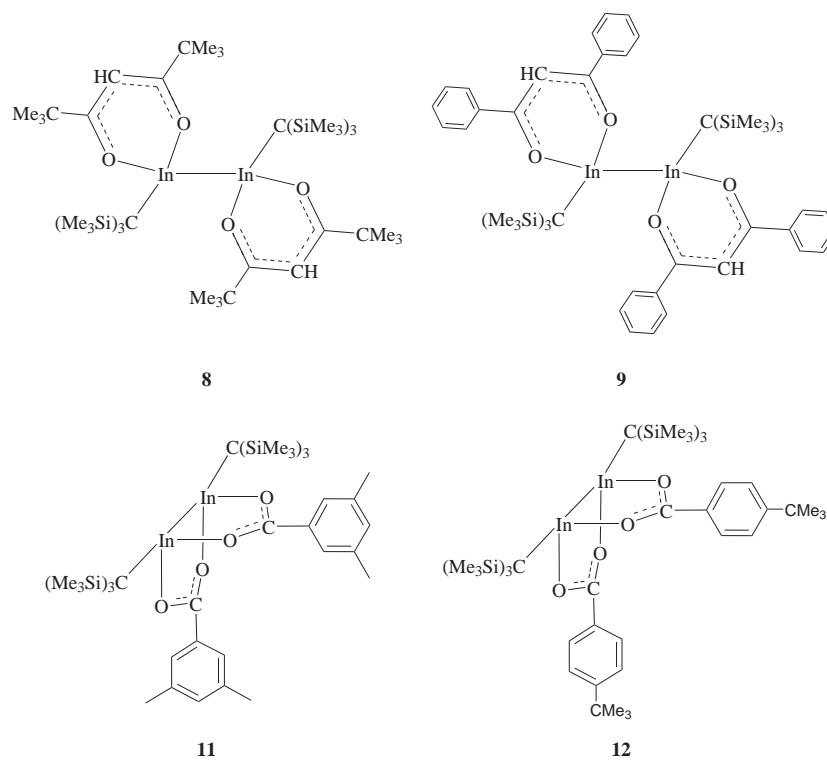
Lithium-acetylacetonat^[22] bzw. $\text{In}_3\text{I}_2\text{R}_3$ mit Silberbenzoat^[21] umgesetzt. Verbindungen mit intakten Indium-Indium-Bindungen resultierten, wobei der Acetylacetonat-Ligand üblicherweise terminal an die Indiumatome koordiniert, während die Carboxylat-Gruppe die Indium-Indium-Bindung überbrückt. In dieser Arbeit wurden diese Untersuchungen systematisch fortgeführt.

Die Acetylacetonat-Derivate Dipivaloylmethan und Dibenzoylmethan reagieren in ihrer



deprotonierten Form mit **3** zu terminal koordinierten Indium(II)-Verbindungen (**8** und **9**). Die Phenylverbindung **9** zeigte eine bemerkenswerte Polymorphie mit insgesamt drei Kristallformen. Packungseffekte im Kristall beeinflussten offensichtlich die Bildung unterschiedlicher Konformere mit idealer *trans*- bis hin zur *gauche*-Anordnung der Alkylgruppe. Bei der Umsetzung mit Dibenzoylmethan wurde neben dem zweifach substituierten Produkt eine weitere Verbindung ¹H-NMR-spektroskopisch identifiziert, bei der möglicherweise nur ein Halogenatom durch eine Dibenzoylmethyl-Gruppe ersetzt ist. Auch hier fehlt aber noch der Strukturbeweis durch Kristallstrukturbestimmung.

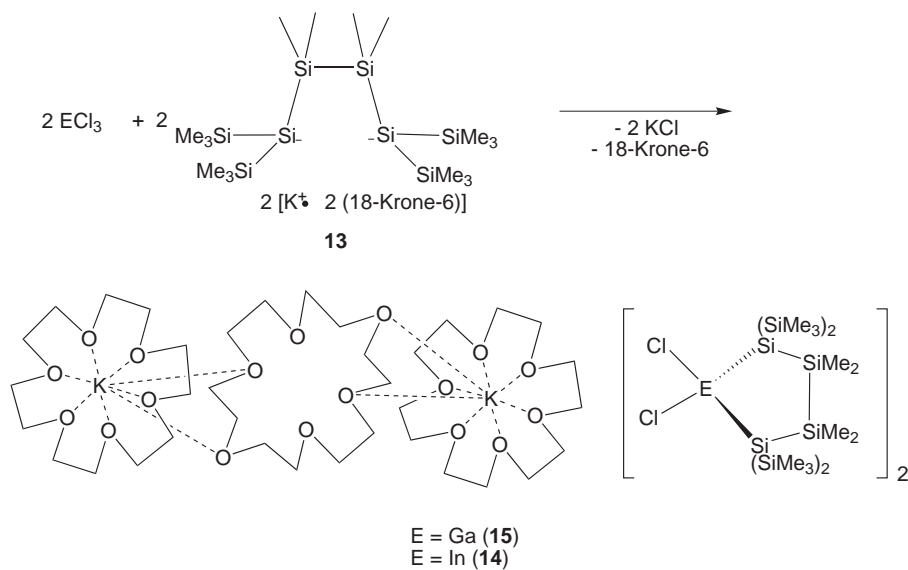
Lithium-3,5-dimethylbenzoat und -4-*tert*-butylbenzoat ergaben mit **3** in niedriger



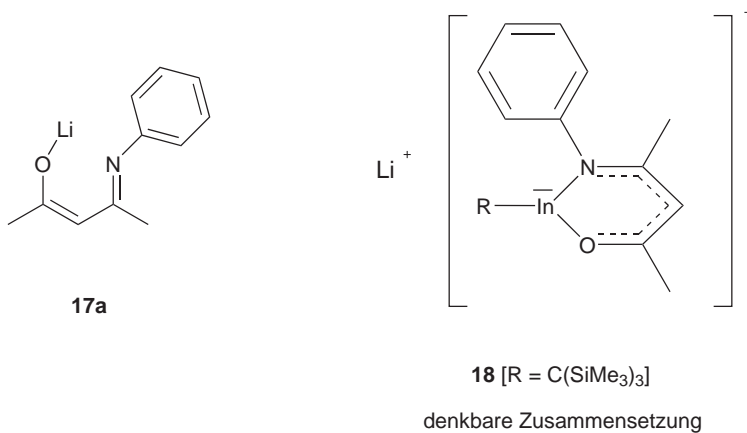
Ausbeute die entsprechenden Diindium-dicarboxylate, in denen die Indium–Indium-Bindungen stets verkürzt sind und durch die Carboxylatogruppe überbrückt werden.

Im Folgenden setzten wir $[\text{R}_2\text{In}_2\text{Cl}_2]_2$ (**3**) mit einem Tetrasilandianion um. Dabei entstand jedoch nicht der erhoffte In_2Si_4 -Heterozyklus, sondern unter Spaltung der Indium–Indium-Bindung die zyklische InSi_4 -Verbindung **14**. Das Indiumatom wurde von +II nach +III oxidiert und koordiniert neben zwei Siliziumatome noch an zwei Chloratome. Die daraus resultierende negative Ladung wird durch das Gegenion $[\text{K}_2(18\text{-Krone-6})_3]^{2+}$ kompensiert, das über eine bemerkenswerte Struktur mit einem zwei Kaliumatome verbrückenden Kronenethermolekül verfügt. Verbindung **14** und die analoge Galliumverbindung **15** wurden gezielt durch Umsetzung des Silyldianions mit Indium(III)- und Gallium(III)-chlorid dargestellt.

In abschließenden Untersuchungen sollten monomere In–R-Gruppen unter Erhalt



der Oxidationsstufe +I am Indium ähnlich wie in Analoga der Arduengocarbene durch geeignete Komplexbildner abgefangen werden. Hierzu wurden N-phenyl-4-(phenylimino)-2-pentan-2-amin (**16**) und N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin (**17**) in Form ihrer Lithiumverbindungen mit dem Cluster **1** umgesetzt. Nur für den O,N-Liganden war eine Umsetzung festzustellen, die nach den NMR-Spektren zu dem gewünschten Produkt **18** führten. Die kristallstrukturanalytische Charakterisierung steht aber noch aus.



8 Synthese der Ausgangsverbindungen

Alle Synthesen wurden in einer Atmosphäre aus getrocknetem Reinstargon (BTS-Katalysator^[87]) durchgeführt. Die Lösungsmittel wurden nach den üblichen Verfahren absolutiert^[88] und mit Argon gesättigt.

<i>n</i> -Pentan	destilliert über LiAlH ₄
<i>c</i> -Pentan	destilliert über LiAlH ₄
<i>n</i> -Hexan	destilliert über LiAlH ₄
Toluol	destilliert über Na/Benzophenon
Diisopropylether	destilliert über Na/Benzophenon
1,2-Difluorbenzol	destilliert über Molsieb 4 Å
Pentafluorbenzol	destilliert über Molsieb 4 Å
Acetonitril	destilliert über Calciumchlorid

Für die Aufnahme der Spektren wurden folgende Geräte verwendet:

¹ H-NMR-Spektren	Bruker AM 200 (200 MHz)
	Bruker AC 200 (200 MHz)
	Bruker AM 300 (300 MHz)
	Bruker Avance 400 (400 MHz)
¹³ C-NMR-Spektren:	Bruker AM 200 (50 MHz)
	Bruker AC 200 (50 MHz)
	Bruker AM 300 (75 MHz)
	Bruker Avance 400 (100 MHz)
¹⁹ F-NMR-Spektren:	Bruker AM 300 (80 MHz)
²⁹ Si-NMR-Spektren:	Bruker AM 300 (79,5 MHz)
IR-Spektren:	Bruker Vector 22
	Shimadzu IRPrestige-21

Als Standard bei ¹H- und ¹³C-NMR-Spektren dient Tetramethylsilan mit der chemischen Verschiebung von $\delta = 0,00$ ppm.

Die Eisenkomplexe C₆H₆-Fe-C₆H₈, Mesityl-Fe-Cp, C₆Et₆-Fe-C₈H₈, Mesityl-Fe-C₆H₈

und $(\text{CH}_3)_6\text{C}_5\text{H}_5\text{-Fe-C}_4\text{H}_6$ wurden freundlicherweise von der Arbeitsgruppe um Prof. Dr. U. Zenneck aus Erlangen zur Verfügung gestellt.

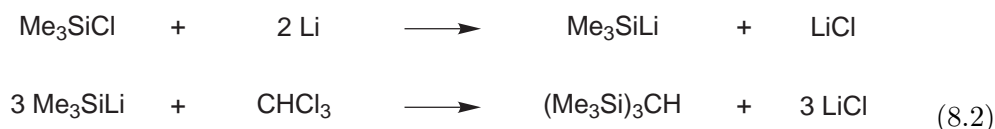
Ebenfalls Teil einer Kooperation war das Tetrasilandianion **13** aus der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. C. Marschner aus Graz.

8.1 Synthese von Indium(I)-bromid



6,43 g Indiumtribromid (18,1 mmol) werden in einem Schlenkgefäß mit 4,35 g zerschnittenem Indium (37,9 mmol) vermischt. In einem Ofen wird das Gemisch unter Normaldruck für drei Stunden bei 350 °C gehalten. Nach Abkühlen der tiefroten Schmelze evakuiert man das Reaktionsgefäß und sublimiert das entstandene orange-rote Indium(I)-bromid bei 265 °C und laufender Diffusionspumpe bei 10^{-3} mbar.

8.2 Synthese von Tris(trimethylsilyl)methan^[89]



152 mL Chlortrimethylsilan (1,2 mol) werden in 400 ml Tetrahydrofuran gelöst und 7 g zerkleinertes Lithium (1,01 mol) hinzugefügt. Unter Rückfluss werden 13,3 ml Chloroform (0,164 mol), gelöst in 56 mL Tetrahydrofuran, in einem Zeitraum von fünf Stunden zugetropft. Das Gemisch wird zwei Tage unter Rückfluss und anschließend noch zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt.

Der Feststoff wird abfiltriert und das Filtrat am Rotationsverdampfer eingengt. Die

verbleibende Lösung wird mit 70 mL Wasser versetzt, die organische Phase abgetrennt und mit Magnesiumsulfat getrocknet. Nach Entfernen von verbliebenem Tetrahydrofuran wird das Produkt bei 13 mbar und 90 °C fraktioniert destilliert. Man erhält 14,4 g (38 %) einer farblosen Flüssigkeit.

8.3 Synthese von Tris(trimethylsilyl)methylithium^[89]

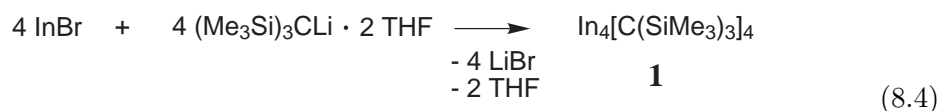


20,5 g Tris(trimethylsilyl)methan (25 mL, 88,13 mmol) werden in einer Mischung aus 125 mL Tetrahydrofuran und 25 mL Diethylether gelöst und 59 mL Methylithium (94,4 mmol) zugetropft. Nach Rühren über Nacht werden weitere 9,7 mL Methylithium hinzugefügt und nochmals vier Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Die Lösung wird für weitere vier Stunden unter Rückfluss erhitzt und anschließend das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der feste Rückstand wird in 150 mL Diethylether aufgenommen und das Produkt bei -45 °C auskristallisiert. Nach Trocknen im Hochvakuum erhält man 21,2 g (69 %, 61,15 mmol) des Produktes.

8.4 Synthese von

tetrahedro-Tetrakis[tris(trimethylsilyl)methylindium(I)]

(1)^[1]



3,05 g frisch sublimiertes Indium(I)-bromid (15,66 mmol) werden in 50 mL Toluol suspendiert und 15 Minuten im Ultraschallbad behandelt. 5,5 g Tris(trimethylsilyl)methyl-lithium (15,86 mmol) werden in 50 mL Toluol gelöst und dann bei -50 °C zur Indium(I)-bromid-Suspension getropft. Unter Rühren wird das Reaktionsgemisch über Nacht auf Raumtemperatur erwärmt. Nicht umgesetztes Indium(I)-bromid und ausgefallenes Indium werden abfiltriert. Der Rückstand wird mehrmals mit je 20 mL *n*-Hexan gewaschen. Nach Reduktion des Lösungsmittelvolumens im Vakuum kristallisiert das Produkt bei -30 °C. Der Feststoff wird im Vakuum getrocknet, zur Entfernung mitgefällter Nebenprodukte mit Acetonitril gewaschen und wieder getrocknet.

8.5 Synthese von

Lithium-trichloro[tris(trimethylsilyl)methylgallat] · 2 THF



Galliumtrichlorid wird in Tetrahydrofuran gelöst und bei 0 °C mit in Tetrahydrofuran gelöstem Tris(trimethyl)silylmethyl-lithium versetzt. Anschließend wird das Gemisch zwölf Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Nach Entfernen des Lösungsmittels und Trocknung im Vakuum wird das Produkt als farbloser kristalliner Feststoff erhalten.

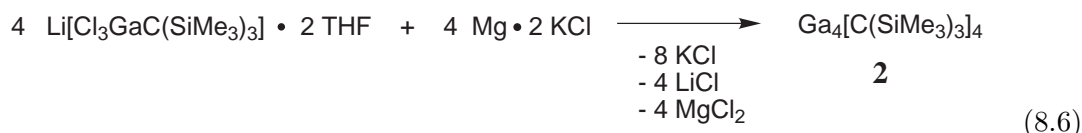
8.6 Synthese von Rieke-Magnesium^[90]

Wasserfreies Magnesiumchlorid wird mit Kalium in Tetrahydrofuran für 2,5 Stunden unter Rückfluss gerührt. Die entstandene grau-schwarze Suspension wird filtriert und der abfiltrierte Feststoff über Nacht im Hochvakuum getrocknet.

8.7 Synthese von

tetrahydro-Tetrakis[tris(trimethylsilyl)methylgallium(I)]

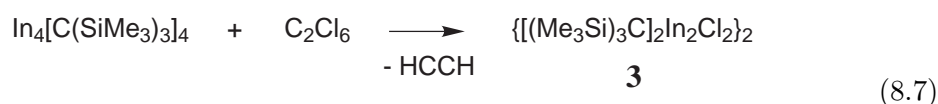
(2)^[2]



Lithium-trichloro[tris(trimethylsilyl)methylgallat] · 2 THF wird in Toluol gelöst und die Lösung mit Rieke-Magnesium versetzt. Nach einer Stunde im Ultraschallbad wird das Gemisch 20 Stunden bei 80 °C bis 85 °C gerührt. Die Lösung wird hierbei tiefrot und der ausgefallene Feststoff wird anschließend abfiltriert. Das Lösungsmittel wird entfernt und der verbleibende Feststoff in *n*-Hexan aufgenommen. Der unlösliche Rückstand wird abfiltriert und die Lösungsmittelmenge im Vakuum reduziert. Das Produkt kristallisiert bei -30 °C in Form roter Stäbchen.

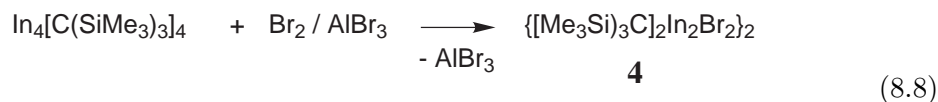
8.8 Synthese von Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan

(3)^[14]



438 mg der Verbindung **1** (316,2 µmol) werden in 50 mL Toluol gelöst und mit 77 mg Hexachlorethan (325 µmol) in 15 mL Toluol versetzt. Das Gemisch wird anschließend in einem vorgewärmten Ölbad bei 65 °C bis zur grüngelben Färbung erhitzt. Ausgefallenes Indium wird abfiltriert, das Produkt nach Entfernen des Lösungsmittels getrocknet und aus *c*-Pentan umkristallisiert.

8.9 Synthese von Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dibromodiindan (4)^[14]



183 mg Aluminiumtribromid (0,69 mmol) werden in 25 mL *n*-Hexan suspendiert und mit 2,9 mL einer Bromlösung in *n*-Hexan (0,237 M, 0,69 mmol) versetzt. Nach 30 Minuten Rühren bei Raumtemperatur werden 458 mg der Verbindung **1** (0,33 mmol) in 25 mL *n*-Hexan hinzugefügt. Die Mischung wird für weitere 40 Minuten bei Raumtemperatur gerührt und anschließend in einem vorgewärmten Ölbad bei 80 °C gehalten, bis die Lösung gelb gefärbt ist. Während der Reaktion ausgefallener Feststoff wird abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Das Produkt wird getrocknet und aus *n*-Hexan umkristallisiert.

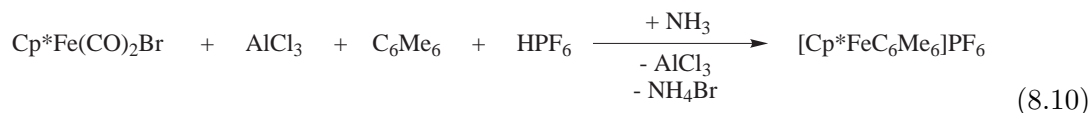
8.10 Synthese von

Pentamethylcyclopentadienyl-eisen-dicarbonyl-bromid



Pentamethylcyclopentadienyl-eisen-dicarbonyl-dimer wird in Dichlormethan gelöst und elementares Brom, gelöst in Dichlormethan, wird langsam bei Raumtemperatur zuge- tropft. Nach Rühren über Nacht bei Raumtemperatur wird die Reaktionsmischung fil- triert und der Rückstand mit Dichlormethan gewaschen. Das Filtrat wird im Vakuum vom Lösungsmittel befreit und das entstandene Produkt im Hochvakuum getrocknet.

8.11 Synthese von [Hexamethylphenyl-pentamethylcyclopentadienyl-eisen(II)]hexafluorophosphat^[91]



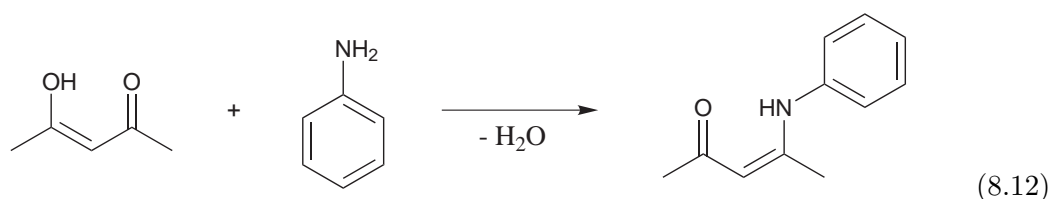
945 mg $\text{Cp}^*\text{Fe}(\text{CO})_2\text{Br}$ (2,89 mmol) werden zusammen mit 1,2 g Aluminiumtrichlorid (9,0 mmol) und 2,02 g Hexamethylbenzol (12,45 mmol) zusammen gegeben und bis zur Schmelze erhitzt. Nach acht Stunden bei 170 °C wird mit 60 mL Eiswasser hydrolysiert und 20 mL konzentrierte Ammoniaklösung hinzugefügt. Nach Filtration wird das Produkt mit 0,415 mL einer wässrigen Lösung von Hexafluorophosphorsäure (2,8 mmol) als oranges Salz gefällt und aus Ethanol umkristallisiert.

8.12 Synthese von Hexamethylphenyl-pentamethylcyclopentadienyl-eisen(I) (5)^[91]



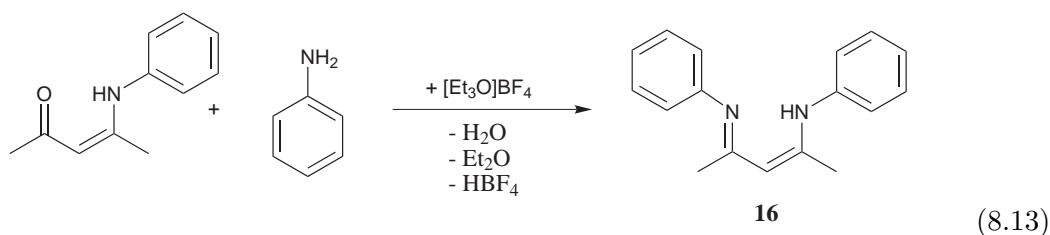
220 mg $[\text{Cp}^*\text{FeC}_6\text{Me}_6]\text{PF}_6$ (441,5 μmol) werden in 30 mL 1,2-Dimethoxyethan suspendiert. 3,6 g Quecksilber (17,95 mmol) werden in einem Stickstoffkolben im Vakuum von Luft und Wasser befreit und 40 mg Natrium (1,74 mmol) zur Bildung von Natriumamalgam zugegeben. Das in exothermer Reaktion entstandene Natriumamalgam wird mit dem suspendiertem Eisenkomplex versetzt. Unter Rühren verfärbt sich die Lösung zu einem tiefen, für das Produkt charakteristischen Grün. Nach Entfernen des Lösungsmittels wird das Produkt in *n*Pentan aufgenommen und bei -30 °C umkristallisiert.

8.13 Synthese von N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin



Eine Lösung von Acetylaceton in Dichlormethan wird bei Raumtemperatur mit einer Lösung von Anilin in Dichlormethan versetzt und 48 Stunden gerührt. Nach Abtrennen der wässrigen Phase wird die organische Phase über Magnesiumsulfat getrocknet und nach Entfernen des Lösungsmittels als hellgelbe Flüssigkeit im Vakuum destilliert.

8.14 Synthese von N-Phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2-amin



Die Synthese N-Phenyl-4-(phenylimino)-2-penten-2-amin erfolgt in Anlehnung zur Literatur^[80].

Eine Lösung von N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin in Dichlormethan wird bei Raumtemperatur langsam mit einer Lösung von Triäthylxonium-tetrafluorborat in Dichlormethan versetzt. Nach 30 Minuten Rühren bei Raumtemperatur wird langsam eine Lösung von Anilin in Dichlormethan zu der Reaktionsmischung hinzugefügt. Nach weiteren 30 Minuten Rühren bei Raumtemperatur wird das Lösungsmittel im Vakuum entfernt und der verbliebene Rückstand mit einer Lösung von Kaliumhydroxid in Toluol und Wasser versetzt. Die wässrige Phase wird mehrfach mit Toluol ausgeschüttelt, die organischen

Phasen vereinigt und mit Natriumsulfat getrocknet. Nach Entfernung des Lösungsmittels wird das Produkt im Vakuum destilliert, und man erhält das Produkt als gelben Feststoff.)

9 Experimenteller Teil

9.1 Umsetzung von **1** mit Silbertetrafluoroborat im molaren Verhältnis 1:4

143 mg Silbertetrafluoroborat (0,732 mmol) werden in 25 ml Toluol suspendiert, und die Suspension wird auf 40 °C erwärmt. Zu dieser Suspension werden 254 mg Tetraindan **1** (0,183 mmol), gelöst in 25 mL Toluol, langsam getropft. Nachdem die Hälfte der Tetraindanlösung zugegeben ist, wird die Reaktionsmischung im Ölbad auf 90 °C erwärmt und die zweite Hälfte des Tetraindan zugetropft. Anschließend wird die Reaktionsmischung noch für eine Stunde bei 90 °C gerührt, bis die Lösung gelb ist. Ausgefallenes Silber wird durch Filtration, das Toluol durch Abdestillieren im Vakuum entfernt. Der verbleibende Feststoff wird mit *c*-Pentan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet. Das Produkt wird bei -30 °C aus *n*-Hexan umkristallisiert.

Ausbeute: 366 mg (40 %)

Das gleiche Produkt **6** lässt sich auch durch Verwendung von *p*-Difluoriodtoluol darstellen. Hierbei wird ein molares Verhältnis von **1** zu *p*-Difluoriodtoluol von 1:2,5 eingesetzt und eine Reaktionstemperatur von 50 °C verwendet. Der Überschuss an Fluorierungsreagenz ist notwendig, da das *p*-Difluoriodtoluol thermisch instabil ist und zum Teil vor der Umsetzung zerfällt.

Ausbeute: 15 %

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung bei 218 °C

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 400 MHz):

$$\delta = 0,44 \text{ ppm (s, SiMe}_3\text{)}$$

$^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6 , 100 MHz):

$$\delta = 6,2 \text{ ppm } (^1J_{\text{C}Si} = 50 \text{ Hz, } ^1J_{\text{HC}} = 119 \text{ Hz, SiMe}_3), 22,7 \text{ ppm (InC)}$$

$^{19}\text{F-NMR}$ C_6D_6 , MHz):

$$\delta = -152 \text{ ppm}$$

$^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6 , 80 MHz):

$$\delta = -2 \text{ ppm}$$

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm^{-1}):

$$\tilde{\nu} = 1456 \text{ (s), } 1377 \text{ (s, Paraffin), } 1252 \text{ (s, } \delta\text{CH}_3\text{), } 1169 \text{ (vw), } 1155 \text{ (vw), } 860 \text{ (s), } \\ 841 \text{ (s), } 777 \text{ (m), } 721 \text{ (w, } \rho\text{CH}_3\text{(Si)), } 673 \text{ (m), } 652 \text{ (m, } \nu_{as}\text{SiC), } 608 \text{ (w, } \\ \nu_s\text{SiC), } 440 \text{ (vw), } 428 \text{ (vw, } \nu\text{InC)}$$

Massenspektrum (EI, 70 eV, 240 °C):

$$1230 \text{ (M}^+\text{-C(SiMe}_3\text{)}_3\text{), } 884 \text{ ([F}_4\text{In}_3\text{[C(SiMe}_3\text{)}_3\text{]}_2\text{]}^+\text{), } 633 \text{ (}\frac{1}{2}\text{M}^+\text{-F}_2\text{SiMe}_2\text{), } \\ 365 \text{ ({FIn[C(SiMe}_3\text{)}_3\text{]}^+\text{), } 115 \text{ (In}^+\text{), } 73 \text{ ([SiMe}_3\text{]}^+\text{)}$$

9.2 Umsetzung von **1** mit 1,2-Diiodethan im molaren Verhältnis 1:2

89 mg von **1** (0,064 mmol) werden in 25 mL *n*-Hexan gelöst. Bei -20 °C werden 37 mg 1,2-Diiodethan (0,131 mmol), gelöst in 10 mL *n*-Hexan, zu der Tetraindanlösung getropft. Die Reaktionsmischung wird anschließend auf 50 °C erwärmt und für 90 Minuten gerührt. Hierbei tritt eine Farbveränderung der Lösung von violett nach hellgelb ein. Ausgefallenes Indium wird abfiltriert und das Volumen der Lösung im Vakuum bis zur beginnenden Kristallisation reduziert. Bei -30 °C fällt das Produkt **7** in mikrokristalliner Form aus.

Ausbeute: 46 mg (38 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung ab 202,5 °C

¹H-NMR (C₆D₆, 400 MHz):

$\delta = 0,40$ ppm (s, SiMe₃)

¹³C-NMR (C₆D₆, 100 MHz):

$\delta = 6,1$ ppm (SiMe₃), 30,6 ppm (InC)

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm⁻¹):

$\tilde{\nu} = 1460$ (vs), 1377 (s, Paraffin), 1252 (s, δ CH₃), 1078 (vw), 1042 (w), 851 (vs),
835 (s), 777 (w), 721 (w, ρ CH₃(Si)), 675 (w), 654 (w, ν_{as} SiC), 608 (vw,
 ν_s SiC), 519 (vw), 467 (vw, ν InC)

Massenspektrum (EI, 70 eV, 150 °C):

715 ([I₂In₂C(SiMe₃)₃]⁺), 585 ([IIn₂C(SiMe₃)₃]⁺), 473 ([IInC(SiMe₃)₃]⁺),
201 ([ISiMe₃]⁺), 115 (In⁺), 73 ([SiMe₃]⁺)

9.3 Umsetzung von **3** mit Lithium-dipivaloylmethanid im molaren Verhältnis 1:2

52,1 mg Dipivaloylmethan (0,283 mmol) werden in 25 mL Toluol gelöst und bei -30 °C mit 180 μ L (0,283 mmol) einer 1,6 molaren *n*-Buthyllithiumlösung in *n*-Hexan versetzt. Die Reaktionsmischung wird für vier Stunden bei Raumtemperatur gerührt.

108 mg Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichloridiindan (**3**) (0,141 mmol) werden in 20 mL Toluol gelöst und bei -30 °C zu der Suspension des Lithium-dipivaloylmethanid getropft. Unter Rühren wird das Gemisch über Nacht auf Raumtemperatur gebracht und anschließend noch für zwei Stunden unter Rühren auf 50 °C erwärmt.

Das Lösungsmittel wird im Vakuum entfernt. Der verbleibende Feststoff wird in 15 mL *n*-Hexan aufgenommen und das Produkt **8** bei -20 °C auskristallisiert.

Ausbeute: 74 mg (50 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung bei 185 °C

¹H-NMR (C₆D₆, 400 MHz):

δ = 0,39 ppm (s, 54H, ²J_{H₂Si} = 6,1 Hz, SiMe₃), 1,20 ppm (s, 18H, C(CH₃)₃),
5,78 ppm (s, 2H, OC-CH-CO)

¹³C-NMR (C₆D₆, 100 MHz):

δ = 6,3 ppm (¹J_{C₂Si} = 50,5 Hz, ¹J_{HC} = 118,2 Hz, SiMe₃), 18,5 ppm (InC),
28,5 ppm (C(CH₃)₃), 42,0 ppm (C(CH₃)₃), 94,7 ppm (OC-C-CO), 202,4
(CO)

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm⁻¹):

$\tilde{\nu}$ = 1599 (w), 1565 (m), 1548 (m), 1503 (m, ν CO, ν CC), 1456 (vs), 1375 (s, Paraffin), 1364 (s), 1355 (s), 1255 (m), 1248 (m, δ CH₃), 1221 (w), 1185 (w) 1123 (w), 1020 (vw), 951 (w), 940 (vw, ν CC), 858 (s), 842 (s), 796 (m, ρ CH₃(Si)), 774 (w), 722 (w, Paraffin), 674 (vw), 652 (w, ν_{as} SiC), 614 (vw, ν_s SiC), 596 (w), 489 (vw), 474(vw, ν InC, ν InO, δ CC)

9.4 Umsetzung von **3** mit Lithium-dibenzoylmethanid im molaren Verhältnis 1:2

88 mg Dibenzoylmethan (0,392 mmol) werden in 25 mL Toluol gelöst und bei -30 °C mit 250 μ L (0,392 mmol) einer 1,6 molaren *n*-Buthyllithiumlösung in *n*-Hexan versetzt. Die Reaktionsmischung wird 3 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Während dieser Zeit verfärbt sich die Mischung bläulich, und entstandenes Lithium-dibenzoylmethanid fällt aus.

150 mg Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichloridiindan (**3**) (0,196 mmol) werden in 25 mL Toluol gelöst und bei -30 °C zu der gebildeten Lithium-dibenzoylmethanid-Suspension getropft. Über Nacht erwärmt man die Reaktionsmischung unter Rühren auf Raumtemperatur und anschließend für weitere zwei Stunden auf 45 °C.

Gebildetes Lithiumchlorid wird nach Abkühlen auf Raumtemperatur abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der zurückbleibende Feststoff wird in 20 mL *n*-Hexan aufgenommen und das entstandene Produkt **9** bei -20 °C auskristallisiert.

Ausbeute: 170 mg (76 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung bei 262°C

¹H-NMR (C₆D₆, 400 MHz):

δ = 0,42 ppm (s, 54H, ²J_{HSi} = 6,0 Hz, SiMe₃), 6,84 ppm (s, 2H, OC-CH-CO),
7,11 ppm (*pseudo*-d, 8H, *m*-Phenyl-H), 7,14 ppm (*pseudo*-t, 4H, *p*-Phenyl-H),
7,96 ppm (*pseudo*-dd, 8H, *o*-Phenyl-H)

¹³C-NMR (C₆D₆, 100 MHz):

δ = 6,1 ppm (¹J_{CSi} = 50,5 Hz, ¹J_{HC} = 118 Hz, SiMe₃), 19,1 ppm (InC),
95,8 ppm (OC-C-CO), 128,0 ppm (*o*-Phenyl-C), 128,6 ppm (*m*-Phenyl-C),
131,9 ppm (*p*-Phenyl-C), 139,9 ppm (*i*-Phenyl-C), 186,4 ppm (CO)

²⁹Si-NMR (C₆D₆, 80 MHz):

δ = -2 ppm

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm^{-1}):

$\tilde{\nu} = 1590$ (w), 1539 (m), 1521 (m, νCO , νCC), 1460 (s), 1377 (m, Paraffin), 1364 (m), 1309 (m), 1289 (w), 1268 (w), 1255 (vw), 1248 (w, δCH_3), 1228 (w), 1190 (w), 1174 (w), 1158 (w), 1129 (w), 1081 (vw), 1057 (vw), 1022 (vw), 1000 (vw), 970 (vw), 935 (vw, νCC), 857 (m), 842 (w, $\rho\text{CH}_3(\text{Si})$), 774 (m), 754 (m), 722 (m), 715 (vw, Phenyl, Paraffin), 684 (m), 668 (w), 652 (vw, $\nu_{as}\text{SiC}$), 623 (vw, $\nu_s\text{SiC}$), 600 (vw), 535 (vw), 518 (vw, νInC , νInO , δCC)

9.5 Umsetzung von **3** mit Lithium-dibenzoylmethanid im molaren Verhältnis 1:1

22 mg Dibenzoylmethan (0,098 mmol) werden in 10 mL Toluol gelöst und mit 5 mL Diethylether versetzt. Bei -40°C wird die Lösung mit 0,06 mL einer 1,6 molaren *n*-Butyllithiumlösung in *n*-Hexan versetzt und anschließend über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. 66 mg von **3** (0,086 mmol) werden in 20 mL Toluol gelöst und auf 80°C erwärmt. Bei dieser Temperatur wird die Lithium-dibenzoylmethanid-Suspension langsam zu **3** getropft. Nach Beendigung der Zugabe wird die Reaktionsmischung noch 30 Minuten bei 80°C gerührt und dann auf Raumtemperatur gebracht. Ausgefallener Feststoff wird abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der verbleibende Rückstand wird in 15 mL *n*-Hexan aufgenommen und bei -30°C zur Kristallisation gelagert. Hierbei kristallisiert zuerst das zweifach substituierte Produkt **9** aus.

Produkt **10**:

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 400 MHz):

$\delta = 0,44$ ppm (s, 27H, SiMe_3), 6,68 ppm (s, 1H, $\text{O}=\text{C}-\text{CH}-\text{C}=\text{O}$), 7,04 ppm (*pseudo-t*, 4H, *m*-Phenyl-H), 7,09 ppm (*pseudo-d*, 2H, *p*-Phenyl-H), 7,81 ppm (*pseudo-d*, 4H, *o*-Phenyl-H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6 , 100 MHz):

$\delta = 5,3$ ppm ($^1J_{\text{HC}} = 119$ Hz, SiMe_3), 15,0 ppm (InC), 96,2 ppm (OC-C-CO), 128,0 ppm (*o*-Phenyl-C), 128,8 ppm (*m*-Phenyl-C), 132,6 ppm (*p*-Phenyl-C), 139,9 ppm (*i*-Phenyl-C), 188,0 ppm (CO)

^{29}Si -NMR (C_6D_6 , 80 MHz):

$\delta = -1$ ppm

Produkt **9**:

^1H -NMR (C_6D_6 , 400 MHz):

$\delta = 0,42$ ppm (s, 54H, SiMe_3), 6,84 ppm (s, 2H, $\text{O}=\text{C}-\text{CH}-\text{C}=\text{O}$), 7,11 ppm (*pseudo*-d, 4H, m-Phenyl-H), 7,14 ppm (*pseudo*-t, 2H, p-Phenyl-H), 7,96 ppm (*pseudo*-dd, 4H, o-Phenyl-H)

9.6 Umsetzung von **3** mit Lithium-3,5-dimethylbenzoat im molaren Verhältnis 1:1

16 mg Dimethylbenzoesäure (0,107 mmol) werden in 10 mL Toluol gelöst und bei -30°C mit 67 μL einer 1,6 molaren *n*-Butyllithium-Lösung in *n*-Hexan versetzt. Die Mischung wird 30 Minuten bei Raumtemperatur gerührt.

82 mg Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichloridiindan (**3**) (0,107 mmol) werden in 20 mL Toluol gelöst und die Lösung auf 30°C erwärmt. Die Suspension von Lithiumdimethylbenzoat wird langsam zugetropft. Nach einer Reaktionszeit von einer Stunde wird die Lösungsmittelmenge verringert und entstandener Feststoff durch Filtration entfernt. Das Filtrat wird bei -30°C aufbewahrt, wobei das Produkt **11** als farbloses Pulver ausfällt. Der ausgefallene Feststoff wird in *n*-Hexan aufgenommen und zur Kristallisation bei -30°C gelagert.

Ausbeute: 15 mg (14 %)

Zweiter Syntheseweg:

18 mg Dimethylbenzoesäure (0,120 mmol) werden in 5 mL *n*-Hexan suspendiert und bei -30°C mit 70 μL einer 1,6 molaren *n*-Butyllithiumlösung in *n*-Hexan in die Lithiumverbindung überführt. Die Mischung wird zunächst 30 Minuten bei -30°C und

anschließend 30 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Nach erneutem Abkühlen der Lithiumsalzsuspension auf $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ werden 89 mg Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlor-diindan(II) (**3**) (0,117 mmol) in 20 mL *n*-Hexan gelöst und zu der gekühlten Suspension getropft. Die Reaktionsmischung wird über Nacht unter Rühren auf Raumtemperatur gebracht und im Anschluss für weitere 30 Minuten bei $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ gerührt. Nach der Filtration zur Entfernung von ausgefallenem Lithiumchlorid wird das Lösungsmittelvolumen im Vakuum reduziert und die Lösung bei $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ zur Kristallisation aufbewahrt.

Ausbeute: 17 mg (15 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung ab $221\text{ }^{\circ}\text{C}$ unter Schwarzfärbung

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 400 MHz):

$\delta = 0,52\text{ ppm}$ (s, 54H, SiMe_3), $2,09\text{ ppm}$ (s, 12H, CH_3), $6,85\text{ ppm}$ (s, 2H, *p*-Phenyl-H), $8,18\text{ ppm}$ (s, 4H, *o*-Phenyl-H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6 , 100 MHz):

$\delta = 5,5\text{ ppm}$ (SiMe_3), $16,4\text{ ppm}$ (InC), $21,1\text{ ppm}$ (CH_3), $129,1\text{ ppm}$ (*o*-Phenyl-C), $133,4\text{ ppm}$ (*i*-Phenyl-C), $134,9\text{ ppm}$ (*p*-Phenyl-C), $138,2\text{ ppm}$ (*m*-Phenyl-C), $177,4\text{ ppm}$ (CO_2)

$^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6 , 80 MHz):

$\delta = -1\text{ ppm}$

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm^{-1}):

$\tilde{\nu} = 1600$ (vw), 1560 (w), 1528 (vw, νCO , νCC), 1457 (m), 1375 (m, Paraffin), 1295 (vw), 1268 (w), 1260 (m), 1251 (m, δCH_3), 1190 (vw), 1170 (vw), 1120 (vw), 1040 (vw, νCC), 856 (s), 839 (s), 789 (w, $\rho\text{CH}_3\text{Si}$), 775 (m), 753 (w), 721 (w, Phenyl, Paraffin), 672 (w), 652 (w, $\nu_{as}\text{SiC}$), 615 (vw, $\nu_s\text{SiC}$), 599 (vw), 545 (vw), 496 (vw), 455 (vw), 422 (vw, νInC , νInO , δCC)

9.7 Umsetzung von **3** mit Lithium-*p*-*tert*-butylbenzoat im molaren Verhältnis 1:2

44 mg *p*-*tert*-Butylbenzoesäure (0,247 mmol) werden in 20 mL *n*-Hexan gelöst und bei -30 °C mit 0,16 mL einer 1,6 molaren *n*-Butyllithiumlösung in *n*-Hexan versetzt. Die Reaktionsmischung wird 30 Minuten bei Raumtemperatur zur vollständigen Lithiierung der Carbonsäure gerührt.

95 mg Bis[tris(trimethylsilyl)methyl]dichlorodiindan(II) (**3**) (0,124 mmol) werden in 20 mL *n*-Hexan gelöst und bei 30 °C zu der Lithiumbenzoatsuspension getropft. Anschließend wird das Reaktionsgemisch auf 50 °C erwärmt und für weitere zwei Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Nach dem Abkühlen der Reaktionsmischung auf Raumtemperatur wird der ausgefallene Feststoff über eine Fritte entfernt und die Lösungsmittelmenge im Vakuum reduziert. Bei -20 °C fällt das Produkt als farbloser, pulverförmiger Feststoff aus.

Ausbeute: 43 mg (33 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung ab 240 °C

¹H-NMR (C₆D₆, 400 MHz):

δ = 0,54 ppm (s, 54H, SiMe₃), 1,07 ppm (s, 18H, *t*Butyl-H), 7,15 ppm (*pseudo*-d, 4H, *m*-Phenyl-H), 8,30 ppm (*pseudo*-d, 4H, *o*-Phenyl-H)

¹³C-NMR (C₆D₆, 100 MHz):

δ = 6,1 ppm (SiMe₃), 15,5 ppm (InC), 31,4 ppm (C(CH₃)₃), 35,2 ppm (C(CH₃)₃), 126,0 ppm (*o*-Phenyl-C), 130,8 ppm (*i*-Phenyl-C), 131,1 ppm (*m*-Phenyl-C), 156,5 ppm (*p*-Phenyl-C), 177,1 ppm (CO₂)

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm^{-1}):

$\tilde{\nu} = 1602$ (w), 1580 (w), 1517 (m, ν_{CO} , ν_{CC}), 1457 (s), 1378 (s, Paraffin), 1310 (vw), 1259 (w), 1252 (w, δ_{CH_3}), 1189 (vw), 1145 (w), 1017 (vw, ν_{CC}), 857 (s), 847 (sh), 787 (w, $\rho_{\text{CH}_3\text{Si}}$), 723 (vw), 712 (vw, Phenyl, Paraffin), 673 (w), 663 (m), 654 (w, ν_{asSiC}), 613 (vw, ν_{sSiC}), 590 (vw), 545 (w), 473 (w, ν_{InC} , ν_{InO} , δ_{CC})

9.8 Umsetzung von Indium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium- 2,2,3,3-tetramethyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6)

58 mg Indium(III)-chlorid (0,262 mmol) werden in 15 mL Toluol suspendiert und auf -40°C gekühlt. Anschließend werden 186 mg des Tetrasilandianions **13** (0,174 mmol) in einem Gemisch aus 20 mL Toluol und 10 mL Tetrahydrofuran gelöst und zu der gekühlten Indiumchloridsuspension getropft. Die Reaktionsmischung wird in 16 Stunden unter Rühren auf Raumtemperatur gebracht. Sobald die Mischung Raumtemperatur erreicht, wird sie noch für eine Stunde gerührt und dann das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der verbliebene Rückstand wird in wenig Toluol aufgenommen und unlösliches Kaliumchlorid abfiltriert. Nach Zugabe einiger Milliliter *n*-Hexan kristallisiert das Produkt **14** bei -30°C in Form farbloser Plättchen.

Ausbeute: 47 mg (25 %)

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 400 MHz):

$\delta = 0,61$ ppm (s, 36H, SiMe_3), 0,63 ppm (s, 12 H, SiMe_2), 3,33 ppm (s, 36 H, 18-Krone-6- CH_2)

9.9 Umsetzung von Gallium(III)-chlorid mit 1,4-Dikalium-2,2,3,3-tetramethyl-1,1,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)tetrasilan · 2 (18-Krone-6)

30 mg Gallium(III)-chlorid (0,43 mmol) werden in 20 mL Toluol suspendiert und auf -40 °C gekühlt. 241 mg des Tetrasilandianions **13** (0,225 mmol) werden in 15 mL Toluol sowie 10 mL Tetrahydrofuran gelöst und zu der Galliumchloridsuspension getropft. Die Reaktionsmischung wird über Nacht in 16 Stunden auf Raumtemperatur gebracht und für eine weitere Stunde bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird die Lösungsmittelmenge im Vakuum verringert, wobei zuerst das Tetrahydrofuran entweicht. Aus der derart behandelten Lösung kristallisiert bei 4 °C das Produkt **15** in Form farbloser Plättchen aus.

Ausbeute: 62 mg (35 %)

Schmelzpunkt (unter Argon, abgeschmolzene Kapillare):

Zersetzung bei 154 °C

¹H-NMR (C₆D₆, 400 MHz):

$\delta = 0,63$ ppm (s, 36H, SiMe₃), $0,64$ ppm (s, 12H, $^2J_{SiH} = 6,9$ Hz, SiMe₂),
 $3,35$ ppm (s, 36H, 18-Krone-6-CH₂)

¹³C-NMR (C₆D₆, 100 MHz):

$\delta = -0,7$ ppm ($^1J_{CSi} = 43,6$ Hz, SiMe₂), $4,7$ ppm ($^1J_{CSi} = 37,0$ Hz, SiMe₃),
 $70,8$ ppm (18-Krone-6-CH₂)

²⁹Si-NMR (C₆D₆, 80 MHz):

$\delta = -6,1$ ppm (SiMe₃), $-28,1$ ppm (SiMe₂), $-135,6$ ppm (GaSi)

IR (Nujol-Verreibung zwischen CsBr-Platten in cm^{-1}):

$\tilde{\nu} = 1456$ (vs), 1377 (vs), 1365 (s, Paraffin), 1351 (s), 1302 (m), 1284 (m), 1252 (s, δCH_3), 1241 (s), 1105 (vs), 998 (w), 959 (s), 836 (vs), 780 (s, $\rho\text{CH}_3(\text{Si})$), 722 (m, Paraffin), 681 (m), 652 (w, $\nu_{as}\text{SiC}$), 625 (m, $\nu_s\text{SiC}$), 529 (vw), 451 (w, νSiSi)

9.10 Umsetzung von **1** mit

Lithium-N-phenyl-3-penten-2-on-4-amid im molaren

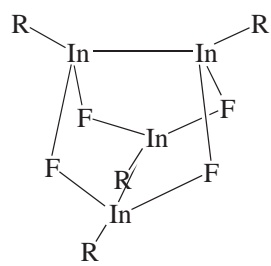
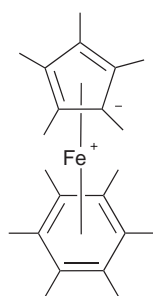
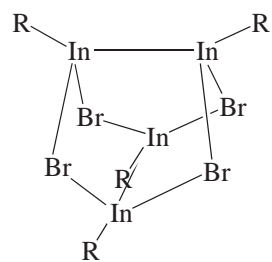
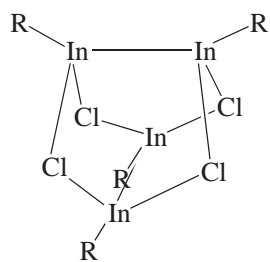
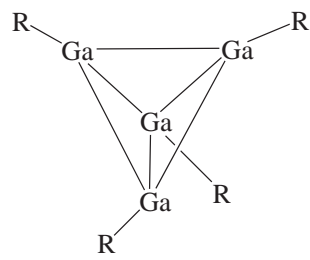
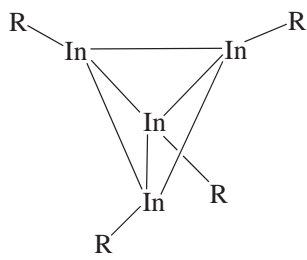
Verhältnis 1:4

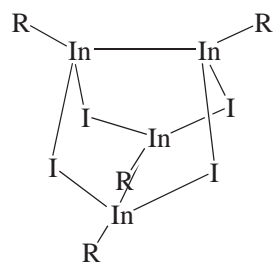
65 mg N-Phenyl-3-penten-2-on-4-amin (**17**) (0,37 mmol) werden in 10 mL Toluol gelöst und bei -30°C mit 0,25 mL einer 1,6 molaren *n*-Butyllithium-Lösung in *n*-Hexan versetzt. Die Mischung wird noch eine Stunde bei Raumtemperatur zur vollständigen Lithiierung gerührt. 125 mg von **1** (0,09 mmol) werden in 25 mL Toluol gelöst und langsam bei Raumtemperatur zu der Suspension von **17a** getropft. Im Anschluss wird die Reaktionsmischung in einem vorgeheizten Ölbad bei 80°C für 30 Minuten gerührt, wobei die Lösung einen rotbraunen Farbton annimmt und schwarzer Feststoff ausfällt. Dieser wird durch Filtration und das Lösungsmittel vom Filtrat durch Destillation im Vakuum entfernt. Der verbleibende Rückstand wird in Toluol aufgenommen und etwaiger zurückbleibender Feststoff erneut abfiltriert. Bei -30°C kristallisiert das Produkt **18** neben den beiden noch nicht umgesetzten Ausgangsverbindungen **1** und **17a** in Form farbloser Mikrokristalle aus. Diese zersetzen sich bei Raumtemperatur in Paraffinöl schnell zu grauem Staub.

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 400 MHz):

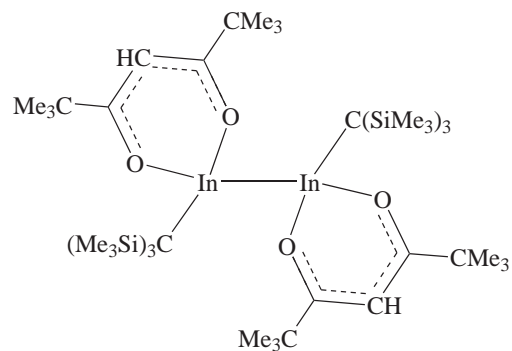
$\delta = 0,40$ ppm (s, 27H, SiMe_3), 1,05 ppm (s, 3H, CH_3), 1,08 ppm (s, 3H, CH_3), 4,99 ppm (s, 1H, O=CCH=CO), 6,79 – 6,90 ppm (m, 2H, Phenyl-H), 6,99 – 7,10 ppm (m, 3H, Phenyl-H)

10 Liste der Verbindungen

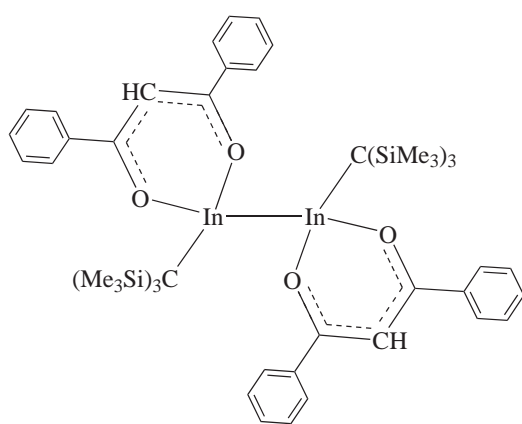




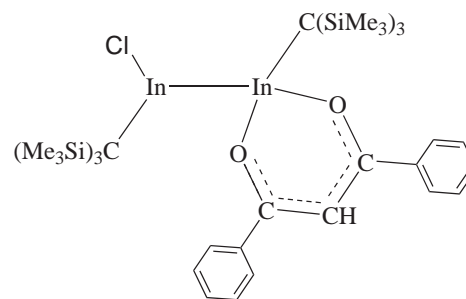
7 [R = C(SiMe₃)₃]



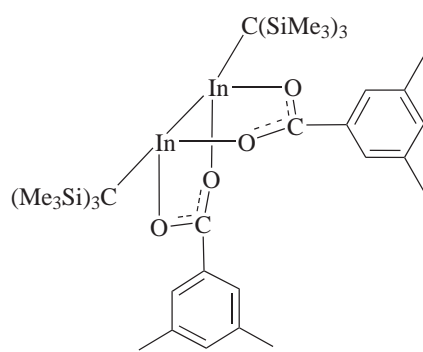
8



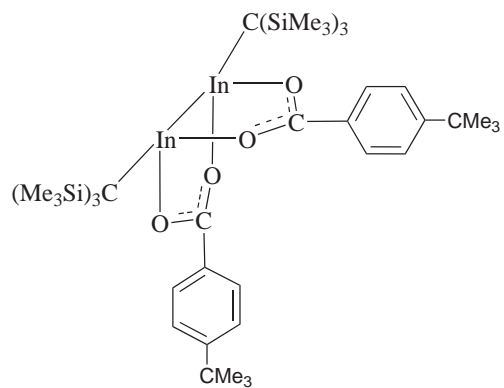
9



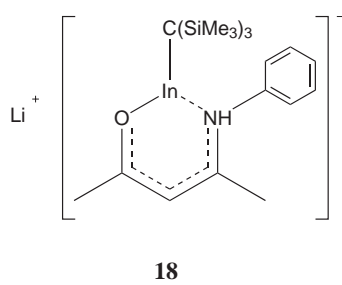
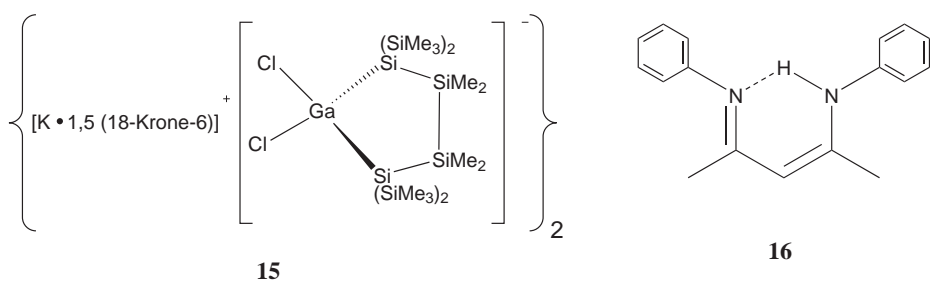
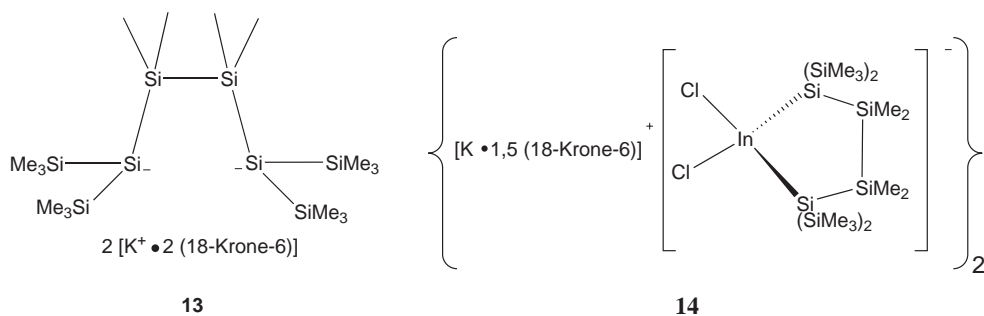
10



11



12



11 Anhang (Kristalldaten)

Kristalldaten zur Struktur von **6**

Tabelle 11.1: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von **6**

Kristalldaten:	
Formel	$C_{40}H_{108}F_4In_4Si_{12}$
Formelgewicht [g/mol]	1461,62
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Z	4
Messtemperatur [K]	153(2)
Dichte [g/cm ³]	1,393
a [pm]	2196,8(4)
b [pm]	1475,4(2)
c [pm]	2217,0(4)
α [°]	90
β [°]	104,054(4)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	6970,54
μ [mm ⁻¹]	1,548
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,10 × 0,29 × 0,40
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	0,96 ≤ 31,40
	-31 ≤ h ≤ 30
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-21 ≤ k ≤ 21
	-30 ≤ l ≤ 32
Symmetrieunabhängige Reflexe	21392
Messwerte F > 4 σ (F)	13640

Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	858
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 } (F > 4\sigma(F))$	0,0768
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,1613
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10^{30} e/m ⁻³)	0,820
min. Restelektronendichte (10^{30} e/m ⁻³)	-0,732

Tabelle 11.2: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **6**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,15581(4)	0,06874(6)	0,28962(4)	0,0286(2)
In11	0,16641(4)	0,11656(7)	0,27644(5)	0,0321(2)
In12	0,17492(7)	0,0697(1)	0,26088(8)	0,0239(3)
C1	0,0800(2)	0,0866(3)	0,2034(2)	0,046(1)
Si11	0,07424(7)	-0,0306(1)	0,16864(8)	0,0509(4)
C111	0,1269(3)	-0,0496(4)	0,1163(3)	0,072(2)
C112	0,0968(3)	-0,1211(4)	0,2290(3)	0,069(2)
C113	-0,0064(3)	-0,0566(4)	0,1224(3)	0,067(2)
Si12	0,01424(7)	0,1140(1)	0,24101(7)	0,0531(4)
C121	-0,0577(3)	0,1544(5)	0,1835(3)	0,063(2)
C122	0,0375(3)	0,2029(5)	0,3032(3)	0,076(2)
C123	-0,0100(3)	0,0155(5)	0,2820(3)	0,078(2)
Si13	0,09286(8)	0,1768(1)	0,14678(8)	0,0543(4)
C131	0,0383(3)	0,1646(4)	0,0682(3)	0,069(2)
C132	0,0825(3)	0,2948(4)	0,1735(3)	0,074(2)
C133	0,1746(3)	0,1753(5)	0,1369(4)	0,077(2)
In2	0,20801(4)	0,00649(7)	0,40966(4)	0,0270(2)
In21	0,24401(5)	-0,00602(7)	0,41873(4)	0,0296(2)
In22	0,2293(1)	0,0387(1)	0,43004(8)	0,0253(3)
C2	0,2116(2)	-0,0623(3)	0,4977(2)	0,040(1)
Si21	0,26824(8)	-0,0113(1)	0,56633(7)	0,0496(4)
C211	0,2810(3)	-0,0843(4)	0,6373(2)	0,068(2)
C212	0,2403(3)	0,1016(4)	0,5878(3)	0,069(2)
C213	0,3465(3)	0,0107(4)	0,5501(3)	0,068(2)
Si22	0,22903(8)	-0,1858(1)	0,48473(7)	0,0478(3)
C221	0,1930(3)	-0,2641(4)	0,5333(3)	0,068(2)

C222	0,2008(3)	-0,2203(4)	0,4014(2)	0,060(2)
C223	0,3148(3)	-0,2110(4)	0,5048(3)	0,067(2)
Si23	0,12659(8)	-0,0433(1)	0,49844(8)	0,0567(4)
C231	0,0721(3)	-0,1140(5)	0,4401(3)	0,081(2)
C232	0,1002(3)	0,0761(5)	0,4789(3)	0,077(2)
C233	0,1105(3)	-0,0688(5)	0,5761(3)	0,082(2)
In3	0,32805(4)	0,04381(7)	0,32142(5)	0,0302(2)
In31	0,31739(5)	-0,00125(7)	0,33138(5)	0,0318(2)
In32	0,30050(8)	0,0170(1)	0,29618(8)	0,0270(3)
C3	0,3900(2)	-0,0431(4)	0,2838(2)	0,046(1)
Si31	0,43911(8)	-0,1140(1)	0,35023(8)	0,0526(4)
C311	0,3989(5)	-0,2219(5)	0,3625(4)	0,070(3)
C312	0,4545(4)	-0,0517(7)	0,4269(3)	0,071(2)
C313	0,5168(3)	-0,1460(7)	0,3349(4)	0,075(3)
Si32	0,34837(7)	-0,1164(1)	0,21722(8)	0,0469(4)
C321	0,2816(3)	-0,1806(5)	0,2350(4)	0,053(2)
C322	0,4026(3)	-0,2010(6)	0,1949(4)	0,066(2)
C323	0,3159(4)	-0,0484(6)	0,1457(3)	0,069(3)
Si33	0,4345(1)	0,0531(1)	0,2606(1)	0,0666(5)
C331	0,3832(5)	0,1458(6)	0,2206(4)	0,089(3)
C332	0,4871(5)	0,1091(7)	0,3303(6)	0,092(4)
C333	0,4854(5)	0,0194(7)	0,2074(5)	0,097(3)
Si3A	0,4689(6)	-0,024(1)	0,3356(6)	0,053(4)
C3A1	0,469(3)	-0,034(6)	0,420(1)	0,10(4)
C3A2	0,500(2)	0,093(2)	0,326(3)	0,05(2)
C3A3	0,528(2)	-0,106(3)	0,319(3)	0,08(3)
Si3B	0,3670(7)	-0,1670(8)	0,2775(7)	0,054(3)
C3B1	0,280(1)	-0,183(4)	0,258(3)	0,08(3)
C3B2	0,400(4)	-0,228(3)	0,353(2)	0,11(4)
C3B3	0,397(3)	-0,230(3)	0,218(3)	0,08(3)
Si3C	0,3846(6)	0,009(1)	0,2018(5)	0,049(3)
C3C1	0,462(2)	-0,006(5)	0,182(3)	0,14(4)
C3C2	0,326(3)	-0,046(4)	0,139(2)	0,10(4)
C3C3	0,368(2)	0,134(1)	0,200(2)	0,03(1)
In4	0,29240(4)	0,20660(6)	0,36966(5)	0,0313(2)
In41	0,25514(6)	0,22411(6)	0,35963(6)	0,0326(2)
In42	0,2674(1)	0,2060(1)	0,39247(9)	0,0281(3)
C4	0,3005(2)	0,3493(3)	0,4018(2)	0,052(1)
Si41	0,2547(1)	0,3785(2)	0,4611(1)	0,0583(7)
C411	0,249(1)	0,5040(8)	0,4707(9)	0,091(7)
C412	0,1725(6)	0,333(1)	0,4402(9)	0,098(7)
C413	0,2936(5)	0,3302(9)	0,5386(5)	0,072(3)
Si42	0,3856(1)	0,3487(2)	0,4333(1)	0,0623(7)
C421	0,4146(8)	0,2473(9)	0,4846(8)	0,089(5)

C422	0,4303(8)	0,346(1)	0,3711(9)	0,130(7)
C423	0,4153(9)	0,450(1)	0,4819(8)	0,087(5)
Si43	0,2718(2)	0,4252(2)	0,3289(1)	0,089(1)
C431	0,291(1)	0,367(1)	0,2606(6)	0,149(7)
C432	0,1876(6)	0,451(1)	0,3061(6)	0,138(5)
C433	0,3138(9)	0,5368(7)	0,3376(8)	0,117(6)
Si4A	0,2307(3)	0,4037(4)	0,4122(3)	0,057(2)
C4A1	0,244(2)	0,506(2)	0,464(2)	0,10(2)
C4A2	0,179(1)	0,327(2)	0,447(2)	0,06(1)
C4A3	0,1817(9)	0,443(2)	0,3346(9)	0,060(6)
Si4B	0,3634(3)	0,3335(4)	0,4806(3)	0,060(2)
C4B1	0,415(2)	0,235(2)	0,477(1)	0,056(7)
C4B2	0,412(2)	0,438(2)	0,502(2)	0,08(1)
C4B3	0,324(1)	0,310(2)	0,5440(9)	0,068(7)
Si4C	0,3374(4)	0,3976(4)	0,3407(3)	0,077(2)
C4C1	0,418(1)	0,348(3)	0,349(2)	0,11(1)
C4C2	0,294(2)	0,371(2)	0,2596(8)	0,11(1)
C4C3	0,349(2)	0,524(1)	0,346(2)	0,12(2)
F1	0,2376(1)	0,0303(2)	0,2576(2)	0,0245(7)
F2	0,1980(2)	0,2025(3)	0,3070(2)	0,045(1)
F3	0,2918(2)	-0,0391(3)	0,3847(2)	0,0388(9)
F4	0,2541(2)	0,1353(2)	0,4363(1)	0,0227(6)
F5	0,1577(2)	0,0230(3)	0,3487(2)	0,047(1)
F6	0,3325(2)	0,1419(3)	0,3468(2)	0,052(1)

Tabelle 11.3: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **6** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0270(4)	0,0248(4)	0,0303(4)	-0,0017(3)	-0,0002(3)	0,0000(3)
In11	0,0301(4)	0,0360(5)	0,0273(4)	0,0050(5)	0,0015(3)	0,0011(4)
In12	0,0294(8)	0,0191(8)	0,0212(7)	-0,0025(6)	0,0024(6)	-0,0034(6)
C1	0,033(2)	0,051(3)	0,043(3)	-0,004(2)	-0,009(2)	0,009(2)
Si11	0,0425(8)	0,0452(8)	0,0580(9)	-0,0011(7)	-0,0014(7)	0,0045(6)
C111	0,068(4)	0,061(4)	0,085(5)	-0,013(3)	0,016(4)	0,012(3)
C112	0,056(4)	0,051(3)	0,094(5)	0,015(3)	0,004(3)	0,007(3)
C113	0,061(4)	0,064(4)	0,065(4)	-0,010(3)	-0,003(3)	0,000(3)
Si12	0,0429(8)	0,067(1)	0,0413(8)	0,0011(7)	-0,0061(6)	0,0152(7)
C121	0,047(3)	0,077(4)	0,056(4)	0,006(3)	-0,008(3)	0,017(3)
C122	0,075(4)	0,090(5)	0,056(4)	-0,005(3)	0,005(3)	0,031(4)
C123	0,057(4)	0,112(6)	0,064(4)	0,019(4)	0,012(3)	0,014(4)
Si13	0,0516(9)	0,0457(8)	0,059(1)	-0,0024(7)	0,0004(7)	-0,0020(7)

C131	0,076(4)	0,064(4)	0,060(4)	0,006(3)	0,001(3)	0,002(3)
C132	0,069(4)	0,050(3)	0,088(5)	-0,010(3)	-0,008(4)	-0,001(3)
C133	0,073(4)	0,063(4)	0,092(5)	0,013(4)	0,016(4)	-0,012(3)
In2	0,0295(4)	0,0255(4)	0,0262(4)	0,0014(3)	0,0076(3)	0,0014(4)
In21	0,0342(6)	0,0274(5)	0,0243(4)	0,0027(4)	0,0016(4)	-0,0046(4)
In22	0,0245(8)	0,0279(9)	0,0213(8)	-0,0030(6)	0,0011(7)	-0,0003(8)
C2	0,058(3)	0,034(2)	0,030(2)	0,006(2)	0,012(2)	-0,004(2)
Si21	0,069(1)	0,0379(7)	0,0363(7)	0,0004(6)	0,0022(7)	-0,0007(7)
C211	0,111(5)	0,051(3)	0,032(3)	0,007(2)	-0,002(3)	0,007(3)
C212	0,109(5)	0,043(3)	0,047(3)	-0,004(3)	0,007(3)	0,007(3)
C213	0,063(4)	0,068(4)	0,063(4)	-0,003(3)	0,000(3)	-0,014(3)
Si22	0,066(1)	0,0390(7)	0,0395(7)	-0,0017(6)	0,0154(7)	-0,0067(7)
C221	0,102(5)	0,046(3)	0,059(4)	0,008(3)	0,028(4)	-0,006(3)
C222	0,083(4)	0,054(3)	0,044(3)	-0,014(3)	0,022(3)	-0,018(3)
C223	0,081(4)	0,056(4)	0,062(4)	-0,007(3)	0,014(3)	0,007(3)
Si23	0,060(1)	0,063(1)	0,0464(9)	0,0092(7)	0,0106(7)	0,0028(8)
C231	0,059(4)	0,100(6)	0,075(5)	0,006(4)	-0,001(3)	-0,010(4)
C232	0,083(5)	0,079(5)	0,065(4)	0,011(3)	0,011(4)	0,031(4)
C233	0,084(5)	0,105(6)	0,066(4)	0,022(4)	0,034(4)	0,010(4)
In3	0,0281(4)	0,0320(5)	0,0300(4)	-0,0017(4)	0,0062(4)	-0,0033(3)
In31	0,0276(4)	0,0307(5)	0,0353(6)	-0,0088(4)	0,0040(4)	-0,0006(4)
In32	0,0311(8)	0,0262(7)	0,0246(8)	-0,0053(8)	0,0082(7)	-0,0045(7)
C3	0,036(2)	0,056(3)	0,046(3)	-0,018(2)	0,011(2)	0,002(2)
Si31	0,0434(9)	0,064(1)	0,0467(9)	-0,0210(8)	0,0035(7)	0,0011(8)
C311	0,082(6)	0,071(5)	0,054(4)	-0,002(4)	0,010(4)	0,005(4)
C312	0,060(4)	0,095(6)	0,052(4)	-0,033(4)	0,004(4)	-0,004(5)
C313	0,046(4)	0,101(7)	0,069(5)	-0,039(5)	-0,002(3)	0,015(4)
Si32	0,0362(8)	0,059(1)	0,0435(9)	-0,0136(7)	0,0061(6)	-0,0017(7)
C321	0,034(3)	0,055(4)	0,065(5)	-0,011(3)	0,005(3)	-0,009(3)
C322	0,050(4)	0,085(5)	0,066(5)	-0,039(4)	0,020(3)	-0,003(4)
C323	0,058(4)	0,101(7)	0,042(4)	0,002(4)	-0,002(3)	-0,005(4)
Si33	0,068(1)	0,059(1)	0,081(1)	-0,022(1)	0,035(1)	-0,016(1)
C331	0,14(1)	0,063(5)	0,073(6)	-0,014(4)	0,045(7)	-0,013(5)
C332	0,068(6)	0,075(6)	0,13(1)	-0,038(6)	0,029(6)	-0,028(5)
C333	0,093(6)	0,097(7)	0,121(8)	-0,022(6)	0,064(6)	-0,022(5)
Si3A	0,044(7)	0,052(8)	0,052(8)	-0,006(7)	-0,007(6)	0,014(6)
Si3B	0,049(8)	0,052(7)	0,06(1)	-0,007(6)	0,013(7)	0,004(6)
Si3C	0,030(6)	0,066(9)	0,048(7)	0,005(6)	0,003(5)	0,011(6)
In4	0,0362(5)	0,0274(4)	0,0280(4)	-0,0026(3)	0,0031(4)	-0,0062(4)
In41	0,0437(7)	0,0218(4)	0,0332(6)	-0,0030(4)	0,0110(4)	-0,0037(4)
In42	0,0316(9)	0,0265(8)	0,0237(8)	-0,0049(7)	0,0019(8)	0,0000(6)
C4	0,072(3)	0,038(3)	0,045(3)	-0,013(2)	0,012(2)	-0,019(2)
Si41	0,057(1)	0,046(1)	0,070(2)	-0,017(1)	0,012(1)	-0,011(1)
C411	0,10(2)	0,052(7)	0,13(1)	-0,034(7)	0,03(1)	-0,001(9)

C412	0,062(8)	0,09(1)	0,14(2)	-0,05(1)	0,020(8)	-0,020(8)
C413	0,078(7)	0,085(8)	0,060(5)	-0,013(5)	0,033(5)	-0,030(6)
Si42	0,071(2)	0,043(1)	0,083(2)	-0,004(1)	0,038(1)	-0,014(1)
C421	0,08(1)	0,061(7)	0,11(1)	-0,002(7)	-0,001(8)	0,003(7)
C422	0,17(2)	0,072(9)	0,20(2)	-0,014(9)	0,15(2)	-0,02(1)
C423	0,07(1)	0,065(6)	0,12(1)	-0,010(6)	0,012(8)	-0,026(6)
Si43	0,161(4)	0,043(1)	0,050(2)	-0,005(1)	0,001(2)	-0,019(2)
C431	0,30(2)	0,11(1)	0,048(9)	-0,028(8)	0,05(1)	-0,06(2)
C432	0,183(9)	0,08(1)	0,10(1)	0,000(8)	-0,071(9)	0,002(9)
C433	0,23(2)	0,044(5)	0,055(7)	0,002(5)	0,01(1)	-0,042(8)
Si4A	0,062(3)	0,048(3)	0,062(4)	-0,014(3)	0,014(3)	-0,011(3)
C4A1	0,06(3)	0,06(2)	0,17(3)	-0,06(2)	-0,01(3)	-0,01(2)
C4A2	0,06(2)	0,05(2)	0,07(2)	0,03(2)	-0,01(1)	0,01(1)
C4A3	0,05(1)	0,05(1)	0,09(1)	0,02(1)	0,027(9)	0,012(9)
Si4B	0,058(3)	0,055(3)	0,064(4)	-0,018(3)	0,011(3)	-0,016(3)
C4B1	0,07(2)	0,06(1)	0,04(1)	-0,03(1)	0,02(1)	-0,02(1)
C4B2	0,07(2)	0,07(1)	0,09(2)	-0,05(2)	0,03(2)	-0,03(1)
C4B3	0,08(2)	0,08(2)	0,05(1)	-0,04(1)	0,02(1)	-0,02(1)
Si4C	0,125(6)	0,046(3)	0,077(4)	-0,020(3)	0,061(4)	-0,046(4)
C4C1	0,10(2)	0,11(3)	0,15(3)	-0,04(3)	0,08(2)	-0,06(2)
C4C2	0,24(3)	0,03(1)	0,04(1)	0,032(9)	0,03(2)	0,01(2)
C4C3	0,22(5)	0,047(9)	0,08(2)	0,03(1)	0,01(3)	-0,04(2)
F1	0,020(2)	0,025(2)	0,026(2)	-0,004(1)	0,001(1)	0,001(1)
F2	0,042(2)	0,050(2)	0,039(2)	-0,012(2)	-0,001(2)	-0,010(2)
F3	0,043(2)	0,041(2)	0,034(2)	-0,002(2)	0,014(2)	-0,003(2)
F4	0,032(2)	0,017(1)	0,018(2)	0,001(1)	0,005(1)	-0,004(1)
F5	0,053(3)	0,048(2)	0,036(2)	0,003(2)	0,003(2)	0,001(2)
F6	0,057(3)	0,042(2)	0,056(3)	-0,009(2)	0,015(2)	-0,006(2)

Tabelle 11.4: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **6**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,1170	-0,0072	0,0825	0,086
H11B	0,1214	-0,1103	0,1002	0,086
H11C	0,1697	-0,0413	0,1390	0,086
H11D	0,0975	-0,1787	0,2091	0,083
H11E	0,0667	-0,1228	0,2540	0,083
H11F	0,1376	-0,1082	0,2550	0,083
H11G	-0,0191	-0,0119	0,0904	0,080
H11H	-0,0348	-0,0559	0,1492	0,080
H11I	-0,0069	-0,1155	0,1039	0,080

H12A	-0,0749	0,1058	0,1558	0,076
H12B	-0,0470	0,2040	0,1600	0,076
H12C	-0,0883	0,1742	0,2051	0,076
H12D	0,0020	0,2178	0,3194	0,091
H12E	0,0516	0,2562	0,2857	0,091
H12F	0,0708	0,1801	0,3361	0,091
H12G	-0,0230	-0,0333	0,2530	0,093
H12H	-0,0442	0,0328	0,2994	0,093
H12I	0,0248	-0,0040	0,3147	0,093
H13A	0,0458	0,2126	0,0417	0,083
H13B	-0,0043	0,1677	0,0719	0,083
H13C	0,0454	0,1072	0,0507	0,083
H13D	0,1111	0,3050	0,2132	0,089
H13E	0,0402	0,3026	0,1773	0,089
H13F	0,0909	0,3374	0,1438	0,089
H13G	0,1877	0,1138	0,1339	0,092
H13H	0,2020	0,2040	0,1720	0,092
H13I	0,1762	0,2074	0,0997	0,092
H21A	0,2419	-0,0923	0,6488	0,082
H21B	0,3108	-0,0557	0,6708	0,082
H21C	0,2968	-0,1422	0,6286	0,082
H21D	0,2321	0,1408	0,5522	0,082
H21E	0,2719	0,1282	0,6206	0,082
H21F	0,2025	0,0936	0,6016	0,082
H21G	0,3662	-0,0460	0,5451	0,081
H21H	0,3724	0,0436	0,5842	0,081
H21I	0,3411	0,0457	0,5127	0,081
H22A	0,1482	-0,2638	0,5181	0,081
H22B	0,2039	-0,2441	0,5758	0,081
H22C	0,2086	-0,3245	0,5309	0,081
H22D	0,1907	-0,2837	0,3992	0,071
H22E	0,2332	-0,2091	0,3800	0,071
H22F	0,1642	-0,1858	0,3823	0,071
H22G	0,3212	-0,2736	0,4961	0,080
H22H	0,3321	-0,1992	0,5481	0,080
H22I	0,3352	-0,1733	0,4804	0,080
H23A	0,0296	-0,1012	0,4416	0,097
H23B	0,0810	-0,1769	0,4491	0,097
H23C	0,0774	-0,1004	0,3993	0,097
H23D	0,1155	0,0967	0,4442	0,092
H23E	0,1163	0,1145	0,5141	0,092
H23F	0,0552	0,0785	0,4683	0,092
H23G	0,0678	-0,0535	0,5751	0,099
H23H	0,1382	-0,0337	0,6076	0,099

H23I	0,1172	-0,1321	0,5851	0,099
H31A	0,3931	-0,2590	0,3259	0,084
H31B	0,3588	-0,2083	0,3704	0,084
H31C	0,4242	-0,2539	0,3974	0,084
H31D	0,4154	-0,0312	0,4342	0,085
H31E	0,4811	-0,0005	0,4256	0,085
H31F	0,4747	-0,0917	0,4598	0,085
H31G	0,5398	-0,1830	0,3683	0,090
H31H	0,5404	-0,0921	0,3318	0,090
H31I	0,5099	-0,1792	0,2966	0,090
H32A	0,2535	-0,1391	0,2479	0,063
H32B	0,2974	-0,2232	0,2679	0,063
H32C	0,2595	-0,2126	0,1986	0,063
H32D	0,3817	-0,2303	0,1568	0,079
H32E	0,4144	-0,2455	0,2272	0,079
H32F	0,4394	-0,1706	0,1892	0,079
H32G	0,2940	-0,0877	0,1131	0,083
H32H	0,3496	-0,0189	0,1328	0,083
H32I	0,2875	-0,0037	0,1543	0,083
H33A	0,3613	0,1260	0,1798	0,107
H33B	0,4084	0,1978	0,2170	0,107
H33C	0,3534	0,1616	0,2441	0,107
H33D	0,4624	0,1291	0,3581	0,110
H33E	0,5075	0,1602	0,3171	0,110
H33F	0,5180	0,0665	0,3514	0,110
H33G	0,5187	-0,0190	0,2295	0,117
H33H	0,5028	0,0727	0,1934	0,117
H33I	0,4606	-0,0127	0,1723	0,117
H3A1	0,4347	-0,0720	0,4242	0,124
H3A2	0,4643	0,0250	0,4364	0,124
H3A3	0,5078	-0,0603	0,4424	0,124
H3A4	0,5260	0,0903	0,2969	0,065
H3A5	0,5247	0,1137	0,3656	0,065
H3A6	0,4658	0,1334	0,3111	0,065
H3A7	0,5065	-0,1609	0,3019	0,099
H3A8	0,5579	-0,1204	0,3571	0,099
H3A9	0,5485	-0,0800	0,2900	0,099
H3B1	0,2622	-0,1524	0,2879	0,091
H3B2	0,2702	-0,2470	0,2586	0,091
H3B3	0,2616	-0,1595	0,2172	0,091
H3B4	0,3670	-0,2564	0,3666	0,127
H3B5	0,4211	-0,1847	0,3835	0,127
H3B6	0,4298	-0,2724	0,3466	0,127
H3B7	0,4425	-0,2277	0,2291	0,094

H3B8	0,3817	-0,2025	0,1783	0,094
H3B9	0,3838	-0,2918	0,2170	0,094
H3C1	0,4738	-0,0684	0,1868	0,164
H3C2	0,4930	0,0302	0,2101	0,164
H3C3	0,4587	0,0132	0,1404	0,164
H3C4	0,3431	-0,0548	0,1035	0,122
H3C5	0,2890	-0,0089	0,1275	0,122
H3C6	0,3148	-0,1040	0,1532	0,122
H3C7	0,3246	0,1442	0,1814	0,031
H3C8	0,3934	0,1640	0,1767	0,031
H3C9	0,3782	0,1568	0,2420	0,031
H41A	0,2366	0,5321	0,4306	0,109
H41B	0,2894	0,5272	0,4924	0,109
H41C	0,2188	0,5171	0,4942	0,109
H41D	0,1548	0,3415	0,3965	0,117
H41E	0,1476	0,3649	0,4634	0,117
H41F	0,1731	0,2697	0,4500	0,117
H41G	0,2990	0,2661	0,5348	0,086
H41H	0,2680	0,3415	0,5673	0,086
H41I	0,3339	0,3583	0,5536	0,086
H42A	0,3908	0,2419	0,5155	0,107
H42B	0,4582	0,2553	0,5047	0,107
H42C	0,4095	0,1934	0,4597	0,107
H42D	0,4155	0,2970	0,3431	0,156
H42E	0,4742	0,3383	0,3898	0,156
H42F	0,4241	0,4024	0,3485	0,156
H42G	0,4136	0,5024	0,4556	0,105
H42H	0,4579	0,4401	0,5046	0,105
H42I	0,3896	0,4609	0,5107	0,105
H43A	0,2657	0,3922	0,2228	0,179
H43B	0,2817	0,3032	0,2622	0,179
H43C	0,3343	0,3748	0,2620	0,179
H43D	0,1766	0,4711	0,2636	0,166
H43E	0,1783	0,4982	0,3324	0,166
H43F	0,1641	0,3978	0,3103	0,166
H43G	0,3028	0,5691	0,2989	0,140
H43H	0,3583	0,5265	0,3490	0,140
H43I	0,3020	0,5718	0,3694	0,140
H4A1	0,2815	0,5365	0,4603	0,123
H4A2	0,2490	0,4869	0,5067	0,123
H4A3	0,2089	0,5459	0,4527	0,123
H4A4	0,1722	0,2711	0,4244	0,075
H4A5	0,1390	0,3564	0,4439	0,075
H4A6	0,1986	0,3157	0,4897	0,075

H4A7	0,1997	0,4969	0,3221	0,072
H4A8	0,1398	0,4555	0,3380	0,072
H4A9	0,1806	0,3963	0,3042	0,072
H4B1	0,4539	0,2555	0,4686	0,067
H4B2	0,3947	0,1942	0,4445	0,067
H4B3	0,4243	0,2030	0,5160	0,067
H4B4	0,4449	0,4263	0,5378	0,091
H4B5	0,3856	0,4861	0,5103	0,091
H4B6	0,4291	0,4550	0,4677	0,091
H4B7	0,3526	0,3232	0,5833	0,082
H4B8	0,3123	0,2474	0,5428	0,082
H4B9	0,2876	0,3475	0,5389	0,082
H4C1	0,4433	0,3619	0,3892	0,135
H4C2	0,4361	0,3735	0,3175	0,135
H4C3	0,4142	0,2836	0,3435	0,135
H4C4	0,3221	0,3754	0,2326	0,127
H4C5	0,2603	0,4133	0,2465	0,127
H4C6	0,2775	0,3106	0,2580	0,127
H4C7	0,3088	0,5529	0,3380	0,146
H4C8	0,3711	0,5429	0,3161	0,146
H4C9	0,3727	0,5392	0,3871	0,146

Tabelle 11.5: Nicht in Tab. 3.2 (S. 28) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **6**

In11-F1	2,135(3)	F1-In1-F2	86,74(1)
In11-F5	2,158(4)	F1-In1-C1	104,9(2)
In11-C1	2,221(5)	F2-In1-C1	104,1(2)
In11-In41	2,824(1)	F1-In1-In2	92,60(9)
In12-C1	2,179(5)	F2-In1-In2	94,1(1)
In12-F5	2,183(5)	C1-In1-In2	155,3(2)
In12-F2	2,212(4)	F1-In11-F5	88,0(2)
In12-In32	2,789(2)	F1-In11-C1	106,0(2)
C1-Si12	1,879(5)	F5-In11-C1	101,5(2)
C1-Si11	1,884(5)	F1-In11-In41	92,32(9)
C1-Si13	1,898(6)	F5-In11-In41	92,6(1)
Si11-C111	1,848(7)	C1-In11-In41	157,1(1)
Si11-C113	1,858(6)	C1-In12-F5	102,1(2)
Si11-C112	1,870(6)	C1-In12-F2	104,4(2)
Si12-C123	1,859(7)	F5-In12-F2	86,4(2)
Si12-C121	1,872(5)	C1-In12-In32	159,6(2)
Si12-C122	1,881(7)	F5-In12-In32	92,1(1)
Si13-C133	1,860(7)	F2-In12-In32	91,0(1)

Si13-C131	1,867(6)	Si12-C1-Si11	113,4(3)
Si13-C132	1,871(6)	Si12-C1-Si13	113,4(3)
In21-F4	2,123(3)	Si11-C1-Si13	112,3(3)
In21-F5	2,181(4)	Si12-C1-In12	119,7(3)
In21-C2	2,207(4)	Si11-C1-In12	95,4(2)
In21-In31	2,806(1)	Si13-C1-In12	101,1(2)
In22-F5	2,098(4)	Si12-C1-In11	104,3(2)
In22-F3	2,209(4)	Si11-C1-In11	116,2(2)
In22-C2	2,216(5)	Si13-C1-In11	96,0(2)
In22-In42	2,796(3)	Si12-C1-In1	98,0(2)
C2-Si21	1,874(5)	Si11-C1-In1	101,8(2)
C2-Si23	1,892(5)	Si13-C1-In1	116,8(2)
C2-Si22	1,897(5)	C111-Si11-C113	106,3(3)
Si21-C211	1,870(5)	C111-Si11-C112	104,1(3)
Si21-C213	1,868(6)	C113-Si11-C112	107,4(3)
Si21-C212	1,876(6)	C111-Si11-C1	114,0(3)
Si22-C223	1,865(6)	C113-Si11-C1	112,0(3)
Si22-C222	1,870(5)	C112-Si11-C1	112,5(3)
Si22-C221	1,881(5)	C123-Si12-C121	106,7(3)
Si23-C231	1,856(7)	C123-Si12-C1	113,0(3)
Si23-C233	1,877(6)	C121-Si12-C1	112,3(3)
Si23-C232	1,873(6)	C123-Si12-C122	104,3(3)
In31-F1	2,139(3)	C121-Si12-C122	108,2(3)
In31-F6	2,153(4)	C1-Si12-C122	112,0(3)
In31-C3	2,204(5)	C133-Si13-C131	107,9(3)
In32-F3	2,180(4)	C133-Si13-C132	104,1(3)
In32-F6	2,184(5)	C131-Si13-C132	106,6(3)
In32-C3	2,234(5)	C133-Si13-C1	111,9(3)
C3-Si3A	1,85(1)	C131-Si13-C1	112,6(3)
C3-Si33	1,865(6)	C132-Si13-C1	113,2(3)
C3-Si32	1,878(5)	F3-In2-F4	88,4(1)
C3-Si3B	1,89(1)	F3-In2-C2	103,7(2)
C3-Si31	1,911(6)	F4-In2-C2	104,5(2)
C3-Si3C	1,95(1)	F3-In2-In1	92,1(1)
Si31-C311	1,873(8)	F4-In2-In1	91,61(9)
Si31-C313	1,880(7)	C2-In2-In1	157,5(1)
Si32-C323	1,865(8)	F4-In21-F5	88,4(1)
Si31-C312	1,889(6)	F4-In21-C2	105,3(2)
Si32-C322	1,874(6)	F5-In21-C2	104,3(2)
Si32-C321	1,868(7)	F4-In21-In31	92,89(9)
Si33-C331	1,86(1)	F5-In21-In31	92,9(1)
Si33-C332	1,88(1)	C2-In21-In31	155,2(1)
Si33-C333	1,877(8)	F5-In22-F3	88,3(2)
Si3A-C3A1	1,88(2)	F5-In22-C2	106,8(2)

Si3A-C3A3	1,87(2)	F3-In22-C2	100,9(2)
Si3A-C3A2	1,88(2)	F5-In22-In42	93,3(1)
Si3B-C3B3	1,86(2)	F3-In22-In42	93,4(1)
Si3B-C3B1	1,88(2)	C2-In22-In42	155,5(1)
Si3B-C3B2	1,88(2)	Si21-C2-Si23	113,3(2)
Si3C-C3C2	1,85(2)	Si21-C2-Si22	113,0(2)
Si3C-C3C1	1,86(2)	Si23-C2-Si22	112,3(2)
Si3C-C3C3	1,87(2)	Si21-C2-In2	114,3(2)
In41-F4	2,151(3)	Si23-C2-In2	96,7(2)
In41-F6	2,161(5)	Si22-C2-In2	106,0(2)
In41-C4	2,196(5)	Si21-C2-In21	102,4(2)
In42-F2	2,125(4)	Si23-C2-In21	117,4(2)
In42-F6	2,159(5)	Si22-C2-In21	97,2(2)
In42-C4	2,229(5)	Si21-C2-In22	95,0(2)
C4-Si4A	1,795(7)	Si23-C2-In22	104,0(2)
C4-Si42	1,830(6)	Si22-C2-In22	117,9(2)
C4-Si41	1,889(5)	C211-Si21-C2	112,7(2)
C4-Si4C	1,879(7)	C211-Si21-C213	107,7(3)
C4-Si43	1,940(6)	C2-Si21-C213	112,0(3)
C4-Si4B	1,961(7)	C211-Si21-C212	106,8(3)
Si41-C413	1,87(1)	C2-Si21-C212	111,7(3)
Si41-C411	1,87(1)	C213-Si21-C212	105,6(3)
Si41-C412	1,87(1)	C223-Si22-C222	104,7(3)
Si42-C423	1,87(1)	C223-Si22-C221	106,4(3)
Si42-C422	1,88(1)	C222-Si22-C221	108,3(3)
Si42-C421	1,89(1)	C223-Si22-C2	112,7(3)
Si43-C432	1,83(1)	C222-Si22-C2	112,4(2)
Si43-C431	1,87(1)	C221-Si22-C2	112,0(2)
Si43-C433	1,88(1)	C231-Si23-C233	107,1(3)
Si4A-C4A1	1,88(1)	C231-Si23-C232	104,8(3)
Si4A-C4A3	1,89(1)	C233-Si23-C232	106,5(3)
Si4A-C4A2	1,89(1)	C231-Si23-C2	112,4(3)
Si4B-C4B3	1,85(1)	C233-Si23-C2	112,6(3)
Si4B-C4B2	1,86(2)	C232-Si23-C2	112,9(3)
Si4B-C4B1	1,87(1)	F1-In3-F3	87,0(1)
Si4C-C4C2	1,86(2)	F1-In3-C3	104,9(2)
Si4C-C4C1	1,87(2)	F3-In3-C3	106,2(2)
Si4C-C4C3	1,87(1)	F1-In3-In4	91,80(9)
		F3-In3-In4	93,2(1)
		C3-In3-In4	154,8(1)
		F1-In31-F6	88,5(2)
		F1-In31-C3	104,4(2)
		F6-In31-C3	104,5(2)
		F1-In31-In21	91,9(1)

F6-In31-In21	90,4(1)
C3-In31-In21	158,1(2)
F3-In32-F6	86,8(2)
F3-In32-C3	103,4(2)
F6-In32-C3	102,4(2)
F3-In32-In12	93,5(1)
F6-In32-In12	94,7(1)
C3-In32-In12	156,4(2)
Si33-C3-Si32	114,1(3)
Si3A-C3-Si3B	112,7(7)
Si33-C3-Si31	113,2(3)
Si32-C3-Si31	111,5(3)
Si3A-C3-Si3C	110,7(7)
Si3B-C3-Si3C	111,1(7)
Si3A-C3-In3	104,5(5)
Si33-C3-In3	94,3(2)
Si32-C3-In3	114,1(2)
Si3B-C3-In3	114,6(5)
Si31-C3-In3	108,4(2)
Si3C-C3-In3	102,7(5)
Si3A-C3-In31	109,7(5)
Si33-C3-In31	114,0(2)
Si32-C3-In31	105,4(2)
Si3B-C3-In31	95,4(5)
Si31-C3-In31	97,1(2)
Si3C-C3-In31	116,5(5)
Si3A-C3-In32	125,6(5)
Si33-C3-In32	105,5(2)
Si32-C3-In32	92,8(2)
Si3B-C3-In32	99,5(5)
Si31-C3-In32	118,1(2)
Si3C-C3-In32	95,8(4)
C311-Si31-C313	107,0(5)
C311-Si31-C312	105,7(5)
C313-Si31-C312	108,3(4)
C311-Si31-C3	112,3(3)
C313-Si31-C3	111,4(3)
C312-Si31-C3	111,8(3)
C323-Si32-C322	105,6(5)
C323-Si32-C321	107,2(4)
C322-Si32-C321	107,5(4)
C323-Si32-C3	111,8(3)
C322-Si32-C3	111,8(3)
C321-Si32-C3	112,6(3)

C331-Si33-C3	113,3(4)
C331-Si33-C332	104,5(5)
C3-Si33-C332	111,4(4)
C331-Si33-C333	106,2(5)
C3-Si33-C333	113,8(4)
C332-Si33-C333	107,0(5)
C3-Si3A-C3A1	112(2)
C3-Si3A-C3A3	112(2)
C3A1-Si3A-C3A3	108(2)
C3-Si3A-C3A2	112(2)
C3A1-Si3A-C3A2	106(2)
C3A3-Si3A-C3A2	107(2)
C3B3-Si3B-C3B1	107(2)
C3B3-Si3B-C3B2	105(2)
C3B1-Si3B-C3B2	107 (2)
C3B3-Si3B-C3	114(2)
C3B1-Si3B-C3	112(2)
C3B2-Si3B-C3	111(2)
C3C2-Si3C-C3C1	106(2)
C3C2-Si3C-C3C3	109(2)
C3C1-Si3C-C3C3	107 (2)
C3C2-Si3C-C3	114(2)
C3C1-Si3C-C3	108(2)
C3C3-Si3C-C3	112(1)
F4-In4-F2	87,4(1)
F4-In4-C4	105,0(2)
F2-In4-C4	102,6(2)
F4-In4-In3	92,03(9)
F2-In4-In3	92,5(1)
C4-In4-In3	157,6(1)
F4-In41-F6	85,5(2)
F4-In41-C4	105,5(2)
F6-In41-C4	103,7(2)
F4-In41-In11	92,07(9)
F6-In41-In11	92,2(1)
C4-In41-In11	157,0(2)
F2-In42-F6	89,1(2)
F2-In42-C4	104,6(2)
F6-In42-C4	102,7(2)
Si42-C4-Si41	113,8(3)
Si4A-C4-Si4C	117,1(4)
Si42-C4-Si43	114,6(3)
Si41-C4-Si43	109,1(3)
Si4A-C4-Si4B	112,2(4)

Si4C-C4-Si4B	110,7(4)
Si43-C4-Si4B	145,8(3)
Si4A-C4-In41	96,7(3)
Si42-C4-In41	118,3(3)
Si41-C4-In41	103,0(2)
Si4C-C4-In41	104,1(3)
Si43-C4-In41	96,3(2)
Si4B-C4-In41	115,3(3)
Si4A-C4-In4	117,5(3)
Si42-C4-In4	96,5(2)
Si41-C4-In4	115,2(2)
Si4C-C4-In4	98,3(3)
Si43-C4-In4	107,3(2)
Si4B-C4-In4	99,1(3)
Si4A-C4-In42	99,6(3)
Si42-C4-In42	108,1(3)
Si41-C4-In42	93,7(2)
Si4C-C4-In42	118,8(3)
Si43-C4-In42	116,0(2)
Si4B-C4-In42	96,5(3)
C413-Si41-C411	107,4(8)
C413-Si41-C412	106,8(7)
C411-Si41-C412	107,3(8)
C413-Si41-C4	110,6(4)
C411-Si41-C4	111,4(6)
C412-Si41-C4	113,0(6)
C4-Si42-C423	113,4(7)
C4-Si42-C422	112,8(6)
C423-Si42-C422	105,5(8)
C4-Si42-C421	113,4(6)
C423-Si42-C421	105,5(7)
C422-Si42-C421	105,5(7)
C432-Si43-C431	106,2(8)
C432-Si43-C433	106,5(7)
C431-Si43-C433	106,7(8)
C432-Si43-C4	116,9(5)
C431-Si43-C4	108,4(7)
C433-Si43-C4	111,6(5)
C4-Si4A-C4A1	115(1)
C4-Si4A-C4A3	109,6(7)
C4A1-Si4A-C4A3	107(2)
C4-Si4A-C4A2	114(1)
C4A1-Si4A-C4A2	104(1)
C4A3-Si4A-C4A2	107(1)

C4B3-Si4B-C4B2	108(1)
C4B3-Si4B-C4B1	107(1)
C4B2-Si4B-C4B1	110(1)
C4B3-Si4B-C4	110,1(8)
C4B2-Si4B-C4	111(1)
C4B1-Si4B-C4	111(1)
C4C2-Si4C-C4C1	105(2)
C4C2-Si4C-C4C3	108(1)
C4C1-Si4C-C4C3	106(2)
C4C2-Si4C-C4	114(1)
C4C1-Si4C-C4	110(1)
C4C3-Si4C-C4	114(1)
In11-F1-In31	118,9(2)
In3-F1-In1	117,9(2)
In1-F2-In4	115,6(2)
In42-F2-In12	117,9(2)
In2-F3-In3	117,7(2)
In32-F3-In22	114,4(2)
In21-F4-In41	118,3(1)
In4-F4-In2	118,5(1)
In11-F5-In21	115,8(2)
In22-F5-In12	118,4(2)
In31-F6-In41	118,4(2)
In42-F6-In32	116,3(2)

Kristalldaten zur Struktur von 8

Tabelle 11.6: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 8

Kristalldaten:	
Formel	$C_{42}H_{92}In_2O_4Si_6$
Formelgewicht [g/mol]	1059,34
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$C2/c$
Z	8
Messtemperatur [K]	293(2)
Dichte [g/cm ³]	1,288
a [pm]	5126,1(4)
b [pm]	1206,39(9)
c [pm]	1851,4(1)
α [°]	90
β [°]	107,334(2)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	10929(1)
μ [mm ⁻¹]	1,009
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	$0,04 \times 0,13 \times 0,16$
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	$0,83 \leq 2\theta \leq 31,28$
	$-72 \leq h \leq 72$
Gem. Bereich des reziproken Raumes	$-17 \leq k \leq 17$
	$-26 \leq l \leq 26$
Symmetrieunabhängige Reflexe	16614
Messwerte $F > 4\sigma(F)$	10271
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	517
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 } (F > 4\sigma(F))$	0,0528
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,1152
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-1,02
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,879

Tabelle 11.7: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **8**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,152517(5)	0,31192(2)	0,03297(2)	0,01642(7)
In2	0,098917(5)	0,38788(2)	-0,02690(2)	0,01600(7)
C1	0,17138(8)	0,1812(3)	0,1164(2)	0,0183(8)
Si11	0,15956(2)	0,2212(1)	0,19997(7)	0,0254(3)
C111	0,1224(1)	0,1928(5)	0,1847(3)	0,039(1)
C112	0,1638(1)	0,3742(4)	0,2176(3)	0,031(1)
C113	0,1780(1)	0,1508(4)	0,2911(3)	0,038(1)
Si12	0,20987(2)	0,1809(1)	0,14299(7)	0,0266(3)
C121	0,22293(9)	0,1940(4)	0,0592(3)	0,033(1)
C122	0,22657(9)	0,2965(4)	0,2084(3)	0,037(1)
C123	0,2244(1)	0,0480(4)	0,1929(3)	0,039(1)
Si13	0,15628(3)	0,0484(1)	0,07050(7)	0,0270(3)
C131	0,1746(1)	-0,0133(4)	0,0068(3)	0,042(1)
C132	0,1206(1)	0,0681(4)	0,0067(3)	0,037(1)
C133	0,1546(1)	-0,0626(4)	0,1402(3)	0,043(1)
C2	0,08036(7)	0,5546(3)	-0,0520(2)	0,0171(8)
Si21	0,07269(2)	0,6011(1)	0,03625(7)	0,0230(2)
C211	0,09764(9)	0,5415(4)	0,1232(3)	0,032(1)
C212	0,03877(9)	0,5543(4)	0,0424(3)	0,033(1)
C213	0,0730(1)	0,7554(4)	0,0471(3)	0,037(1)
Si22	0,10850(2)	0,6370(1)	-0,07196(8)	0,0241(3)
C221	0,13686(9)	0,6653(4)	0,0167(3)	0,035(1)
C222	0,1249(1)	0,5616(4)	-0,1356(3)	0,036(1)
C223	0,0980(1)	0,7753(4)	-0,1177(3)	0,038(1)
Si23	0,04867(2)	0,5529(1)	-0,13644(7)	0,0234(3)
C231	0,02378(9)	0,4402(4)	-0,1336(3)	0,031(1)
C232	0,0293(1)	0,6874(4)	-0,1451(3)	0,038(1)
C233	0,0568(1)	0,5332(4)	-0,2272(3)	0,034(1)
O11	0,16399(6)	0,2801(2)	-0,0668(2)	0,0231(6)
O12	0,18275(5)	0,4431(2)	0,0518(2)	0,0205(6)
C11	0,17945(8)	0,3362(4)	-0,0958(2)	0,0216(9)
CT1	0,18107(9)	0,2918(4)	-0,1714(2)	0,0252(9)
CT11	0,1520(1)	0,2991(5)	-0,2266(3)	0,042(1)
CT12	0,2003(1)	0,3542(5)	-0,2047(3)	0,036(1)
CT13	0,1904(1)	0,1711(4)	-0,1597(3)	0,045(1)
C12	0,19427(8)	0,4299(4)	-0,0628(2)	0,0234(9)
C13	0,19604(8)	0,4761(3)	0,0077(2)	0,0207(8)
CT2	0,21607(8)	0,5728(4)	0,0364(3)	0,0249(9)
CT21	0,24523(9)	0,5274(4)	0,0517(3)	0,043(1)
CT22	0,2111(1)	0,6648(4)	-0,0232(3)	0,039(1)

CT23	0,2131(1)	0,6214(4)	0,1095(3)	0,034(1)
O21	0,08194(6)	0,2837(2)	-0,1236(2)	0,0235(6)
O22	0,07138(6)	0,2990(2)	0,0217(2)	0,0227(6)
C21	0,06585(8)	0,1997(4)	-0,1300(2)	0,0223(9)
CT3	0,06006(9)	0,1369(4)	-0,2053(3)	0,029(1)
CT31	0,0431(1)	0,2117(5)	-0,2674(3)	0,058(2)
CT32	0,0869(1)	0,1115(7)	-0,2199(4)	0,079(3)
CT33	0,0447(1)	0,0283(5)	-0,2067(3)	0,054(2)
C22	0,05366(9)	0,1669(4)	-0,0760(3)	0,0259(9)
C23	0,05641(8)	0,2157(3)	-0,0053(2)	0,0212(9)
CT4	0,03978(8)	0,1677(4)	0,0436(3)	0,0242(9)
CT41	0,0492(1)	0,0484(4)	0,0645(3)	0,037(1)
CT42	0,00947(9)	0,1677(4)	-0,0009(3)	0,037(1)
CT43	0,0439(1)	0,2338(4)	0,1159(3)	0,035(1)

Tabelle 11.8: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **8** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0.0156(1)	0.0168(1)	0.0169(2)	0.0004(1)	0.0047(1)	0.0006(1)
In2	0.0145(1)	0.0158(1)	0.0179(2)	-0.0004(1)	0.0051(1)	-0.0004(1)
C1	0.020(2)	0.018(2)	0.016(2)	0.002(2)	0.003(2)	0.001(2)
Si11	0.0281(6)	0.0262(6)	0.0216(6)	0.0008(5)	0.0069(5)	-0.0025(5)
C111	0.037(3)	0.048(3)	0.036(3)	0.003(2)	0.018(2)	-0.004(2)
C112	0.038(3)	0.026(2)	0.030(3)	-0.003(2)	0.012(2)	0.002(2)
C113	0.052(3)	0.042(3)	0.017(2)	0.004(2)	0.008(2)	-0.001(2)
Si12	0.0217(6)	0.0293(7)	0.0257(7)	0.0031(5)	0.0022(5)	0.0041(5)
C121	0.026(2)	0.039(3)	0.032(3)	0.005(2)	0.008(2)	0.011(2)
C122	0.026(2)	0.040(3)	0.039(3)	-0.001(2)	0.002(2)	-0.004(2)
C123	0.037(3)	0.038(3)	0.038(3)	0.013(2)	0.003(2)	0.013(2)
Si13	0.0330(7)	0.0197(6)	0.0233(7)	0.0014(5)	0.0010(5)	-0.0003(5)
C131	0.057(3)	0.028(3)	0.042(3)	-0.008(2)	0.013(3)	0.000(2)
C132	0.035(3)	0.025(2)	0.037(3)	-0.006(2)	-0.011(2)	-0.005(2)
C133	0.061(4)	0.026(3)	0.037(3)	0.006(2)	0.007(3)	-0.007(2)
C2	0.017(2)	0.018(2)	0.018(2)	0.001(2)	0.008(2)	0.001(1)
Si21	0.0240(6)	0.0230(6)	0.0237(6)	-0.0022(5)	0.0098(5)	0.0029(5)
C211	0.034(2)	0.037(3)	0.023(2)	-0.007(2)	0.008(2)	-0.002(2)
C212	0.029(2)	0.039(3)	0.036(3)	0.007(2)	0.019(2)	0.006(2)
C213	0.044(3)	0.029(3)	0.042(3)	-0.009(2)	0.019(2)	0.007(2)
Si22	0.0231(6)	0.0174(6)	0.0350(7)	0.0037(5)	0.0137(5)	0.0004(4)
C221	0.026(2)	0.027(3)	0.052(3)	-0.005(2)	0.010(2)	-0.010(2)
C222	0.033(2)	0.038(3)	0.044(3)	0.009(2)	0.023(2)	0.006(2)

C223	0.041(3)	0.025(2)	0.053(4)	0.007(2)	0.022(2)	0.006(2)
Si23	0.0193(5)	0.0266(6)	0.0222(6)	0.0027(5)	0.0029(5)	0.0032(5)
C231	0.021(2)	0.037(3)	0.033(3)	-0.005(2)	0.003(2)	-0.001(2)
C232	0.031(2)	0.041(3)	0.038(3)	0.005(2)	0.006(2)	0.008(2)
C233	0.039(3)	0.040(3)	0.022(2)	0.001(2)	0.008(2)	0.001(2)
O11	0.025(2)	0.023(2)	0.022(2)	-0.003(1)	0.008(1)	-0.004(1)
O12	0.022(1)	0.022(2)	0.020(2)	-0.002(1)	0.011(1)	-0.003(1)
C11	0.019(2)	0.025(2)	0.020(2)	0.003(2)	0.006(2)	0.008(2)
CT1	0.027(2)	0.031(2)	0.018(2)	0.002(2)	0.008(2)	0.010(2)
CT11	0.038(3)	0.061(4)	0.023(3)	-0.012(2)	0.004(2)	0.007(2)
CT12	0.042(3)	0.049(3)	0.023(3)	0.002(2)	0.017(2)	0.008(2)
CT13	0.077(4)	0.030(3)	0.032(3)	-0.002(2)	0.024(3)	0.022(3)
C12	0.023(2)	0.027(2)	0.023(2)	0.002(2)	0.012(2)	-0.003(2)
C13	0.018(2)	0.019(2)	0.026(2)	0.001(2)	0.007(2)	0.001(2)
CT2	0.020(2)	0.031(2)	0.025(2)	-0.002(2)	0.008(2)	-0.007(2)
CT21	0.025(2)	0.040(3)	0.064(4)	-0.015(3)	0.014(2)	-0.005(2)
CT22	0.048(3)	0.028(3)	0.044(3)	0.001(2)	0.017(3)	-0.013(2)
CT23	0.033(2)	0.033(3)	0.034(3)	-0.008(2)	0.008(2)	-0.013(2)
O21	0.024(2)	0.026(2)	0.018(2)	-0.004(1)	0.004(1)	-0.005(1)
O22	0.022(1)	0.022(2)	0.024(2)	-0.001(1)	0.007(1)	-0.004(1)
C21	0.020(2)	0.024(2)	0.018(2)	-0.002(2)	-0.001(2)	0.004(2)
CT3	0.029(2)	0.029(2)	0.028(3)	-0.007(2)	0.008(2)	-0.001(2)
CT31	0.080(5)	0.052(4)	0.025(3)	-0.009(3)	-0.009(3)	0.004(3)
CT32	0.043(3)	0.122(7)	0.075(5)	-0.070(5)	0.023(3)	-0.013(4)
CT33	0.085(5)	0.037(3)	0.038(3)	-0.019(3)	0.015(3)	-0.024(3)
C22	0.024(2)	0.022(2)	0.030(3)	-0.005(2)	0.007(2)	-0.007(2)
C23	0.016(2)	0.019(2)	0.027(2)	0.002(2)	0.005(2)	0.002(2)
CT4	0.022(2)	0.024(2)	0.029(2)	0.001(2)	0.011(2)	-0.008(2)
CT41	0.044(3)	0.029(3)	0.044(3)	0.009(2)	0.021(2)	-0.002(2)
CT42	0.030(2)	0.041(3)	0.045(3)	0.001(2)	0.018(2)	-0.005(2)
CT43	0.040(3)	0.033(3)	0.039(3)	-0.004(2)	0.025(2)	-0.009(2)

Tabelle 11.9: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **8**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,1175	0,2153	0,2287	0,047
H11B	0,1189	0,1150	0,1763	0,047
H11C	0,1117	0,2336	0,1415	0,047
H11D	0,1777	0,4018	0,1975	0,037
H11E	0,1689	0,3881	0,2711	0,037
H11F	0,1468	0,4111	0,1934	0,037

H11G	0,1970	0,1696	0,3050	0,045
H11H	0,1759	0,0719	0,2848	0,045
H11I	0,1704	0,1746	0,3301	0,045
H12A	0,2119	0,1496	0,0184	0,039
H12B	0,2415	0,1689	0,0726	0,039
H12C	0,2220	0,2702	0,0437	0,039
H12D	0,2461	0,2901	0,2205	0,044
H12E	0,2214	0,2920	0,2541	0,044
H12F	0,2208	0,3664	0,1842	0,044
H12G	0,2171	-0,0139	0,1607	0,047
H12H	0,2194	0,0416	0,2389	0,047
H12I	0,2439	0,0488	0,2045	0,047
H13A	0,1747	0,0387	-0,0325	0,051
H13B	0,1656	-0,0801	-0,0154	0,051
H13C	0,1931	-0,0301	0,0356	0,051
H13D	0,1097	0,1029	0,0344	0,044
H13E	0,1128	-0,0026	-0,0117	0,044
H13F	0,1209	0,1142	-0,0353	0,044
H13G	0,1728	-0,0822	0,1698	0,052
H13H	0,1456	-0,1267	0,1135	0,052
H13I	0,1447	-0,0355	0,1730	0,052
H21A	0,0947	0,4631	0,1251	0,038
H21B	0,0951	0,5759	0,1674	0,038
H21C	0,1159	0,5551	0,1218	0,038
H21D	0,0246	0,5839	0,0005	0,039
H21E	0,0363	0,5801	0,0889	0,039
H21F	0,0380	0,4748	0,0409	0,039
H21G	0,0904	0,7839	0,0464	0,045
H21H	0,0699	0,7742	0,0942	0,045
H21I	0,0589	0,7873	0,0061	0,045
H22A	0,1457	0,5968	0,0366	0,042
H22B	0,1295	0,6992	0,0534	0,042
H22C	0,1499	0,7142	0,0057	0,042
H22D	0,1123	0,5579	-0,1857	0,043
H22E	0,1296	0,4879	-0,1167	0,043
H22F	0,1411	0,6004	-0,1370	0,043
H22G	0,1138	0,8139	-0,1221	0,046
H22H	0,0894	0,8180	-0,0873	0,046
H22I	0,0853	0,7646	-0,1672	0,046
H23A	0,0056	0,4640	-0,1604	0,038
H23B	0,0249	0,4245	-0,0819	0,038
H23C	0,0281	0,3746	-0,1569	0,038
H23D	0,0400	0,7462	-0,1567	0,045
H23E	0,0257	0,7032	-0,0982	0,045

H23F	0,0124	0,6813	-0,1849	0,045
H23G	0,0661	0,5977	-0,2375	0,041
H23H	0,0401	0,5225	-0,2675	0,041
H23I	0,0683	0,4694	-0,2234	0,041
HT1A	0,1461	0,3750	-0,2311	0,050
HT1B	0,1398	0,2552	-0,2078	0,050
HT1C	0,1520	0,2719	-0,2753	0,050
HT1D	0,1952	0,4310	-0,2099	0,044
HT1E	0,1992	0,3240	-0,2535	0,044
HT1F	0,2186	0,3472	-0,1719	0,044
HT1G	0,1934	0,1433	-0,2052	0,054
HT1H	0,1766	0,1275	-0,1476	0,054
HT1I	0,2071	0,1666	-0,1190	0,054
H12	0,2044	0,4667	-0,0919	0,028
HT2A	0,2582	0,5850	0,0728	0,052
HT2B	0,2478	0,5022	0,0051	0,052
HT2C	0,2480	0,4667	0,0867	0,052
HT2D	0,1922	0,6852	-0,0384	0,047
HT2E	0,2160	0,6387	-0,0663	0,047
HT2F	0,2221	0,7282	-0,0021	0,047
HT2G	0,2264	0,6789	0,1272	0,041
HT2H	0,2160	0,5642	0,1471	0,041
HT2I	0,1951	0,6517	0,1003	0,041
HT3A	0,0264	0,2307	-0,2569	0,069
HT3B	0,0389	0,1738	-0,3150	0,069
HT3C	0,0532	0,2781	-0,2695	0,069
HT3D	0,0965	0,1793	-0,2210	0,095
HT3E	0,0834	0,0742	-0,2677	0,095
HT3F	0,0977	0,0647	-0,1803	0,095
HT3G	0,0552	-0,0195	-0,1672	0,065
HT3H	0,0419	-0,0072	-0,2548	0,065
HT3I	0,0273	0,0433	-0,1990	0,065
H22	0,0419	0,1032	-0,0883	0,031
HT4A	0,0684	0,0481	0,0914	0,045
HT4B	0,0460	0,0051	0,0192	0,045
HT4C	0,0392	0,0174	0,0959	0,045
HT4D	-0,0010	0,1413	0,0308	0,045
HT4E	0,0065	0,1202	-0,0442	0,045
HT4F	0,0038	0,2418	-0,0174	0,045
HT4G	0,0627	0,2304	0,1456	0,042
HT4H	0,0327	0,2032	0,1444	0,042
HT4I	0,0388	0,3096	0,1035	0,042

Tabelle 11.10: Nicht in Tab. 4.1 (S. 36) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **8**

C1-Si13	1,870(4)	Si13-C1-Si12	112,1(2)
C1-Si12	1,886(4)	Si13-C1-Si11	113,7(2)
C1-Si11	1,885(4)	Si12-C1-Si11	110,7(2)
Si11-C112	1,876(5)	Si13-C1-In1	104,9(2)
Si11-C111	1,872(5)	Si12-C1-In1	112,9(2)
Si11-C113	1,873(5)	Si11-C1-In1	102,1(2)
Si12-C121	1,870(5)	C112-Si11-C1	110,3(2)
Si12-C123	1,888(5)	C112-Si11-C111	105,4(2)
Si12-C122	1,878(5)	C1-Si11-C111	113,0(2)
Si13-C132	1,875(4)	C112-Si11-C113	106,8(2)
Si13-C131	1,868(5)	C1-Si11-C113	115,1(2)
Si13-C133	1,879(5)	C111-Si11-C113	105,6(2)
C2-Si21	1,877(4)	C121-Si12-C1	112,9(2)
C2-Si22	1,877(4)	C121-Si12-C123	107,0(2)
C2-Si23	1,889(4)	C1-Si12-C123	111,0(2)
Si21-C212	1,863(5)	C121-Si12-C122	105,4(2)
Si21-C211	1,876(5)	C1-Si12-C122	114,0(2)
Si21-C213	1,872(5)	C123-Si12-C122	106,1(2)
Si22-C222	1,874(5)	C1-Si13-C132	111,8(2)
Si22-C223	1,876(5)	C1-Si13-C131	114,2(2)
Si22-C221	1,872(5)	C132-Si13-C131	103,5(2)
Si23-C233	1,862(5)	C1-Si13-C133	113,3(2)
Si23-C231	1,875(5)	C132-Si13-C133	106,7(2)
Si23-C232	1,883(5)	C131-Si13-C133	106,5(3)
C11-CT1	1,525(6)	Si21-C2-Si22	112,7(2)
CT1-CT12	1,509(7)	Si21-C2-Si23	111,8(2)
CT1-CT13	1,528(6)	Si22-C2-Si23	111,4(2)
CT1-CT11	1,536(6)	Si21-C2-In2	106,1(2)
C13-CT2	1,540(6)	Si22-C2-In2	102,4(2)
CT2-CT23	1,522(6)	Si23-C2-In2	112,0(2)
CT2-CT22	1,532(7)	C2-Si21-C212	113,8(2)
CT2-CT21	1,537(6)	C2-Si21-C211	111,5(2)
C21-CT3	1,535(6)	C212-Si21-C211	104,0(2)
CT3-CT32	1,509(7)	C2-Si21-C213	113,1(2)
CT3-CT33	1,525(7)	C212-Si21-C213	105,9(2)
CT3-CT31	1,516(7)	C211-Si21-C213	107,9(2)
C23-CT4	1,531(6)	C222-Si22-C223	105,7(2)
CT4-CT43	1,518(6)	C222-Si22-C2	112,4(2)
CT4-CT41	1,530(6)	C223-Si22-C2	115,2(2)
CT4-CT42	1,527(6)	C222-Si22-C221	105,3(2)
		C223-Si22-C221	106,1(2)

C2-Si22-C221	111,4(2)
C233-Si23-C2	112,3(2)
C233-Si23-C231	105,6(2)
C2-Si23-C231	114,1(2)
C233-Si23-C232	106,6(2)
C2-Si23-C232	111,3(2)
C231-Si23-C232	106,3(2)
O11-C11-CT1	114,2(4)
C12-C11-CT1	121,0(4)
CT12-CT1-C11	114,8(4)
CT12-CT1-CT13	108,5(4)
C11-CT1-CT13	107,8(4)
CT12-CT1-CT11	108,7(4)
C11-CT1-CT11	106,4(4)
CT13-CT1-CT11	110,5(4)
O12-C13-CT2	116,4(4)
C12-C13-CT2	118,4(4)
CT23-CT2-CT22	108,8(4)
CT23-CT2-C13	111,5(4)
CT22-CT2-C13	110,4(4)
CT23-CT2-CT21	108,8(4)
CT22-CT2-CT21	109,5(4)
C13-CT2-CT21	107,8(4)
O21-C21-CT3	114,6(4)
C22-C21-CT3	120,5(4)
C21-CT3-CT32	108,9(4)
C21-CT3-CT33	113,5(4)
CT32-CT3-CT33	108,4(5)
C21-CT3-CT31	107,8(4)
CT32-CT3-CT31	109,4(5)
CT33-CT3-CT31	108,7(4)
O22-C23-CT4	116,3(4)
C22-C23-CT4	118,3(4)
CT43-CT4-C23	111,6(4)
CT43-CT4-CT41	108,8(4)
C23-CT4-CT41	108,4(4)
CT43-CT4-CT42	109,1(4)
C23-CT4-CT42	109,6(4)
CT41-CT4-CT42	109,3(4)

Kristalldaten zur Struktur von 9a

Tabelle 11.11: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 9a

Kristalldaten:	
Formel	$C_{53}H_{83}In_2O_4Si_6$
Formelgewicht [g/mol]	1182,37
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$
Z	2
Messtemperatur [K]	153
Dichte [g/cm ³]	1,263
a [pm]	1472,2(3)
b [pm]	1263,5(3)
c [pm]	1671,3(4)
α [°]	90
β [°]	91,176(4)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	3108,2(12)
μ [mm ⁻¹]	0,895
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,09 × 0,09 × 0,10
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,82 ≤ 30,10
	-20 ≤ h ≤ 20
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-17 ≤ k ≤ 17
	-23 ≤ l ≤ 23
Symmetrieunabhängige Reflexe	9072
Messwerte F > 4 σ (F)	7096
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	435
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,0662
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,1551
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,392
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-1,279

Tabelle 11.12: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m^2) für die Atome von **9a**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,95014(2)	0,58589(2)	0,02574(2)	0,0260(1)
C1	0,8224(3)	0,6002(3)	0,0905(2)	0,0283(8)
Si11	0,7553(1)	0,4848(2)	0,0538(1)	0,0367(4)
C111	0,7945(7)	0,3580(7)	0,0987(5)	0,047(2)
C112	0,767(1)	0,466(1)	-0,0566(8)	0,047(4)
C113	0,6305(6)	0,494(1)	0,0702(9)	0,052(3)
Si12	0,7624(1)	0,7292(1)	0,0686(1)	0,0354(4)
C121	0,836(1)	0,851(1)	0,075(1)	0,049(4)
C122	0,6682(7)	0,754(1)	0,1386(7)	0,052(3)
C123	0,7128(6)	0,7323(7)	-0,0349(5)	0,051(2)
Si13	0,8569(1)	0,5913(1)	0,2001(1)	0,0340(4)
C131	0,9573(8)	0,500(1)	0,212(1)	0,042(3)
C132	0,7639(8)	0,5469(9)	0,2666(7)	0,046(2)
C133	0,8982(6)	0,7186(6)	0,2435(5)	0,042(2)
Si1A	0,8044(3)	0,7332(3)	0,1344(2)	0,0299(9)
C1A1	0,832(2)	0,846(2)	0,068(2)	0,030(6)
C1A2	0,684(1)	0,757(2)	0,162(1)	0,030(4)
C1A3	0,877(1)	0,757(2)	0,226(1)	0,040(4)
Si1B	0,8345(3)	0,4961(3)	0,1693(2)	0,032(1)
C1B1	0,948(2)	0,494(3)	0,219(2)	0,039(7)
C1B2	0,816(2)	0,359(1)	0,131(1)	0,040(5)
C1B3	0,753(2)	0,515(2)	0,253(1)	0,036(5)
Si1C	0,7327(3)	0,5677(4)	0,0109(3)	0,036(1)
C1C1	0,701(2)	0,684(1)	-0,052(1)	0,050(5)
C1C2	0,624(2)	0,518(3)	0,051(2)	0,06(1)
C1C3	0,775(3)	0,470(3)	-0,063(2)	0,05(1)
O1	1,0392(2)	0,6992(2)	0,0816(2)	0,0327(6)
O2	0,9458(2)	0,6980(2)	-0,0703(2)	0,0307(6)
C21	1,1386(3)	0,8392(4)	0,1078(3)	0,0333(9)
C22	1,1640(3)	0,7914(4)	0,1788(3)	0,042(1)
C23	1,2220(4)	0,8407(5)	0,2318(3)	0,053(1)
C24	1,2551(4)	0,9399(5)	0,2149(3)	0,055(1)
C25	1,2299(4)	0,9879(5)	0,1463(4)	0,058(2)
C26	1,1716(4)	0,9396(4)	0,0925(3)	0,048(1)
C2	1,0732(3)	0,7829(3)	0,0532(2)	0,0275(8)
C3	1,0527(3)	0,8232(4)	-0,0230(2)	0,0326(9)
C4	0,9926(3)	0,7820(3)	-0,0796(2)	0,0267(8)
C41	0,9787(3)	0,8358(3)	-0,1581(2)	0,0294(8)
C42	0,9343(3)	0,7814(4)	-0,2183(3)	0,0372(1)
C43	0,9179(3)	0,8286(4)	-0,2917(3)	0,046(1)

C44	0,9446(3)	0,9316(4)	-0,3044(3)	0,044(1)
C45	0,9887(3)	0,9854(4)	-0,2448(3)	0,043(1)
C46	1,0066(3)	0,9387(4)	-0,1720(3)	0,038(1)
CH1	0,474(2)	0,957(2)	-0,022(1)	0,16(1)
CH2	0,433(2)	0,895(2)	0,017(2)	0,16(1)
CH3	0,384(2)	0,817(2)	-0,006(1)	0,14(1)

Tabelle 11.13: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **9a** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0272(2)	0,0244(2)	0,0264(2)	0,0016(1)	0,0041(1)	-0,0020(1)
C1	0,029(2)	0,027(2)	0,029(2)	0,001(2)	0,007(2)	-0,002(2)
Si11	0,0292(8)	0,0348(9)	0,046(1)	-0,0076(8)	0,0059(7)	-0,0049(7)
C111	0,056(5)	0,037(4)	0,051(6)	-0,003(4)	0,015(5)	-0,006(3)
C112	0,038(7)	0,062(8)	0,042(6)	-0,019(5)	-0,011(6)	-0,003(6)
C113	0,029(3)	0,053(6)	0,073(7)	-0,022(6)	0,006(4)	-0,015(4)
Si12	0,0352(9)	0,0330(9)	0,0380(9)	0,0022(7)	0,0050(7)	0,0064(7)
C121	0,065(9)	0,026(6)	0,057(8)	0,007(5)	0,005(6)	0,005(5)
C122	0,045(5)	0,055(6)	0,056(7)	-0,012(5)	0,005(4)	0,010(4)
C123	0,051(5)	0,050(5)	0,053(4)	0,003(4)	-0,008(3)	0,015(4)
Si13	0,0385(9)	0,0349(9)	0,0288(8)	0,0027(7)	0,0067(7)	-0,0009(7)
C131	0,045(5)	0,043(6)	0,039(7)	0,011(5)	-0,004(5)	0,007(5)
C132	0,049(5)	0,053(6)	0,037(5)	0,003(4)	0,009(4)	-0,010(4)
C133	0,043(5)	0,044(4)	0,040(4)	-0,008(3)	0,001(3)	-0,004(3)
Si1A	0,032(2)	0,027(2)	0,032(2)	-0,004(2)	0,008(2)	0,001(2)
C1A1	0,03(1)	0,04(1)	0,03(1)	-0,005(7)	0,014(8)	0,01(1)
C1A2	0,033(7)	0,024(8)	0,03(1)	0,000(7)	0,016(7)	-0,006(7)
C1A3	0,041(9)	0,04(1)	0,044(9)	-0,002(8)	0,001(7)	0,009(8)
Si1B	0,036(2)	0,028(2)	0,032(2)	0,003(2)	0,012(2)	0,001(2)
C1B1	0,037(8)	0,07(2)	0,02(1)	0,01(1)	0,014(7)	0,01(1)
C1B2	0,07(2)	0,028(7)	0,024(9)	-0,001(6)	0,026(9)	-0,005(8)
C1B3	0,041(8)	0,04(1)	0,026(9)	-0,013(7)	0,013(7)	-0,015(8)
Si1C	0,026(2)	0,047(3)	0,035(2)	-0,009(2)	0,002(2)	-0,003(2)
C1C1	0,06(1)	0,05(1)	0,04(1)	-0,001(7)	-0,006(8)	-0,01(1)
C1C2	0,05(1)	0,07(2)	0,08(2)	0,01(1)	0,03(1)	0,01(1)
C1C3	0,04(2)	0,06(2)	0,05(2)	-0,02(1)	-0,01(2)	0,01(2)
O1	0,037(2)	0,034(2)	0,028(1)	0,002(1)	-0,002(1)	-0,005(1)
O2	0,033(2)	0,030(2)	0,029(1)	0,002(1)	-0,001(1)	-0,005(1)
C21	0,031(2)	0,035(2)	0,034(2)	-0,007(2)	-0,003(2)	-0,001(2)
C22	0,041(2)	0,047(3)	0,038(2)	-0,003(2)	-0,009(2)	0,001(2)
C23	0,049(3)	0,066(4)	0,042(3)	-0,006(3)	-0,016(2)	0,006(3)

C24	0,047(3)	0,068(4)	0,049(3)	-0,022(3)	-0,013(2)	-0,007(3)
C25	0,063(4)	0,054(3)	0,058(3)	-0,010(3)	-0,008(3)	-0,023(3)
C26	0,053(3)	0,049(3)	0,042(3)	0,002(2)	-0,006(2)	-0,012(2)
C2	0,028(2)	0,028(2)	0,026(2)	-0,005(2)	0,001(2)	0,001(2)
C3	0,032(2)	0,033(2)	0,032(2)	-0,001(2)	0,001(2)	-0,004(2)
C4	0,029(2)	0,023(2)	0,028(2)	0,002(2)	0,005(2)	0,001(1)
C41	0,028(2)	0,033(2)	0,028(2)	0,005(2)	0,003(2)	0,004(2)
C42	0,044(2)	0,033(2)	0,034(2)	0,006(2)	-0,008(2)	-0,002(2)
C43	0,045(3)	0,058(3)	0,034(2)	0,006(2)	-0,009(2)	-0,007(2)
C44	0,036(2)	0,054(3)	0,042(3)	0,018(2)	0,003(2)	0,000(2)
C45	0,044(3)	0,039(3)	0,047(3)	0,016(2)	0,003(2)	-0,003(2)
C46	0,039(2)	0,033(2)	0,043(3)	0,004(2)	0,001(2)	-0,007(2)
CH1	0,22(4)	0,17(3)	0,07(2)	0,06(2)	0,01(2)	0,02(2)
CH2	0,20(3)	0,14(3)	0,14(3)	0,00(2)	0,07(2)	0,04(2)
CH3	0,24(3)	0,11(2)	0,06(1)	0,01(1)	-0,01(1)	-0,05(2)

Tabelle 11.14: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **9a**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,7832	0,3584	0,1551	0,057
H11B	0,8584	0,3497	0,0904	0,057
H11C	0,7622	0,3003	0,0739	0,057
H11D	0,7250	0,4132	-0,0752	0,057
H11E	0,8280	0,4441	-0,0678	0,057
H11F	0,7545	0,5319	-0,0836	0,057
H11G	0,6194	0,4930	0,1266	0,062
H11H	0,6006	0,4343	0,0453	0,062
H11I	0,6074	0,5581	0,0472	0,062
H12A	0,7986	0,9125	0,0781	0,059
H12B	0,8730	0,8549	0,0283	0,059
H12C	0,8748	0,8465	0,1219	0,059
H12D	0,6248	0,6976	0,1345	0,063
H12E	0,6391	0,8198	0,1251	0,063
H12F	0,6922	0,7576	0,1924	0,063
H12G	0,6784	0,6689	-0,0445	0,062
H12H	0,7608	0,7371	-0,0727	0,062
H12I	0,6736	0,7927	-0,0407	0,062
H13A	1,0058	0,5242	0,1795	0,051
H13B	0,9400	0,4296	0,1963	0,051
H13C	0,9773	0,4992	0,2673	0,051
H13D	0,7870	0,5407	0,3206	0,055

H13E	0,7414	0,4794	0,2487	0,055
H13F	0,7155	0,5978	0,2648	0,055
H13G	0,8495	0,7692	0,2427	0,051
H13H	0,9474	0,7449	0,2124	0,051
H13I	0,9188	0,7073	0,2976	0,051
H1A1	0,8948	0,8408	0,0528	0,036
H1A2	0,8224	0,9110	0,0953	0,036
H1A3	0,7941	0,8428	0,0205	0,036
H1A4	0,6457	0,7569	0,1145	0,036
H1A5	0,6788	0,8247	0,1881	0,036
H1A6	0,6640	0,7025	0,1976	0,036
H1A7	0,8691	0,6994	0,2628	0,048
H1A8	0,8588	0,8219	0,2507	0,048
H1A9	0,9392	0,7613	0,2112	0,048
H1B1	0,9871	0,4462	0,1907	0,046
H1B2	0,9429	0,4713	0,2731	0,046
H1B3	0,9740	0,5640	0,2176	0,046
H1B4	0,8594	0,3435	0,0907	0,048
H1B5	0,7556	0,3531	0,1084	0,048
H1B6	0,8230	0,3094	0,1743	0,048
H1B7	0,7608	0,4587	0,2914	0,043
H1B8	0,6917	0,5134	0,2320	0,043
H1B9	0,7642	0,5816	0,2787	0,043
H1C1	0,7518	0,7046	-0,0834	0,060
H1C2	0,6835	0,7416	-0,0184	0,060
H1C3	0,6508	0,6653	-0,0871	0,060
H1C4	0,5821	0,5039	0,0070	0,076
H1C5	0,5982	0,5706	0,0851	0,076
H1C6	0,6346	0,4542	0,0804	0,076
H1C7	0,7966	0,4076	-0,0350	0,059
H1C8	0,8243	0,5002	-0,0919	0,059
H1C9	0,7270	0,4504	-0,0994	0,059
H22	1,1407	0,7225	0,1913	0,051
H23	1,2395	0,8061	0,2809	0,063
H24	1,2961	0,9745	0,2519	0,066
H25	1,2530	1,0571	0,1346	0,070
H26	1,1537	0,9756	0,0441	0,058
H3	1,0839	0,8868	-0,0377	0,039
H42	0,9146	0,7100	-0,2093	0,045
H43	0,8879	0,7896	-0,3338	0,055
H44	0,9322	0,9651	-0,3550	0,053
H45	1,0075	1,0571	-0,2538	0,052
H46	1,0385	0,9774	-0,1307	0,046
HH1A	0,4317	0,9904	-0,0587	0,187

HH1B	0,5163	0,9182	-0,0540	0,187
HH2A	0,3936	0,9368	0,0489	0,193
HH2B	0,4773	0,8648	0,0531	0,193
HH3A	0,3384	0,8407	-0,0434	0,164
HH3B	0,3562	0,7850	0,0392	0,164
HH3C	0,4220	0,7651	-0,0317	0,164

Tabelle 11.15: Nicht in Tab. 4.2 (S. 39) aufgeführte Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **9a**

C1-Si1A	1,854(5)	Si1A-C1-Si1B	111,8(3)
C1-Si11	1,859(4)	Si11-C1-Si12	111,7(2)
C1-Si1B	1,867(5)	Si11-C1-Si13	113,8(2)
C1-Si12	1,886(4)	Si12-C1-Si13	110,8(2)
C1-Si13	1,893(4)	Si1A-C1-Si1C	111,7(3)
C1-Si1C	1,901(5)	Si1B-C1-Si1C	113,3(3)
Si11-C111	1,856(9)	Si1A-C1-In1	113,6(2)
Si11-C113	1,87(1)	Si11-C1-In1	103,1(2)
Si11-C112	1,87(1)	Si1B-C1-In1	102,7(2)
Si12-C122	1,86(1)	Si12-C1-In1	112,2(2)
Si12-C123	1,864(9)	Si13-C1-In1	104,9(2)
Si12-C121	1,88(2)	Si1C-C1-In1	103,1(2)
Si13-C133	1,862(8)	C111-Si11-C1	112,6(3)
Si13-C132	1,87(1)	C111-Si11-C113	106,9(5)
Si13-C131	1,88(1)	C1-Si11-C113	115,0(4)
Si1A-C1A1	1,86(2)	C111-Si11-C112	104,9(5)
Si1A-C1A3	1,87(1)	C1-Si11-C112	111,4(6)
Si1A-C1A2	1,87(2)	C113-Si11-C112	105,3(6)
Si1B-C1B1	1,85(2)	C122-Si12-C123	107,3(5)
Si1B-C1B2	1,87(1)	C122-Si12-C1	112,1(5)
Si1B-C1B3	1,88(2)	C123-Si12-C1	111,8(3)
Si1C-C1C1	1,86(2)	C122-Si12-C121	105,3(7)
Si1C-C1C2	1,86(2)	C123-Si12-C121	104,5(6)
Si1C-C1C3	1,87(2)	C1-Si12-C121	115,2(5)
C21-C22	1,376(6)	C133-Si13-C132	105,4(4)
C21-C26	1,383(7)	C133-Si13-C131	103,8(5)
C21-C2	1,493(6)	C132-Si13-C131	109,6(6)
C22-C23	1,368(7)	C133-Si13-C1	113,8(3)
C23-C24	1,375(8)	C132-Si13-C1	114,1(4)
C24-C25	1,343(8)	C131-Si13-C1	109,6(5)
C25-C26	1,373(7)	C1A1-Si1A-C1	115(1)
C4-C41	1,488(5)	C1A1-Si1A-C1A3	104(1)
C41-C42	1,372(6)	C1-Si1A-C1A3	112,6(6)

C41-C46	1,384(6)	C1A1-Si1A-C1A2	104(1)
C42-C43	1,381(6)	C1-Si1A-C1A2	112,8(8)
C43-C44	1,377(7)	C1A3-Si1A-C1A2	107,5(9)
C44-C45	1,359(7)	C1B1-Si1B-C1	113(1)
C45-C46	1,374(6)	C1B1-Si1B-C1B2	105(1)
CH1-CH2	1,19(3)	C1-Si1B-C1B2	113,7(6)
CH1-CH1	1,52(5)	C1B1-Si1B-C1B3	105(1)
CH2-CH3	1,27(3)	C1-Si1B-C1B3	112,6(9)
		C1B2-Si1B-C1B3	106,2(8)
		C1C1-Si1C-C1C2	105(1)
		C1C1-Si1C-C1C3	104(1)
		C1C2-Si1C-C1C3	109(1)
		C1C1-Si1C-C1	112,9(6)
		C1C2-Si1C-C1	115(1)
		C1C3-Si1C-C1	112(1)
		C22-C21-C26	118,1(4)
		C22-C21-C2	118,6(4)
		C26-C21-C2	123,3(4)
		C23-C22-C21	120,9(5)
		C22-C23-C24	120,1(5)
		C25-C24-C23	119,6(5)
		C24-C25-C26	121,1(6)
		C25-C26-C21	120,3(5)
		O1-C2-C21	115,1(4)
		C3-C2-C21	120,4(4)
		O2-C4-C41	115,0(4)
		C3-C4-C41	120,4(4)
		C42-C41-C46	119,1(4)
		C42-C41-C4	118,2(4)
		C46-C41-C4	122,7(4)
		C41-C42-C43	120,5(4)
		C44-C43-C42	120,0(5)
		C45-C44-C43	119,6(5)
		C44-C45-C46	120,9(5)
		C45-C46-C41	120,0(5)
		CH2-CH1-CH1	117(3)
		CH1-CH2-CH3	129(3)

Kristalldaten zur Struktur von 9b

Tabelle 11.16: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 9b

Kristalldaten:	
Formel	$C_{50}H_{76}In_2O_4Si_6$
Formelgewicht [g/mol]	1139,29
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$C2/c$
Z	8
Messtemperatur [K]	153(2)
Dichte [g/cm ³]	1,346
a [pm]	2598,9(6)
b [pm]	1226,5(3)
c [pm]	3662,6(8)
α [°]	90
β [°]	105,570(4)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	11246(4)
μ [mm ⁻¹]	0,987
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,06 × 0,12 × 0,13
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,15 ≤ 30,08
	-36 ≤ h ≤ 36
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-17 ≤ k ≤ 17
	-51 ≤ l ≤ 51
Symmetrieunabhängige Reflexe	16368
Messwerte F > 4 σ (F)	11883
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	695
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,1079
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,203
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,888
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-2,703

Tabelle 11.17: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **9b**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,13196(2)	0,71454(4)	0,10395(1)	0,0217(1)
C1	0,1502(2)	0,5779(5)	0,0704(2)	0,019(1)
Si11	0,10997(8)	0,4644(2)	0,08313(6)	0,0278(4)
C111	0,1265(4)	0,3264(6)	0,0683(3)	0,049(2)
C112	0,1191(3)	0,4547(7)	0,1360(2)	0,037(2)
C113	0,0367(3)	0,4842(6)	0,0627(2)	0,036(2)
Si12	0,22382(8)	0,5475(2)	0,08375(6)	0,0299(4)
C121	0,2471(3)	0,4737(7)	0,1300(3)	0,047(2)
C122	0,2675(3)	0,6694(7)	0,0880(3)	0,040(2)
C123	0,2416(3)	0,4576(7)	0,0481(3)	0,044(2)
Si13	0,12565(8)	0,6220(2)	0,01944(5)	0,0285(4)
C131	0,0642(3)	0,7090(7)	0,0112(2)	0,042(2)
C132	0,1735(4)	0,7090(8)	0,0022(2)	0,045(2)
C133	0,1092(3)	0,5029(8)	-0,0138(2)	0,043(2)
O11	0,1982(2)	0,7254(4)	0,1543(1)	0,031(1)
O12	0,1666(2)	0,8547(4)	0,0848(1)	0,025(1)
C31	0,2671(3)	0,7983(7)	0,2031(2)	0,034(2)
C32	0,2888(3)	0,8884(7)	0,2242(2)	0,041(2)
C33	0,3245(4)	0,8774(9)	0,2596(2)	0,055(3)
C34	0,3380(5)	0,779(1)	0,2742(3)	0,077(4)
C35	0,3162(6)	0,685(1)	0,2540(3)	0,094(5)
C36	0,2799(5)	0,6959(8)	0,2188(3)	0,070(4)
C3	0,2296(3)	0,8047(6)	0,1646(2)	0,025(1)
C4	0,2341(3)	0,8933(6)	0,1418(2)	0,026(1)
C5	0,2067(3)	0,9100(6)	0,1039(2)	0,025(1)
C51	0,2248(3)	0,9960(5)	0,0823(2)	0,027(2)
C52	0,2785(3)	1,0267(6)	0,0912(2)	0,031(2)
C53	0,2956(3)	1,1048(7)	0,0707(2)	0,042(2)
C54	0,2597(4)	1,1567(7)	0,0415(2)	0,043(2)
C55	0,2066(4)	1,1260(7)	0,0319(2)	0,040(2)
C56	0,1895(4)	1,0483(7)	0,0520(3)	0,043(2)
In2	0,05048(2)	0,79031(4)	0,13181(1)	0,0216(1)
C2	-0,0012(2)	0,9342(5)	0,1263(1)	0,021(1)
Si21	0,0437(1)	1,0471(3)	0,1524(1)	0,0265(8)
C211	0,1130(5)	1,032(2)	0,1479(7)	0,036(5)
C212	0,0517(7)	1,048(2)	0,2049(3)	0,041(4)
C213	0,0198(9)	1,186(1)	0,1349(5)	0,047(5)
Si22	-0,0249(1)	0,9562(3)	0,0747(1)	0,0300(8)
C221	-0,048(1)	0,827(2)	0,0480(6)	0,042(6)
C222	0,0301(7)	1,007(2)	0,0539(5)	0,043(5)

C223	-0,0816(5)	1,054(1)	0,0588(5)	0,044(4)
Si23	-0,0579(1)	0,9080(3)	0,1493(1)	0,0254(8)
C231	-0,037(1)	0,840(2)	0,1964(5)	0,038(7)
C232	-0,0915(6)	1,038(1)	0,1560(6)	0,039(4)
C233	-0,1102(6)	0,817(2)	0,1190(4)	0,038(4)
Si2A	-0,0176(2)	0,9596(4)	0,1720(1)	0,030(1)
C2A1	-0,039(1)	0,835(2)	0,1936(8)	0,04(1)
C2A2	-0,0760(8)	1,056(2)	0,1660(9)	0,049(7)
C2A3	0,0383(8)	1,023(2)	0,2092(5)	0,042(6)
Si2B	-0,0616(2)	0,9007(4)	0,0864(1)	0,028(1)
C2B1	-0,045(1)	0,815(2)	0,0492(7)	0,041(8)
C2B2	-0,1118(8)	0,819(2)	0,1033(7)	0,043(6)
C2B3	-0,0962(8)	1,025(2)	0,0627(7)	0,036(5)
Si2C	0,0407(2)	1,0469(4)	0,1130(1)	0,027(1)
C2C1	0,1108(6)	1,042(3)	0,1430(9)	0,042(9)
C2C2	0,045(1)	1,032(2)	0,0627(4)	0,034(5)
C2C3	0,015(1)	1,187(1)	0,1172(8)	0,052(7)
O21	0,0876(2)	0,7697(4)	0,1913(1)	0,030(1)
O22	0,0027(2)	0,6522(4)	0,1387(1)	0,025(1)
C61	0,1245(3)	0,6873(6)	0,2501(2)	0,027(2)
C62	0,1174(3)	0,6241(6)	0,2790(2)	0,033(2)
C63	0,1522(3)	0,6306(7)	0,3143(2)	0,037(2)
C64	0,1954(4)	0,6963(8)	0,3210(2)	0,050(2)
C65	0,2032(4)	0,761(1)	0,2924(3)	0,074(4)
C66	0,1670(4)	0,7568(9)	0,2568(2)	0,058(3)
C6	0,0863(3)	0,6860(5)	0,2109(2)	0,023(1)
C7	0,0524(3)	0,5969(5)	0,2000(2)	0,023(1)
C8	0,0119(3)	0,5866(5)	0,1667(2)	0,021(1)
C81	-0,0268(3)	0,4935(5)	0,1623(2)	0,025(1)
C82	-0,0608(3)	0,4734(6)	0,1268(2)	0,030(2)
C83	-0,0990(3)	0,3924(6)	0,1215(2)	0,034(2)
C84	-0,1045(3)	0,3323(6)	0,1520(2)	0,034(2)
C85	-0,0706(4)	0,3505(6)	0,1868(3)	0,042(2)
C86	-0,0321(3)	0,4297(6)	0,1920(2)	0,034(2)

Tabelle 11.18: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **9b** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0212(2)	0,0215(2)	0,0208(2)	-0,0013(2)	0,0028(2)	-0,0009(2)
C1	0,013(3)	0,027(3)	0,015(3)	-0,002(2)	0,000(2)	-0,001(2)
Si11	0,028(1)	0,0229(9)	0,034(1)	-0,0057(8)	0,0105(8)	-0,0015(8)

C111	0,057(6)	0,026(4)	0,067(6)	-0,017(4)	0,022(5)	-0,006(4)
C112	0,051(5)	0,041(4)	0,024(4)	0,003(3)	0,020(3)	0,001(4)
C113	0,028(4)	0,040(4)	0,040(4)	-0,017(4)	0,009(3)	-0,013(3)
Si12	0,0196(9)	0,032(1)	0,036(1)	-0,0083(9)	0,0038(8)	0,0019(8)
C121	0,038(5)	0,044(5)	0,050(5)	0,002(4)	-0,002(4)	0,014(4)
C122	0,015(3)	0,053(5)	0,050(5)	-0,012(4)	0,003(3)	0,000(3)
C123	0,032(4)	0,041(5)	0,063(6)	-0,022(4)	0,018(4)	0,005(4)
Si13	0,027(1)	0,040(1)	0,0176(9)	-0,0029(8)	0,0029(7)	0,0008(9)
C131	0,043(5)	0,053(5)	0,026(4)	0,005(4)	0,004(3)	0,013(4)
C132	0,051(5)	0,054(5)	0,032(4)	0,005(4)	0,017(4)	-0,004(4)
C133	0,036(4)	0,060(6)	0,030(4)	-0,015(4)	0,003(3)	0,003(4)
O11	0,024(2)	0,036(3)	0,035(3)	0,008(2)	0,012(2)	-0,008(2)
O12	0,024(2)	0,028(2)	0,019(2)	0,005(2)	-0,003(2)	-0,004(2)
C31	0,035(4)	0,040(4)	0,021(3)	0,003(3)	-0,004(3)	-0,006(3)
C32	0,044(5)	0,047(5)	0,023(4)	-0,003(3)	-0,004(3)	-0,019(4)
C33	0,064(6)	0,066(6)	0,020(4)	-0,003(4)	-0,015(4)	-0,014(5)
C34	0,089(9)	0,068(8)	0,044(6)	-0,005(5)	-0,033(6)	-0,005(7)
C35	0,15(1)	0,063(7)	0,036(6)	-0,005(5)	-0,040(7)	0,023(8)
C36	0,097(9)	0,042(5)	0,039(5)	-0,005(4)	-0,035(5)	0,013(5)
C3	0,025(3)	0,026(4)	0,022(3)	0,000(3)	0,003(3)	-0,001(3)
C4	0,026(3)	0,029(4)	0,019(3)	0,004(3)	0,001(3)	-0,004(3)
C5	0,025(3)	0,025(3)	0,022(3)	0,005(3)	0,003(3)	0,003(3)
C51	0,034(4)	0,019(3)	0,031(4)	-0,005(3)	0,011(3)	0,000(3)
C52	0,030(4)	0,045(4)	0,017(3)	-0,005(3)	0,002(3)	-0,006(3)
C53	0,042(5)	0,046(5)	0,036(4)	-0,005(4)	0,008(4)	-0,022(4)
C54	0,061(6)	0,031(4)	0,042(5)	-0,001(4)	0,024(4)	-0,012(4)
C55	0,049(5)	0,038(4)	0,034(4)	0,013(4)	0,013(4)	0,003(4)
C56	0,045(5)	0,043(5)	0,044(5)	0,011(4)	0,018(4)	0,008(4)
In2	0,0233(2)	0,0192(2)	0,0218(2)	0,0001(2)	0,0049(2)	-0,0011(2)
C2	0,027(3)	0,018(3)	0,020(3)	0,001(2)	0,010(3)	-0,001(2)
Si21	0,025(2)	0,021(2)	0,037(2)	-0,009(1)	0,014(1)	-0,005(1)
C211	0,028(8)	0,04(1)	0,05(1)	-0,02(1)	0,018(8)	-0,005(8)
C212	0,04(1)	0,05(1)	0,042(6)	-0,025(6)	0,022(7)	-0,014(8)
C213	0,05(1)	0,024(7)	0,08(1)	0,001(7)	0,04(1)	0,004(6)
Si22	0,029(2)	0,033(2)	0,027(2)	0,012(1)	0,004(1)	0,003(1)
C221	0,03(1)	0,05(1)	0,04(2)	-0,01(1)	0,01(1)	-0,009(8)
C222	0,05(1)	0,05(1)	0,04(1)	0,012(8)	0,021(9)	-0,007(8)
C223	0,038(8)	0,05(1)	0,039(9)	0,033(8)	0,003(8)	0,016(8)
Si23	0,021(2)	0,022(2)	0,035(2)	-0,004(1)	0,011(1)	-0,005(1)
C231	0,04(2)	0,03(1)	0,04(1)	-0,001(8)	0,01(1)	-0,003(9)
C232	0,025(8)	0,036(8)	0,06(1)	-0,004(7)	0,021(8)	0,001(6)
C233	0,029(8)	0,040(9)	0,046(9)	-0,008(8)	0,009(7)	-0,012(7)
Si2A	0,037(3)	0,025(2)	0,034(3)	-0,003(2)	0,019(2)	-0,005(2)
C2A1	0,05(2)	0,04(1)	0,07(2)	0,01(1)	0,05(2)	-0,01(1)

C2A2	0,04(1)	0,03(1)	0,08(2)	-0,01(1)	0,03(1)	-0,004(9)
C2A3	0,04(1)	0,06(2)	0,03(1)	-0,01(1)	0,030(7)	-0,02(1)
Si2B	0,024(2)	0,025(2)	0,033(3)	0,001(2)	0,001(2)	0,001(2)
C2B1	0,04(2)	0,04(1)	0,04(2)	-0,01(1)	-0,01(1)	0,01(1)
C2B2	0,02(1)	0,03(1)	0,07(2)	0,1(1)	-0,01(1)	-0,011(8)
C2B3	0,03(1)	0,03(1)	0,04(1)	0,009(8)	0,017(9)	0,002(8)
Si2C	0,023(2)	0,023(2)	0,038(3)	-0,003(2)	0,012(2)	-0,007(2)
C2C1	0,03(1)	0,05(2)	0,04(1)	-0,014(2)	-0,002(9)	-0,03(1)
C2C2	0,04(1)	0,04(1)	0,025(8)	0,009(9)	0,007(9)	-0,01(1)
C2C3	0,08(2)	0,017(8)	0,07(2)	0,01(1)	0,04(2)	-0,005(9)
O21	0,036(3)	0,029(3)	0,021(2)	-0,003(2)	0,004(2)	-0,011(2)
O22	0,026(2)	0,030(3)	0,014(2)	-0,001(2)	-0,002(2)	-0,005(2)
C61	0,030(4)	0,027(4)	0,019(3)	-0,006(3)	0,002(3)	-0,003(3)
C62	0,040(4)	0,028(4)	0,025(4)	0,005(3)	0,000(3)	-0,002(3)
C63	0,044(5)	0,037(4)	0,023(4)	0,008(3)	-0,002(3)	0,005(4)
C64	0,053(6)	0,061(6)	0,029(4)	0,000(4)	-0,002(4)	-0,005(5)
C65	0,065(7)	0,11(1)	0,031(5)	0,001(5)	-0,009(4)	-0,061(7)
C66	0,061(6)	0,082(7)	0,025(4)	0,004(4)	0,003(4)	-0,038(5)
C6	0,023(3)	0,028(3)	0,019(3)	0,000(3)	0,007(3)	-0,001(3)
C7	0,025(3)	0,025(3)	0,016(3)	0,003(2)	0,000(2)	0,002(3)
C8	0,025(3)	0,019(3)	0,019(3)	-0,004(2)	0,004(3)	-0,003(3)
C81	0,023(3)	0,021(3)	0,026(3)	-0,004(3)	0,000(3)	-0,001(3)
C82	0,028(4)	0,026(4)	0,034(4)	-0,003(3)	0,006(3)	-0,003(3)
C83	0,031(4)	0,026(4)	0,041(4)	-0,004(3)	0,003(3)	-0,002(3)
C84	0,030(4)	0,022(3)	0,052(5)	-0,009(3)	0,014(4)	-0,010(3)
C85	0,053(5)	0,026(4)	0,049(5)	0,007(4)	0,020(4)	-0,008(4)
C86	0,054(5)	0,032(4)	0,015(3)	0,003(3)	0,005(3)	-0,003(4)

Tabelle 11.19: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **9b**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,1221	0,3259	0,0414	0,058
H11B	0,1030	0,2735	0,0746	0,058
H11C	0,1628	0,3088	0,0812	0,058
H11D	0,1539	0,4259	0,1479	0,044
H11E	0,0924	0,4073	0,1409	0,044
H11F	0,1157	0,5259	0,1459	0,044
H11G	0,0258	0,5502	0,0726	0,044
H11H	0,0179	0,4235	0,0695	0,044
H11I	0,0289	0,4890	0,0356	0,044
H12A	0,2846	0,4582	0,1350	0,056

H12B	0,2277	0,4066	0,1288	0,056
H12C	0,2410	0,5184	0,1500	0,056
H12D	0,3037	0,6466	0,0910	0,048
H12E	0,2654	0,7115	0,1096	0,048
H12F	0,2559	0,7131	0,0655	0,048
H12G	0,2375	0,4971	0,0249	0,053
H12H	0,2185	0,3951	0,0436	0,053
H12I	0,2780	0,4342	0,0575	0,053
H13A	0,0368	0,6697	0,0188	0,050
H13B	0,0519	0,7270	-0,0152	0,050
H13C	0,0725	0,7747	0,0258	0,050
H13D	0,1819	0,7730	0,0178	0,054
H13E	0,1575	0,7300	-0,0236	0,054
H13F	0,2056	0,6686	0,0037	0,054
H13G	0,1410	0,4613	-0,0123	0,052
H13H	0,0950	0,5289	-0,0392	0,052
H13I	0,0832	0,4576	-0,0069	0,052
H32	0,2791	0,9600	0,2141	0,049
H33	0,3396	0,9411	0,2737	0,066
H34	0,3628	0,7718	0,2987	0,092
H35	0,3264	0,6142	0,2645	0,113
H36	0,2635	0,6323	0,2053	0,084
H4	0,2590	0,9492	0,1534	0,031
H52	0,3038	0,9923	0,1120	0,038
H53	0,3328	1,1235	0,0766	0,050
H54	0,2714	1,2142	0,0278	0,052
H55	0,1817	1,1602	0,0109	0,048
H56	0,1523	1,0286	0,0452	0,051
H21A	0,1344	1,0920	0,1600	0,044
H21B	0,1123	1,0298	0,1216	0,044
H21C	0,1281	0,9649	0,1599	0,044
H21D	0,0707	0,9835	0,2160	0,049
H21E	0,0171	1,0485	0,2096	0,049
H21F	0,0714	1,1113	0,2159	0,049
H21G	-0,0145	1,1987	0,1392	0,057
H21H	0,0169	1,1903	0,1082	0,057
H21I	0,0448	1,2393	0,1482	0,057
H22A	-0,0187	0,7767	0,0519	0,051
H22B	-0,0612	0,8427	0,0215	0,051
H22C	-0,0761	0,7950	0,0570	0,051
H22D	0,0445	1,0735	0,0661	0,052
H22E	0,0158	1,0191	0,0272	0,052
H22F	0,0579	0,9529	0,0579	0,052
H22G	-0,1106	1,0315	0,0687	0,052

H22H	-0,0932	1,0550	0,0316	0,052
H22I	-0,0701	1,1256	0,0680	0,052
H23A	-0,0070	0,8786	0,2124	0,046
H23B	-0,0264	0,7662	0,1933	0,046
H23C	-0,0659	0,8401	0,2079	0,046
H23D	-0,1191	1,0234	0,1682	0,046
H23E	-0,1068	1,0713	0,1317	0,046
H23F	-0,0657	1,0870	0,1714	0,046
H23G	-0,0949	0,7474	0,1165	0,046
H23H	-0,1236	0,8497	0,0944	0,046
H23I	-0,1390	0,8086	0,1306	0,046
H2A1	-0,0508	0,7803	0,1744	0,051
H2A2	-0,0677	0,8534	0,2044	0,051
H2A3	-0,0094	0,8073	0,2131	0,051
H2A4	-0,0677	1,1239	0,1561	0,058
H2A5	-0,0831	1,0675	0,1901	0,058
H2A6	-0,1070	1,0243	0,1487	0,058
H2A7	0,0666	0,9707	0,2173	0,050
H2A8	0,0255	1,0441	0,2304	0,050
H2A9	0,0513	1,0855	0,1989	0,050
H2B1	-0,0767	0,8008	0,0293	0,049
H2B2	-0,0298	0,7470	0,0602	0,049
H2B3	-0,0194	0,8523	0,0390	0,049
H2B4	-0,1438	0,8113	0,0830	0,052
H2B5	-0,1201	0,8567	0,1241	0,052
H2B6	-0,0973	0,7489	0,1115	0,052
H2B7	-0,0710	1,0708	0,0552	0,043
H2B8	-0,1115	1,0636	0,0800	0,043
H2B9	-0,1239	1,0039	0,0407	0,043
H2C1	0,1331	1,0846	0,1314	0,050
H2C2	0,1230	0,9679	0,1455	0,050
H2C3	0,1125	1,0712	0,1677	0,050
H2C4	0,0631	1,0943	0,0560	0,041
H2C5	0,0099	1,0269	0,0459	0,041
H2C6	0,0649	0,9672	0,0606	0,041
H2C7	0,0157	1,2008	0,1431	0,062
H2C8	-0,0217	1,1915	0,1018	0,062
H2C9	0,0361	1,2391	0,1087	0,062
H62	0,0878	0,5745	0,2745	0,039
H63	0,1458	0,5879	0,3346	0,044
H64	0,2205	0,6978	0,3456	0,060
H65	0,2335	0,8086	0,2970	0,089
H66	0,1719	0,8031	0,2369	0,069
H7	0,0576	0,5365	0,2172	0,028

H82	-0,0578	0,5163	0,1056	0,036
H83	-0,1217	0,3779	0,0966	0,041
H84	-0,1321	0,2782	0,1488	0,041
H85	-0,0736	0,3072	0,2080	0,050
H86	-0,0085	0,4410	0,2168	0,041

Tabelle 11.20: Nicht in Tab. 4.3 (S. 41) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **9b**

C1-Si11	1,873(6)	Si11-C1-Si12	112,6(3)
C1-Si12	1,881(6)	Si11-C1-Si13	113,4(3)
C1-Si13	1,883(6)	Si12-C1-Si13	111,4(3)
Si11-C111	1,863(7)	Si11-C1-In1	102,0(3)
Si11-C113	1,864(7)	Si12-C1-In1	111,2(3)
Si11-C112	1,889(7)	Si13-C1-In1	105,6(3)
Si12-C122	1,858(8)	C111-Si11-C113	106,9(4)
Si12-C123	1,859(8)	C111-Si11-C1	114,5(4)
Si12-C121	1,873(9)	C113-Si11-C1	112,4(3)
Si13-C132	1,871(8)	C111-Si11-C112	105,4(4)
Si13-C131	1,876(8)	C113-Si11-C112	104,7(4)
Si13-C133	1,876(8)	C1-Si11-C112	112,1(3)
C31-C32	1,38(1)	C122-Si12-C123	105,9(4)
C31-C36	1,38(1)	C122-Si12-C121	105,8(4)
C31-C3	1,486(9)	C123-Si12-C121	105,5(4)
C32-C33	1,38(1)	C122-Si12-C1	114,7(3)
C33-C34	1,33(1)	C123-Si12-C1	111,3(3)
C34-C35	1,40(2)	C121-Si12-C1	113,0(4)
C35-C36	1,39(1)	C132-Si13-C131	103,6(4)
C5-C51	1,47(1)	C132-Si13-C133	106,4(4)
C51-C56	1,39(1)	C131-Si13-C133	107,6(4)
C51-C52	1,40(1)	C132-Si13-C1	114,8(3)
C52-C53	1,36(1)	C131-Si13-C1	111,7(3)
C53-C54	1,37(1)	C133-Si13-C1	112,2(4)
C54-C55	1,38(1)	C32-C31-C36	118,5(7)
C55-C56	1,35(1)	C32-C31-C3	123,7(7)
C2-Si22	1,846(6)	C36-C31-C3	117,8(7)
C2-Si2A	1,861(6)	C31-C32-C33	121,2(9)
C2-Si2B	1,881(6)	C34-C33-C32	120,1(9)
C2-Si21	1,896(6)	C33-C34-C35	120,7(9)
C2-Si2C	1,902(6)	C36-C35-C34	119(1)
C2-Si23	1,909(6)	C35-C36-C31	120,1(9)
Si21-C213	1,86(1)	O11-C3-C31	116,8(6)
Si21-C211	1,86(1)	C4-C3-C31	118,1(6)

Si21-C212	1,88(1)	O12-C5-C51	114,6(6)
Si22-C223	1,87(1)	C4-C5-C51	119,2(6)
Si22-C221	1,88(1)	C56-C51-C52	117,6(7)
Si22-C222	1,89(1)	C56-C51-C5	121,5(7)
Si23-C231	1,86(1)	C52-C51-C5	120,8(7)
Si23-C232	1,87(1)	C53-C52-C51	121,0(7)
Si23-C233	1,87(1)	C52-C53-C54	120,1(8)
Si2A-C2A3	1,87(1)	C53-C54-C55	119,7(8)
Si2A-C2A1	1,87(1)	C56-C55-C54	120,5(8)
Si2A-C2A2	1,89(1)	C55-C56-C51	121,1(8)
Si2B-C2B3	1,86(1)	Si2A-C2-Si2B	113,1(3)
Si2B-C2B1	1,86(1)	Si22-C2-Si21	113,6(3)
Si2B-C2B2	1,88(1)	Si2A-C2-Si2C	113,1(3)
Si2C-C2C1	1,86(1)	Si2B-C2-Si2C	112,0(3)
Si2C-C2C3	1,86(1)	Si22-C2-Si23	113,1(3)
Si2C-C2C2	1,89(1)	Si21-C2-Si23	110,1(3)
C61-C66	1,37(1)	Si22-C2-In2	103,8(3)
C61-C62	1,37(1)	Si2A-C2-In2	109,6(3)
C61-C6	1,509(9)	Si2B-C2-In2	105,0(3)
C62-C63	1,37(1)	Si21-C2-In2	105,2(3)
C63-C64	1,35(1)	Si2C-C2-In2	103,3(3)
C64-C65	1,37(1)	Si23-C2-In2	110,5(3)
C65-C66	1,39(1)	C213-Si21-C211	107,6(9)
C8-C81	1,502(9)	C213-Si21-C212	106,6(8)
C81-C86	1,38(1)	C211-Si21-C212	104,3(9)
C81-C82	1,38(1)	C213-Si21-C2	112,9(7)
C82-C83	1,38(1)	C211-Si21-C2	111,1(8)
C83-C84	1,38(1)	C212-Si21-C2	113,8(5)
C84-C85	1,36(1)	C2-Si22-C223	115,5(7)
C85-C86	1,37(1)	C2-Si22-C221	112,4(8)
		C223-Si22-C221	105,4(9)
		C2-Si22-C222	112,3(6)
		C223-Si22-C222	106,4(8)
		C221-Si22-C222	103,8(9)
		C231-Si23-C232	107,1(9)
		C231-Si23-C233	105,6(8)
		C232-Si23-C233	107,1(8)
		C231-Si23-C2	114,4(8)
		C232-Si23-C2	110,9(7)
		C233-Si23-C2	111,3(6)
		C2-Si2A-C2A3	113,8(7)
		C2-Si2A-C2A1	114(1)
		C2A3-Si2A-C2A1	107(1)
		C2-Si2A-C2A2	112(1)

C2A3-Si2A-C2A2	106(1)
C2A1-Si2A-C2A2	104(1)
C2B3-Si2B-C2B1	108(1)
C2B3-Si2B-C2B2	107(1)
C2B1-Si2B-C2B2	105(1)
C2B3-Si2B-C2	112,5(8)
C2B1-Si2B-C2	113(1)
C2B2-Si2B-C2	111,6(8)
C2C1-Si2C-C2C3	108(1)
C2C1-Si2C-C2C2	105(1)
C2C3-Si2C-C2C2	107(1)
C2C1-Si2C-C2	111(1)
C2C3-Si2C-C2	113,6(9)
C2C2-Si2C-C2	111,7(7)
C66-C61-C62	119,0(7)
C66-C61-C6	118,2(7)
C62-C61-C6	122,8(6)
C61-C62-C63	120,6(7)
C64-C63-C62	120,9(8)
C63-C64-C65	119,5(8)
C64-C65-C66	119,7(9)
C61-C66-C65	120,3(8)
O21-C6-C61	115,0(6)
C7-C6-C61	119,0(6)
O22-C8-C81	114,7(6)
C7-C8-C81	119,5(6)
C86-C81-C82	117,8(7)
C86-C81-C8	123,6(6)
C82-C81-C8	118,5(6)
C83-C82-C81	121,0(7)
C84-C83-C82	119,9(7)
C85-C84-C83	119,3(7)
C84-C85-C86	120,9(8)
C85-C86-C81	121,1(7)

Kristalldaten zur Struktur von 9c

Tabelle 11.21: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 9c

Kristalldaten:	
Formel	$C_{53}H_{83}In_2O_4Si_6$
Formelgewicht [g/mol]	1182,37
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	Pc
Z	4
Messtemperatur [K]	153(2)
Dichte [g/cm ³]	1,18
a [pm]	1920,9(1)
b [pm]	2118,6(2)
c [pm]	1472,2(1)
α [°]	90
β [°]	95,980(2)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	5958,9(8)
μ [mm ⁻¹]	0,934
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,06 × 0,17 × 0,23
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	0,96 ≤ 28,05
	-25 ≤ h ≤ 25
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-27 ≤ k ≤ 28
	-19 ≤ l ≤ 19
Symmetrieunabhängige Reflexe	28543
Messwerte F > 4 σ (F)	20296
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	1222
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,0494
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,0759
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-0,631
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,459

Tabelle 11.22: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **9c**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,99276(2)	0,30393(2)	0,21479(2)	0,02109(9)
C1	0,9259(3)	0,3887(2)	0,1942(4)	0,021(1)
Si11	0,84503(9)	0,36177(8)	0,1236(1)	0,0270(4)
C111	0,7680(3)	0,4145(3)	0,1373(5)	0,037(2)
C112	0,8198(3)	0,2796(3)	0,1515(4)	0,040(2)
C113	0,8554(3)	0,3581(3)	-0,0012(4)	0,038(2)
Si12	0,91175(9)	0,41126(8)	0,3152(1)	0,0286(4)
C121	0,9939(3)	0,4019(3)	0,3932(5)	0,038(2)
C122	0,8789(3)	0,4939(3)	0,3277(4)	0,042(2)
C123	0,8448(3)	0,3601(3)	0,3631(4)	0,041(2)
Si13	0,97165(9)	0,45575(7)	0,1384(1)	0,0275(4)
C131	0,9087(3)	0,5204(2)	0,1014(4)	0,031(2)
C132	1,0447(3)	0,4923(3)	0,2160(5)	0,044(2)
C133	1,0127(3)	0,4318(3)	0,0344(4)	0,034(2)
O11	1,1000(2)	0,3322(2)	0,2043(3)	0,029(1)
O12	0,9985(2)	0,2642(2)	0,0805(3)	0,028(1)
C5	1,1376(3)	0,3207(3)	0,1391(4)	0,025(1)
C51	1,2111(3)	0,3453(3)	0,1542(4)	0,027(1)
C52	1,2284(3)	0,3923(3)	0,2167(5)	0,042(2)
C53	1,2954(3)	0,4165(3)	0,2315(5)	0,051(2)
C54	1,3465(3)	0,3941(3)	0,1840(5)	0,046(2)
C55	1,3314(3)	0,3459(3)	0,1226(5)	0,048(2)
C56	1,2645(3)	0,3222(3)	0,1082(4)	0,038(2)
C6	1,1160(3)	0,2884(3)	0,0589(4)	0,029(1)
C7	1,0512(3)	0,2611(2)	0,0340(4)	0,022(1)
C71	1,0369(3)	0,2254(3)	-0,0542(4)	0,026(1)
C72	0,9709(3)	0,1985(3)	-0,0754(4)	0,033(2)
C73	0,9576(4)	0,1653(3)	-0,1556(5)	0,041(2)
C74	1,0064(4)	0,1581(3)	-0,2146(4)	0,042(2)
C75	1,0706(4)	0,1835(3)	-0,1944(5)	0,045(2)
C76	1,0862(3)	0,2170(3)	-0,1146(4)	0,036(2)
In2	0,99317(2)	0,20129(2)	0,33227(2)	0,02111(9)
C2	1,0620(3)	0,1184(2)	0,3566(4)	0,021(1)
Si21	1,01549(9)	0,05014(8)	0,4037(1)	0,0311(4)
C211	1,0772(3)	-0,0146(3)	0,4451(4)	0,043(2)
C212	0,9651(3)	0,0716(3)	0,5022(4)	0,038(2)
C213	0,9493(3)	0,0146(3)	0,3141(5)	0,041(2)
Si22	1,08958(9)	0,10008(8)	0,2400(1)	0,0270(4)
C221	1,0127(3)	0,1052(3)	0,1518(4)	0,034(2)
C222	1,1290(3)	0,0200(3)	0,2295(4)	0,038(2)

C223	1,1565(3)	0,1566(3)	0,2042(4)	0,037(2)
Si23	1,13777(9)	0,14812(8)	0,4390(1)	0,0302(4)
C231	1,1203(4)	0,1443(3)	0,5615(4)	0,043(2)
C232	1,1555(3)	0,2340(3)	0,4186(4)	0,037(2)
C233	1,2209(3)	0,1018(3)	0,4337(5)	0,045(2)
O21	0,8881(2)	0,1676(2)	0,3367(3)	0,029(1)
O22	0,9800(2)	0,2385(2)	0,4659(3)	0,030(1)
C8	0,8446(3)	0,1816(3)	0,3940(4)	0,025(1)
C81	0,7712(3)	0,1595(3)	0,3709(4)	0,031(2)
C82	0,7593(3)	0,1015(3)	0,3280(5)	0,041(2)
C83	0,6913(4)	0,0813(3)	0,3042(5)	0,057(2)
C84	0,6355(4)	0,1193(4)	0,3175(5)	0,053(2)
C85	0,6465(4)	0,1765(3)	0,3578(5)	0,048(2)
C86	0,7134(3)	0,1966(3)	0,3855(4)	0,041(2)
C9	0,8611(3)	0,2152(3)	0,4743(4)	0,027(1)
C10	0,9251(3)	0,2418(3)	0,5071(4)	0,029(1)
C101	0,9353(3)	0,2760(3)	0,5974(4)	0,028(1)
C102	0,8799(3)	0,2876(3)	0,6502(4)	0,041(2)
C103	0,8941(4)	0,3169(3)	0,7345(5)	0,052(2)
C104	0,9596(4)	0,3375(3)	0,7649(5)	0,047(2)
C105	1,0129(4)	0,3275(3)	0,7124(4)	0,042(2)
C106	1,0004(3)	0,2967(3)	0,6288(4)	0,036(2)
In3	0,48786(2)	0,19131(2)	0,89766(2)	0,02008(9)
C3	0,4108(3)	0,1140(2)	0,9007(3)	0,021(1)
Si31	0,39788(9)	0,08873(8)	0,7768(1)	0,0336(4)
C311	0,4847(3)	0,0841(3)	0,7292(5)	0,045(2)
C312	0,3444(4)	0,1474(3)	0,7016(4)	0,048(2)
C313	0,3536(3)	0,0099(3)	0,7600(4)	0,047(2)
Si32	0,44938(9)	0,04748(8)	0,9761(1)	0,0352(4)
C321	0,4903(3)	0,0747(3)	1,0906(4)	0,046(2)
C322	0,5157(3)	-0,0001(3)	0,9244(5)	0,049(2)
C323	0,3788(3)	-0,0108(3)	0,9989(5)	0,048(2)
Si33	0,33094(9)	0,14883(8)	0,9426(1)	0,0350(4)
C331	0,2496(3)	0,1037(3)	0,9027(5)	0,046(2)
C332	0,3363(3)	0,1534(3)	1,0715(4)	0,042(2)
C333	0,3168(3)	0,2314(3)	0,8996(4)	0,045(2)
O31	0,5892(2)	0,1479(2)	0,9313(2)	0,0255(9)
O32	0,5028(2)	0,2287(2)	1,0344(2)	0,0246(9)
C14	0,6343(3)	0,1584(2)	0,9989(4)	0,024(1)
C141	0,7034(3)	0,1277(2)	0,9984(4)	0,026(1)
C142	0,7223(3)	0,1046(3)	0,9166(4)	0,038(2)
C143	0,7864(3)	0,0772(3)	0,9116(5)	0,046(2)
C144	0,8331(3)	0,0724(3)	0,9892(5)	0,042(2)
C145	0,8154(3)	0,0944(3)	1,0708(5)	0,044(2)

C146	0,7508(3)	0,1219(3)	1,0760(4)	0,034(1)
C15	0,6215(3)	0,1982(2)	1,0733(4)	0,028(1)
C16	0,5610(3)	0,2310(2)	1,0868(3)	0,021(1)
C161	0,5613(3)	0,2709(2)	1,1694(4)	0,022(1)
C162	0,6209(3)	0,3034(3)	1,2060(4)	0,031(1)
C163	0,6206(3)	0,3397(3)	1,2832(4)	0,036(2)
C164	0,5599(3)	0,3436(3)	1,3257(4)	0,038(2)
C165	0,5005(3)	0,3129(3)	1,2925(4)	0,035(2)
C166	0,5014(3)	0,2774(3)	1,2134(4)	0,029(1)
In4	0,52137(2)	0,28205(2)	0,77391(3)	0,02373(9)
C4	0,5463(3)	0,3843(2)	0,7831(4)	0,029(1)
Si41	0,6352(1)	0,38989(9)	0,8453(1)	0,0307(5)
Si42	0,5409(1)	0,4222(1)	0,6672(2)	0,0459(7)
Si43	0,4752(1)	0,41568(9)	0,8531(2)	0,0371(6)
C411	0,6531(3)	0,4661(3)	0,9074(4)	0,047(2)
C412	0,6513(3)	0,3244(3)	0,9289(4)	0,048(2)
C413	0,7077(3)	0,3783(4)	0,7664(6)	0,077(3)
C421	0,5837(4)	0,3743(3)	0,5813(4)	0,060(2)
C422	0,5897(4)	0,5003(3)	0,6733(5)	0,069(3)
C423	0,4458(4)	0,4361(3)	0,6164(6)	0,086(3)
C431	0,4899(4)	0,3900(3)	0,9755(5)	0,063(2)
C432	0,3867(3)	0,3857(3)	0,8079(5)	0,064(2)
C433	0,4690(4)	0,5037(3)	0,8522(6)	0,070(3)
Si4A	0,5954(6)	0,3891(5)	0,8966(7)	0,026(3)
Si4B	0,4635(5)	0,4232(5)	0,7619(8)	0,027(3)
Si4C	0,6094(6)	0,4023(5)	0,6882(8)	0,034(3)
O41	0,6069(2)	0,2339(2)	0,7180(3)	0,032(1)
O42	0,4665(2)	0,2666(2)	0,6414(3)	0,031(1)
C17	0,6041(3)	0,1993(3)	0,6468(4)	0,030(1)
C171	0,6651(3)	0,1587(3)	0,6359(4)	0,030(1)
C172	0,7303(3)	0,1747(3)	0,6789(4)	0,040(2)
C173	0,7882(3)	0,1374(3)	0,6696(5)	0,045(2)
C174	0,7821(4)	0,0836(3)	0,6215(5)	0,047(2)
C175	0,7180(4)	0,0656(3)	0,5799(5)	0,057(2)
C176	0,6595(4)	0,1029(3)	0,5862(5)	0,049(2)
C18	0,5472(3)	0,1990(3)	0,5758(4)	0,034(1)
C19	0,4847(3)	0,2321(3)	0,5761(4)	0,028(1)
C191	0,4324(3)	0,2299(3)	0,4922(4)	0,030(1)
C192	0,3819(3)	0,2766(3)	0,4790(4)	0,038(2)
C193	0,3357(3)	0,2767(3)	0,4006(4)	0,040(2)
C194	0,3375(3)	0,2312(3)	0,3363(4)	0,045(2)
C195	0,3858(4)	0,1844(3)	0,3486(5)	0,046(2)
C196	0,4333(3)	0,1831(3)	0,4250(4)	0,039(2)
CH1	0,2204(5)	0,3238(5)	0,6533(7)	0,110(4)

CH2	0,1899(7)	0,3768(6)	0,600(1)	0,156(6)
CH3	0,2292(6)	0,4199(6)	0,5575(9)	0,117(4)
CH4	0,1974(5)	0,4725(6)	0,500(1)	0,131(5)
CH5	0,2366(7)	0,5170(8)	0,458(1)	0,169(7)
CH6	0,1983(5)	0,5665(6)	0,4006(8)	0,121(5)

Tabelle 11.23: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **9c** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $\exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0229(2)	0,0203(2)	0,0204(2)	0,0001(2)	0,0045(2)	0,0009(2)
C1	0,026(3)	0,018(3)	0,020(3)	0,001(2)	0,006(2)	-0,003(2)
Si11	0,0264(9)	0,0262(9)	0,028(1)	0,0020(7)	0,0001(7)	0,0004(7)
C111	0,024(3)	0,034(4)	0,051(5)	0,004(3)	-0,002(3)	0,001(3)
C112	0,028(3)	0,036(4)	0,056(5)	0,004(3)	-0,002(3)	-0,006(3)
C113	0,028(4)	0,053(4)	0,033(4)	-0,006(3)	-0,004(3)	-0,008(3)
Si12	0,038(1)	0,0256(9)	0,023(1)	-0,0002(7)	0,0060(8)	0,0054(8)
C121	0,050(4)	0,030(3)	0,032(4)	-0,003(3)	-0,006(3)	0,008(3)
C122	0,071(5)	0,027(3)	0,030(4)	-0,005(3)	0,017(3)	0,011(3)
C123	0,048(4)	0,049(4)	0,026(4)	0,012(3)	0,009(3)	0,004(3)
Si13	0,034(1)	0,0199(8)	0,029(1)	0,0023(7)	0,0060(8)	-0,0017(7)
C131	0,039(4)	0,024(3)	0,032(4)	0,000(3)	0,008(3)	0,006(3)
C132	0,042(4)	0,029(4)	0,060(5)	-0,001(3)	0,004(4)	-0,008(3)
C133	0,027(3)	0,036(4)	0,040(4)	0,010(3)	0,012(3)	-0,001(3)
O11	0,030(2)	0,035(2)	0,022(2)	-0,005(2)	0,007(2)	-0,009(2)
O12	0,030(2)	0,026(2)	0,029(3)	-0,003(2)	0,008(2)	-0,002(2)
C5	0,022(3)	0,025(3)	0,028(4)	-0,001(3)	0,005(3)	0,000(2)
C51	0,027(3)	0,026(3)	0,027(4)	0,003(3)	0,004(3)	0,002(3)
C52	0,030(4)	0,049(4)	0,046(5)	-0,013(4)	0,001(3)	0,000(3)
C53	0,027(4)	0,058(5)	0,068(6)	-0,025(4)	-0,002(4)	-0,011(3)
C54	0,026(4)	0,048(4)	0,063(5)	-0,005(4)	0,003(3)	-0,013(3)
C55	0,030(4)	0,061(5)	0,056(5)	-0,006(4)	0,016(3)	-0,002(3)
C56	0,034(4)	0,039(4)	0,041(4)	-0,007(3)	0,003(3)	-0,005(3)
C6	0,031(3)	0,039(4)	0,016(3)	-0,002(3)	0,003(3)	0,003(3)
C7	0,029(3)	0,021(3)	0,016(3)	0,002(2)	0,001(2)	0,006(2)
C71	0,039(4)	0,024(3)	0,017(3)	0,003(2)	0,006(3)	0,010(3)
C72	0,038(4)	0,035(4)	0,025(4)	-0,002(3)	0,003(3)	-0,009(3)
C73	0,046(4)	0,044(4)	0,031(4)	-0,002(3)	-0,004(3)	-0,003(3)
C74	0,072(6)	0,032(4)	0,021(4)	-0,006(3)	0,000(4)	0,006(3)
C75	0,054(5)	0,049(4)	0,036(4)	-0,012(3)	0,016(3)	0,000(4)
C76	0,027(3)	0,049(4)	0,033(4)	-0,005(3)	0,000(3)	0,004(3)
In2	0,0216(2)	0,0213(2)	0,0209(2)	0,0014(2)	0,0049(2)	0,0025(2)

C2	0,024(3)	0,022(3)	0,019(3)	0,000(2)	0,005(2)	0,006(2)
Si21	0,038(1)	0,0257(9)	0,031(1)	0,0060(8)	0,0093(8)	0,0037(7)
C211	0,061(5)	0,028(4)	0,043(5)	0,010(3)	0,017(4)	0,012(3)
C212	0,048(4)	0,024(3)	0,044(4)	0,009(3)	0,015(3)	0,006(3)
C213	0,035(4)	0,028(4)	0,061(5)	0,004(3)	0,009(3)	-0,009(3)
Si22	0,0292(9)	0,0273(9)	0,0251(9)	0,0005(7)	0,0057(7)	0,0049(7)
C221	0,050(4)	0,026(3)	0,026(4)	-0,003(3)	0,001(3)	0,004(3)
C222	0,051(4)	0,033(4)	0,031(4)	-0,001(3)	0,013(3)	0,019(3)
C223	0,038(4)	0,046(4)	0,028(4)	0,004(3)	0,009(3)	0,007(3)
Si23	0,0273(9)	0,034(1)	0,028(1)	-0,0027(8)	-0,0033(8)	0,0076(7)
C231	0,061(5)	0,043(4)	0,020(4)	-0,008(3)	-0,009(3)	0,012(3)
C232	0,029(3)	0,039(4)	0,041(4)	-0,005(3)	-0,001(3)	-0,003(3)
C233	0,036(4)	0,044(4)	0,052(5)	-0,005(3)	-0,003(3)	0,008(3)
O21	0,024(2)	0,035(2)	0,029(3)	-0,001(2)	0,003(2)	0,006(2)
O22	0,025(2)	0,042(3)	0,023(2)	-0,003(2)	0,009(2)	-0,001(2)
C8	0,028(3)	0,022(3)	0,025(3)	0,003(2)	0,004(3)	0,000(2)
C81	0,024(3)	0,038(4)	0,032(4)	0,011(3)	0,008(3)	-0,005(3)
C82	0,028(4)	0,053(5)	0,040(4)	0,000(4)	0,002(3)	-0,007(3)
C83	0,058(5)	0,052(5)	0,058(6)	-0,005(4)	-0,001(4)	-0,023(4)
C84	0,035(4)	0,081(6)	0,041(5)	0,021(4)	-0,004(3)	-0,016(4)
C85	0,038(4)	0,062(5)	0,046(5)	0,021(4)	0,007(3)	0,009(4)
C86	0,032(4)	0,039(4)	0,053(5)	0,007(3)	0,009(3)	0,000(3)
C9	0,024(3)	0,024(3)	0,036(4)	0,011(3)	0,011(3)	0,005(3)
C10	0,035(4)	0,021(3)	0,032(4)	0,005(3)	0,008(3)	0,008(3)
C101	0,035(3)	0,019(3)	0,031(4)	0,005(3)	0,002(3)	0,010(3)
C102	0,040(4)	0,044(4)	0,042(4)	-0,014(3)	0,015(3)	0,004(3)
C103	0,062(5)	0,051(5)	0,050(5)	-0,014(4)	0,035(4)	0,010(4)
C104	0,081(6)	0,030(4)	0,028(4)	-0,004(3)	0,003(4)	0,015(4)
C105	0,051(5)	0,041(4)	0,034(4)	-0,010(3)	-0,003(4)	0,005(3)
C106	0,034(4)	0,033(4)	0,041(4)	-0,004(3)	0,009(3)	0,009(3)
In3	0,0205(2)	0,0211(2)	0,0184(2)	-0,0005(2)	0,0011(2)	-0,0020(2)
C3	0,025(3)	0,024(3)	0,013(3)	-0,001(2)	0,002(2)	0,000(2)
Si31	0,039(1)	0,032(1)	0,029(1)	-0,0037(8)	0,0018(8)	-0,0057(8)
C311	0,069(5)	0,033(4)	0,036(4)	-0,014(3)	0,030(4)	-0,016(3)
C312	0,065(5)	0,050(4)	0,027(4)	0,001(3)	-0,004(3)	-0,012(4)
C313	0,066(5)	0,037(4)	0,039(4)	-0,013(3)	0,010(4)	-0,019(3)
Si32	0,037(1)	0,031(1)	0,036(1)	0,0065(8)	-0,0025(8)	-0,0043(8)
C321	0,057(5)	0,039(4)	0,038(4)	0,016(3)	-0,012(3)	-0,020(3)
C322	0,040(4)	0,026(3)	0,081(6)	0,006(4)	0,011(4)	0,006(3)
C323	0,063(5)	0,036(4)	0,042(4)	0,008(3)	-0,010(4)	-0,019(3)
Si33	0,032(1)	0,032(1)	0,043(1)	-0,0039(8)	0,0111(8)	-0,0027(8)
C331	0,026(4)	0,044(4)	0,068(6)	-0,007(4)	0,009(3)	-0,001(3)
C332	0,049(4)	0,035(4)	0,046(4)	-0,008(3)	0,023(3)	-0,004(3)
C333	0,031(4)	0,051(4)	0,056(5)	-0,008(4)	0,016(3)	0,006(3)

O31	0,024(2)	0,031(2)	0,021(2)	-0,004(2)	-0,001(2)	0,003(2)
O32	0,025(2)	0,029(2)	0,020(2)	-0,004(2)	0,002(2)	0,003(2)
C14	0,026(3)	0,020(3)	0,028(3)	0,006(2)	0,006(3)	-0,004(2)
C141	0,025(3)	0,025(3)	0,027(3)	0,003(2)	0,003(3)	-0,001(2)
C142	0,032(4)	0,048(4)	0,033(4)	0,000(3)	0,003(3)	0,010(3)
C143	0,035(4)	0,052(4)	0,055(5)	-0,012(4)	0,021(4)	0,010(3)
C144	0,023(3)	0,050(4)	0,054(5)	0,001(4)	0,005(3)	0,014(3)
C145	0,029(4)	0,047(4)	0,053(5)	-0,004(3)	-0,004(3)	0,009(3)
C146	0,028(3)	0,036(3)	0,037(4)	-0,005(3)	0,001(3)	-0,001(3)
C15	0,026(3)	0,027(3)	0,030(3)	-0,003(3)	-0,002(3)	0,001(3)
C16	0,027(3)	0,024(3)	0,013(3)	0,004(2)	0,008(2)	-0,005(2)
C161	0,030(3)	0,021(3)	0,015(3)	0,007(2)	0,003(2)	-0,003(2)
C162	0,032(3)	0,026(3)	0,035(4)	-0,004(3)	0,011(3)	-0,005(3)
C163	0,035(4)	0,036(4)	0,035(4)	-0,012(3)	-0,002(3)	-0,002(3)
C164	0,061(5)	0,031(3)	0,021(3)	-0,007(3)	0,001(3)	0,007(3)
C165	0,044(4)	0,038(4)	0,026(4)	-0,006(3)	0,010(3)	0,003(3)
C166	0,027(3)	0,036(3)	0,024(3)	-0,001(3)	0,002(3)	0,000(3)
In4	0,0266(2)	0,0250(2)	0,0193(2)	0,0015(2)	0,0012(2)	-0,0042(2)
C4	0,027(3)	0,030(3)	0,028(3)	0,010(3)	-0,006(3)	-0,011(2)
Si41	0,029(1)	0,031(1)	0,031(1)	0,0040(9)	-0,0016(9)	-0,0087(9)
Si42	0,072(2)	0,038(1)	0,026(1)	0,012(1)	-0,007(1)	-0,017(1)
Si43	0,036(1)	0,029(1)	0,047(2)	0,003(1)	0,009(1)	0,0003(9)
C411	0,058(5)	0,043(4)	0,039(4)	0,008(3)	-0,007(3)	-0,023(3)
C412	0,044(4)	0,044(4)	0,052(5)	0,011(3)	-0,018(3)	-0,010(3)
C413	0,034(4)	0,066(5)	0,133(9)	0,012(5)	0,024(5)	-0,013(4)
C421	0,086(6)	0,062(5)	0,034(4)	0,007(4)	0,008(4)	-0,031(4)
C422	0,131(8)	0,044(5)	0,030(4)	0,019(3)	-0,004(5)	-0,028(5)
C423	0,119(8)	0,053(5)	0,073(6)	0,021(4)	-0,056(6)	-0,017(5)
C431	0,100(6)	0,044(5)	0,051(5)	-0,001(4)	0,040(5)	-0,004(4)
C432	0,047(5)	0,045(5)	0,101(7)	0,017(4)	0,009(5)	0,003(4)
C433	0,064(5)	0,030(4)	0,120(8)	0,012(4)	0,026(5)	0,001(4)
O41	0,031(2)	0,041(2)	0,023(2)	-0,001(2)	0,002(2)	-0,004(2)
O42	0,029(2)	0,044(3)	0,020(2)	-0,003(2)	0,001(2)	-0,001(2)
C17	0,033(3)	0,035(3)	0,022(3)	-0,001(3)	0,006(3)	-0,014(3)
C171	0,026(3)	0,040(4)	0,026(3)	0,005(3)	0,011(3)	-0,006(3)
C172	0,042(4)	0,048(4)	0,029(4)	-0,001(3)	0,002(3)	0,001(3)
C173	0,027(4)	0,059(5)	0,048(5)	0,004(4)	0,003(3)	0,001(3)
C174	0,039(4)	0,051(5)	0,053(5)	0,007(4)	0,016(4)	0,020(3)
C175	0,059(5)	0,046(4)	0,066(6)	-0,014(4)	0,003(4)	0,007(4)
C176	0,040(4)	0,043(4)	0,061(5)	-0,009(4)	-0,002(4)	0,002(3)
C18	0,047(4)	0,032(3)	0,023(3)	-0,005(3)	0,009(3)	-0,004(3)
C19	0,027(3)	0,032(3)	0,024(3)	0,006(3)	0,004(3)	-0,012(3)
C191	0,031(3)	0,040(4)	0,019(3)	0,000(3)	0,003(3)	-0,015(3)
C192	0,031(4)	0,058(4)	0,024(4)	0,000(3)	-0,001(3)	-0,008(3)

C193	0,027(3)	0,059(4)	0,032(4)	0,003(3)	-0,002(3)	-0,002(3)
C194	0,047(4)	0,054(5)	0,032(4)	0,006(3)	-0,010(3)	-0,014(4)
C195	0,064(5)	0,043(4)	0,029(4)	-0,007(3)	-0,003(3)	-0,023(4)
C196	0,045(4)	0,030(4)	0,040(4)	0,001(3)	-0,004(3)	-0,008(3)
CH1	0,077(7)	0,116(9)	0,13(1)	-0,051(7)	-0,010(6)	0,012(6)
CH2	0,11(1)	0,11(1)	0,26(2)	-0,02(1)	0,05(1)	0,026(9)
CH3	0,081(9)	0,12(1)	0,15(1)	-0,040(9)	0,030(8)	-0,023(8)
CH4	0,054(7)	0,13(1)	0,22(2)	-0,06(1)	0,033(9)	-0,014(7)
CH5	0,10(1)	0,24(2)	0,17(2)	-0,03(1)	0,04(1)	-0,01(1)
CH6	0,072(8)	0,19(1)	0,11(1)	-0,058(9)	0,028(7)	-0,029(8)

Tabelle 11.24: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **9c**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,7591	0,4151	0,2003	0,044
H11B	0,7275	0,3987	0,1006	0,044
H11C	0,7781	0,4565	0,1181	0,044
H11D	0,8561	0,2509	0,1381	0,048
H11E	0,7769	0,2686	0,1157	0,048
H11F	0,8135	0,2769	0,2153	0,048
H11G	0,8618	0,3999	-0,0239	0,046
H11H	0,8143	0,3396	-0,0332	0,046
H11I	0,8955	0,3327	-0,0105	0,046
H12A	0,9932	0,4304	0,4439	0,046
H12B	1,0334	0,4113	0,3607	0,046
H12C	0,9974	0,3593	0,4154	0,046
H12D	0,8368	0,4999	0,2874	0,051
H12E	0,9138	0,5234	0,3125	0,051
H12F	0,8692	0,5007	0,3897	0,051
H12G	0,7994	0,3688	0,3318	0,049
H12H	0,8443	0,3689	0,4270	0,049
H12I	0,8563	0,3165	0,3550	0,049
H13A	0,9342	0,5576	0,0877	0,038
H13B	0,8801	0,5295	0,1495	0,038
H13C	0,8794	0,5073	0,0478	0,038
H13D	1,0791	0,4607	0,2344	0,052
H13E	1,0262	0,5093	0,2690	0,052
H13F	1,0659	0,5255	0,1841	0,052
H13G	0,9779	0,4133	-0,0091	0,041
H13H	1,0491	0,4016	0,0508	0,041
H13I	1,0324	0,4683	0,0078	0,041

H52	1,1928	0,4088	0,2513	0,050
H53	1,3056	0,4494	0,2757	0,062
H54	1,3928	0,4116	0,1929	0,055
H55	1,3676	0,3288	0,0897	0,058
H56	1,2548	0,2886	0,0649	0,046
H6	1,1500	0,2844	0,0158	0,034
H72	0,9353	0,2030	-0,0346	0,039
H73	0,9123	0,1467	-0,1701	0,049
H74	0,9955	0,1351	-0,2705	0,050
H75	1,1057	0,1783	-0,2358	0,054
H76	1,1321	0,2347	-0,1010	0,044
H21A	1,1076	-0,0240	0,3992	0,052
H21B	1,0510	-0,0516	0,4575	0,052
H21C	1,1046	-0,0013	0,5000	0,052
H21D	0,9159	0,0713	0,4824	0,045
H21E	0,9787	0,1129	0,5240	0,045
H21F	0,9750	0,0415	0,5506	0,045
H21G	0,9732	-0,0050	0,2674	0,049
H21H	0,9191	0,0473	0,2874	0,049
H21I	0,9219	-0,0164	0,3419	0,049
H22A	1,0283	0,1014	0,0921	0,041
H22B	0,9899	0,1452	0,1568	0,041
H22C	0,9805	0,0718	0,1611	0,041
H22D	1,0944	-0,0117	0,2373	0,045
H22E	1,1677	0,0150	0,2757	0,045
H22F	1,1451	0,0157	0,1703	0,045
H22G	1,1667	0,1466	0,1433	0,044
H22H	1,1985	0,1534	0,2453	0,044
H22I	1,1386	0,1989	0,2055	0,044
H23A	1,1120	0,1013	0,5779	0,051
H23B	1,0799	0,1694	0,5702	0,051
H23C	1,1601	0,1604	0,5994	0,051
H23D	1,1969	0,2467	0,4563	0,044
H23E	1,1165	0,2587	0,4335	0,044
H23F	1,1623	0,2402	0,3555	0,044
H23G	1,2330	0,1014	0,3721	0,053
H23H	1,2142	0,0593	0,4536	0,053
H23I	1,2580	0,1212	0,4728	0,053
H82A	0,7981	0,0755	0,3149	0,049
H83A	0,6830	0,0401	0,2782	0,068
H84A	0,5887	0,1055	0,2982	0,063
H85A	0,6074	0,2031	0,3670	0,058
H86A	0,7205	0,2368	0,4152	0,050
H9	0,8237	0,2207	0,5121	0,033

H10A	0,8329	0,2755	0,6285	0,049
H10B	0,8568	0,3228	0,7722	0,063
H10C	0,9680	0,3587	0,8226	0,056
H10D	1,0593	0,3418	0,7332	0,051
H10E	1,0385	0,2900	0,5925	0,043
H31A	0,5137	0,1187	0,7521	0,053
H31B	0,4776	0,0863	0,6637	0,053
H31C	0,5072	0,0450	0,7473	0,053
H31D	0,2980	0,1499	0,7200	0,058
H31E	0,3420	0,1338	0,6391	0,058
H31F	0,3662	0,1882	0,7075	0,058
H31G	0,3831	-0,0223	0,7893	0,056
H31H	0,3451	0,0010	0,6959	0,056
H31I	0,3099	0,0107	0,7863	0,056
H32A	0,5064	0,0388	1,1266	0,055
H32B	0,4563	0,0973	1,1212	0,055
H32C	0,5292	0,1019	1,0827	0,055
H32D	0,5518	0,0271	0,9064	0,058
H32E	0,4939	-0,0220	0,8719	0,058
H32F	0,5359	-0,0302	0,9683	0,058
H32G	0,3583	-0,0282	0,9421	0,058
H32H	0,3433	0,0104	1,0289	0,058
H32I	0,3989	-0,0441	1,0373	0,058
H33A	0,2422	0,1049	0,8372	0,055
H33B	0,2102	0,1225	0,9276	0,055
H33C	0,2546	0,0607	0,9228	0,055
H33D	0,3434	0,1118	1,0968	0,050
H33E	0,2935	0,1706	1,0892	0,050
H33F	0,3747	0,1800	1,0938	0,050
H33G	0,3524	0,2584	0,9289	0,054
H33H	0,2716	0,2459	0,9130	0,054
H33I	0,3190	0,2322	0,8347	0,054
H142	0,6901	0,1079	0,8624	0,045
H143	0,7988	0,0613	0,8544	0,056
H144	0,8782	0,0536	0,9857	0,051
H145	0,8479	0,0907	1,1246	0,052
H146	0,7384	0,1370	1,1337	0,041
H15	0,6597	0,2029	1,1203	0,034
H162	0,6630	0,3003	1,1765	0,037
H163	0,6620	0,3621	1,3072	0,043
H164	0,5597	0,3686	1,3800	0,045
H165	0,4588	0,3157	1,3232	0,042
H166	0,4592	0,2566	1,1884	0,035
H41A	0,6229	0,4698	0,9551	0,057

H41B	0,6447	0,5007	0,8655	0,057
H41C	0,7010	0,4670	0,9336	0,057
H41D	0,6134	0,3222	0,9664	0,058
H41E	0,6943	0,3319	0,9667	0,058
H41F	0,6545	0,2852	0,8968	0,058
H41G	0,7526	0,3839	0,8008	0,092
H41H	0,7022	0,4086	0,7178	0,092
H41I	0,7047	0,3365	0,7412	0,092
H42A	0,6227	0,3517	0,6116	0,072
H42B	0,5997	0,4018	0,5361	0,072
H42C	0,5504	0,3448	0,5524	0,072
H42D	0,5686	0,5286	0,7134	0,083
H42E	0,5875	0,5186	0,6133	0,083
H42F	0,6378	0,4933	0,6961	0,083
H42G	0,4188	0,3986	0,6233	0,103
H42H	0,4449	0,4462	0,5528	0,103
H42I	0,4261	0,4704	0,6479	0,103
H43A	0,4528	0,4059	1,0081	0,075
H43B	0,5339	0,4062	1,0027	0,075
H43C	0,4904	0,3447	0,9785	0,075
H43D	0,3558	0,3881	0,8549	0,077
H43E	0,3905	0,3426	0,7887	0,077
H43F	0,3685	0,4110	0,7568	0,077
H43G	0,4628	0,5185	0,7903	0,084
H43H	0,5113	0,5213	0,8827	0,084
H43I	0,4299	0,5166	0,8833	0,084
H172	0,7353	0,2122	0,7156	0,047
H173	0,8333	0,1501	0,6979	0,054
H174	0,8225	0,0577	0,6162	0,056
H175	0,7136	0,0268	0,5461	0,069
H176	0,6150	0,0901	0,5561	0,058
H18	0,5526	0,1736	0,5231	0,040
H192	0,3791	0,3089	0,5243	0,045
H193	0,3015	0,3098	0,3915	0,047
H194	0,3048	0,2320	0,2823	0,054
H195	0,3868	0,1519	0,3034	0,055
H196	0,4675	0,1499	0,4325	0,047
HH1A	0,2573	0,3055	0,6228	0,132
HH1B	0,1850	0,2926	0,6597	0,132
HH1C	0,2389	0,3384	0,7127	0,132
HH2A	0,1569	0,3591	0,5532	0,188
HH2B	0,1630	0,4005	0,6396	0,188
HH3A	0,2576	0,3961	0,5198	0,140
HH3B	0,2606	0,4390	0,6045	0,140

HH4A	0,1669	0,4532	0,4517	0,158
HH4B	0,1679	0,4955	0,5369	0,158
HH5A	0,2667	0,4949	0,4210	0,203
HH5B	0,2662	0,5380	0,5056	0,203
HH6A	0,1720	0,5469	0,3492	0,145
HH6B	0,2313	0,5956	0,3795	0,145
HH6C	0,1670	0,5887	0,4361	0,145

Tabelle 11.25: Bindungslängen [Å] und -winkel [°] von **9c**

In1-O12	2,161(4)	O12-In1-O11	84,5(1)
In1-O11	2,166(4)	O12-In1-C1	106,0(2)
In1-C1	2,210(5)	O11-In1-C1	108,0(2)
In1-In2	2,7780(5)	O12-In1-In2	105,5(1)
C1-Si11	1,867(6)	O11-In1-In2	108,7(1)
C1-Si12	1,891(6)	C1-In1-In2	133,3(1)
C1-Si13	1,901(5)	Si11-C1-Si12	114,1(3)
Si11-C112	1,865(6)	Si11-C1-Si13	112,5(3)
Si11-C113	1,870(6)	Si12-C1-Si13	109,7(3)
Si11-C111	1,881(6)	Si11-C1-In1	105,4(2)
Si12-C121	1,863(6)	Si12-C1-In1	102,4(2)
Si12-C122	1,877(5)	Si13-C1-In1	112,2(2)
Si12-C123	1,875(6)	C112-Si11-C113	103,5(3)
Si13-C133	1,865(6)	C112-Si11-C1	112,5(3)
Si13-C131	1,871(5)	C113-Si11-C1	113,1(3)
Si13-C132	1,880(6)	C112-Si11-C111	107,8(3)
O11-C5	1,283(6)	C113-Si11-C111	107,2(3)
O12-C7	1,282(6)	C1-Si11-C111	112,1(3)
C5-C6	1,391(8)	C121-Si12-C122	108,1(3)
C5-C51	1,498(7)	C121-Si12-C123	106,1(3)
C51-C52	1,373(8)	C122-Si12-C123	104,5(3)
C51-C56	1,376(7)	C121-Si12-C1	111,0(3)
C52-C53	1,381(8)	C122-Si12-C1	114,3(3)
C53-C54	1,350(9)	C123-Si12-C1	112,3(3)
C54-C55	1,373(8)	C133-Si13-C131	106,0(3)
C55-C56	1,376(8)	C133-Si13-C132	105,0(3)
C6-C7	1,388(7)	C131-Si13-C132	107,1(3)
C7-C71	1,503(7)	C133-Si13-C1	113,9(3)
C71-C76	1,377(8)	C131-Si13-C1	111,1(2)
C71-C72	1,396(8)	C132-Si13-C1	113,2(3)
C72-C73	1,374(8)	C5-O11-In1	128,0(4)
C73-C74	1,352(8)	C7-O12-In1	128,8(4)

C74-C75	1,351(9)	O11-C5-C6	125,9(5)
C75-C76	1,378(8)	O11-C5-C51	114,8(5)
In2-O21	2,149(4)	C6-C5-C51	119,3(5)
In2-O22	2,159(4)	C52-C51-C56	116,5(6)
In2-C2	2,205(5)	C52-C51-C5	120,6(5)
C2-Si21	1,871(6)	C56-C51-C5	122,8(5)
C2-Si22	1,890(6)	C51-C52-C53	122,1(6)
C2-Si23	1,902(6)	C54-C53-C52	120,2(6)
Si21-C211	1,872(6)	C53-C54-C55	119,1(6)
Si21-C212	1,881(6)	C56-C55-C54	120,2(6)
Si21-C213	1,891(6)	C55-C56-C51	121,7(6)
Si22-C222	1,870(5)	C7-C6-C5	127,6(5)
Si22-C221	1,865(6)	O12-C7-C6	125,0(5)
Si22-C223	1,873(6)	O12-C7-C71	113,9(5)
Si23-C231	1,870(6)	C6-C7-C71	121,1(5)
Si23-C232	1,880(6)	C76-C71-C72	118,2(6)
Si23-C233	1,883(6)	C76-C71-C7	123,2(6)
O21-C8	1,283(6)	C72-C71-C7	118,6(5)
O22-C10	1,272(6)	C73-C72-C71	118,9(6)
C8-C9	1,388(8)	C74-C73-C72	122,1(7)
C8-C81	1,490(8)	C75-C74-C73	119,5(6)
C81-C82	1,390(8)	C74-C75-C76	120,3(6)
C81-C86	1,395(8)	C71-C76-C75	121,0(6)
C82-C83	1,386(9)	O21-In2-O22	83,9(2)
C83-C84	1,370(9)	O21-In2-C2	106,3(2)
C84-C85	1,357(9)	O22-In2-C2	105,5(2)
C85-C86	1,375(8)	O21-In2-In1	109,7(1)
C9-C10	1,391(8)	O22-In2-In1	106,8(1)
C10-C101	1,510(8)	C2-In2-In1	133,4(1)
C101-C106	1,361(8)	Si21-C2-Si22	111,6(3)
C101-C102	1,403(8)	Si21-C2-Si23	112,5(3)
C102-C103	1,389(9)	Si22-C2-Si23	112,3(3)
C103-C104	1,36(1)	Si21-C2-In2	112,0(3)
C104-C105	1,363(9)	Si22-C2-In2	103,7(2)
C105-C106	1,392(8)	Si23-C2-In2	104,3(2)
In3-O32	2,155(4)	C211-Si21-C2	112,1(3)
In3-O31	2,163(4)	C211-Si21-C212	106,6(3)
In3-C3	2,211(5)	C2-Si21-C212	113,8(3)
In3-In4	2,7701(5)	C211-Si21-C213	107,0(3)
C3-Si33	1,864(5)	C2-Si21-C213	111,2(3)
C3-Si31	1,892(5)	C212-Si21-C213	105,7(3)
C3-Si32	1,897(5)	C222-Si22-C221	107,1(3)
Si31-C313	1,879(6)	C222-Si22-C223	105,2(3)
Si31-C311	1,878(6)	C221-Si22-C223	106,4(3)

Si31-C312	1,895(6)	C222-Si22-C2	114,6(3)
Si32-C322	1,850(6)	C221-Si22-C2	110,1(3)
Si32-C321	1,876(6)	C223-Si22-C2	113,0(3)
Si32-C323	1,890(6)	C231-Si23-C232	104,5(3)
Si33-C331	1,874(6)	C231-Si23-C233	104,8(3)
Si33-C333	1,870(6)	C232-Si23-C233	109,2(3)
Si33-C332	1,891(6)	C231-Si23-C2	113,5(3)
O31-C14	1,270(6)	C232-Si23-C2	110,9(3)
O32-C16	1,292(6)	C233-Si23-C2	113,4(3)
C14-C15	1,424(7)	C8-O21-In2	128,4(4)
C14-C141	1,478(7)	C10-O22-In2	129,5(4)
C141-C142	1,383(8)	O21-C8-C9	124,9(5)
C141-C146	1,390(7)	O21-C8-C81	116,2(5)
C142-C143	1,370(8)	C9-C8-C81	118,9(5)
C143-C144	1,380(9)	C82-C81-C86	118,2(6)
C144-C145	1,364(8)	C82-C81-C8	119,3(6)
C145-C146	1,380(8)	C86-C81-C8	122,4(6)
C15-C16	1,385(7)	C81-C82-C83	119,6(7)
C16-C161	1,482(7)	C84-C83-C82	120,9(7)
C161-C166	1,384(7)	C85-C84-C83	119,9(7)
C161-C162	1,395(7)	C84-C85-C86	120,3(7)
C162-C163	1,373(7)	C85-C86-C81	121,0(6)
C163-C164	1,382(8)	C8-C9-C10	128,2(5)
C164-C165	1,360(8)	O22-C10-C9	124,0(6)
C165-C166	1,389(7)	O22-C10-C101	114,1(5)
In4-O42	2,143(4)	C9-C10-C101	121,9(5)
In4-O41	2,168(4)	C106-C101-C102	118,6(6)
In4-C4	2,219(5)	C106-C101-C10	119,0(5)
C4-Si4B	1,79(1)	C102-C101-C10	122,4(6)
C4-Si4A	1,84(1)	C103-C102-C101	118,9(6)
C4-Si41	1,856(5)	C104-C103-C102	121,8(6)
C4-Si42	1,879(5)	C103-C104-C105	119,1(6)
C4-Si43	1,914(5)	C104-C105-C106	120,2(6)
C4-Si4C	1,98(1)	C101-C106-C105	121,3(6)
Si41-C412	1,860(6)	O32-In3-O31	85,1(2)
Si41-C411	1,870(6)	O32-In3-C3	106,1(2)
Si41-C413	1,920(7)	O31-In3-C3	105,6(2)
Si42-C421	1,877(7)	O32-In3-In4	110,0(1)
Si42-C422	1,900(6)	O31-In3-In4	100,4(1)
Si42-C423	1,923(8)	C3-In3-In4	136,8(1)
Si43-C431	1,876(7)	Si33-C3-Si31	113,7(3)
Si43-C433	1,869(6)	Si33-C3-Si32	112,7(3)
Si43-C432	1,871(7)	Si31-C3-Si32	110,9(3)
O41-C17	1,275(6)	Si33-C3-In3	106,8(2)

O42-C19	1,285(6)	Si31-C3-In3	102,2(2)
C17-C18	1,432(8)	Si32-C3-In3	109,9(2)
C17-C171	1,476(8)	C313-Si31-C3	113,0(3)
C171-C172	1,385(8)	C313-Si31-C311	108,2(3)
C171-C176	1,389(8)	C3-Si31-C311	110,0(3)
C172-C173	1,385(8)	C313-Si31-C312	107,2(3)
C173-C174	1,341(9)	C3-Si31-C312	112,7(3)
C174-C175	1,370(9)	C311-Si31-C312	105,3(3)
C175-C176	1,384(9)	C322-Si32-C321	107,2(3)
C18-C19	1,389(8)	C322-Si32-C323	104,8(3)
C19-C191	1,510(7)	C321-Si32-C323	106,4(3)
C191-C192	1,386(8)	C322-Si32-C3	114,2(3)
C191-C196	1,401(8)	C321-Si32-C3	113,5(3)
C192-C193	1,381(8)	C323-Si32-C3	110,2(3)
C193-C194	1,354(8)	C331-Si33-C3	112,5(3)
C194-C195	1,357(9)	C331-Si33-C333	106,5(3)
C195-C196	1,373(8)	C3-Si33-C333	110,7(3)
CH1-CH2	1,46(1)	C331-Si33-C332	107,3(3)
CH2-CH3	1,38(1)	C3-Si33-C332	113,1(3)
CH3-CH4	1,49(2)	C333-Si33-C332	106,4(3)
CH4-CH5	1,39(2)	C14-O31-In3	129,0(3)
CH5-CH6	1,50(2)	C16-O32-In3	126,4(3)
		O31-C14-C15	123,2(5)
		O31-C14-C141	117,3(5)
		C15-C14-C141	119,5(5)
		C142-C141-C146	118,4(5)
		C142-C141-C14	118,5(5)
		C146-C141-C14	123,1(5)
		C143-C142-C141	121,0(6)
		C144-C143-C142	119,8(6)
		C145-C144-C143	120,2(6)
		C144-C145-C146	120,1(6)
		C145-C146-C141	120,5(6)
		C16-C15-C14	128,5(5)
		O32-C16-C15	125,6(5)
		O32-C16-C161	116,1(5)
		C15-C16-C161	118,2(5)
		C166-C161-C162	117,4(5)
		C166-C161-C16	120,5(5)
		C162-C161-C16	122,1(5)
		C163-C162-C161	121,5(5)
		C162-C163-C164	118,9(6)
		C165-C164-C163	121,8(6)
		C164-C165-C166	118,5(6)

C161-C166-C165	121,9(6)
O42-In4-O41	84,4(1)
O42-In4-C4	107(2)
O41-In4-C4	108,4(2)
O42-In4-In3	111,5(1)
O41-In4-In3	99,2(1)
C4-In4-In3	134,5(1)
Si4B-C4-Si4A	119,8(6)
Si41-C4-Si42	112,4(3)
Si41-C4-Si43	112,6(3)
Si42-C4-Si43	111,4(3)
Si4B-C4-Si4C	112,7(6)
Si4A-C4-Si4C	109,7(6)
Si4B-C4-In4	104,9(4)
Si4A-C4-In4	101,3(4)
Si41-C4-In4	105,9(2)
Si42-C4-In4	111,8(3)
Si43-C4-In4	102,2(2)
Si4C-C4-In4	106,8(4)
C4-Si41-C412	111,1(3)
C4-Si41-C411	114,2(3)
C412-Si41-C411	108,1(3)
C4-Si41-C413	112,5(3)
C412-Si41-C413	102,9(3)
C411-Si41-C413	107,4(3)
C4-Si42-C421	113,1(3)
C4-Si42-C422	110,5(3)
C421-Si42-C422	104,7(3)
C4-Si42-C423	112,3(3)
C421-Si42-C423	106,6(4)
C422-Si42-C423	109,3(3)
C431-Si43-C433	107,4(4)
C431-Si43-C432	106,4(3)
C433-Si43-C432	106,4(3)
C431-Si43-C4	111,9(3)
C433-Si43-C4	113,1(3)
C432-Si43-C4	111,3(3)
C17-O41-In4	127,9(4)
C19-O42-In4	128,4(4)
O41-C17-C18	124,4(5)
O41-C17-C171	117,3(5)
C18-C17-C171	118,3(5)
C172-C171-C176	117,9(6)
C172-C171-C17	119,8(5)

C176-C171-C17	122,3(5)
C171-C172-C173	120,8(6)
C174-C173-C172	120,7(6)
C173-C174-C175	119,9(6)
C174-C175-C176	120,7(7)
C175-C176-C171	120,1(6)
C19-C18-C17	126,1(5)
O42-C19-C18	126,3(5)
O42-C19-C191	114,8(5)
C18-C19-C191	118,9(5)
C192-C191-C196	117,8(6)
C192-C191-C19	119,3(5)
C196-C191-C19	122,9(6)
C191-C192-C193	119,9(6)
C194-C193-C192	121,5(6)
C193-C194-C195	119,5(6)
C194-C195-C196	120,8(7)
C195-C196-C191	120,5(6)
CH3-CH2-CH1	123(1)
CH2-CH3-CH4	123(1)
CH5-CH4-CH3	123(1)
CH4-CH5-CH6	118(1)

Kristalldaten zur Struktur von 11

Tabelle 11.26: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 11

Kristalldaten:	
Formel	$C_{39,5}H_{72}In_2O_4Si_6$
Formelgewicht [g/mol]	1009,15
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	$P\bar{1}$
Z	2
Messtemperatur [K]	110
Dichte [g/cm ³]	1,231
a [pm]	875,40(2)
b [pm]	1258,35(3)
c [pm]	2654,02(7)
α [°]	97,636(1)
β [°]	92,702(1)
γ [°]	109,198(1)
V [10 ⁻³⁰ m ³]	2723,6(1)
μ [mm ⁻¹]	1,010
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,05 × 0,065 × 0,22
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,56 ≤ 26,06
	-10 ≤ 10
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-15 ≤ 15
	-30 ≤ 31
Symmetrieunabhängige Reflexe	9288
Messwerte F > 4 σ (F)	8168
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	723
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,041
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,1136
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,457
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-0,905

Tabelle 11.27: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **11**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,53346(3)	0,79397(2)	0,180186(9)	0,01697(9)
C1	0,3775(5)	0,7500(3)	0,1099(2)	0,0224(8)
Si11	0,2433(3)	0,5971(2)	0,10918(9)	0,0263(6)
C111	0,212(4)	0,552(2)	0,1737(7)	0,036(5)
C112	0,037(3)	0,562(3)	0,074(1)	0,045(6)
C113	0,345(2)	0,497(1)	0,0792(6)	0,044(3)
Si12	0,4990(3)	0,7775(2)	0,05553(8)	0,0256(5)
C121	0,675(2)	0,727(2)	0,0593(8)	0,030(4)
C122	0,594(2)	0,933(1)	0,0522(9)	0,036(4)
C123	0,373(1)	0,711(1)	-0,0068(4)	0,040(2)
Si13	0,2522(3)	0,8512(2)	0,12317(8)	0,0230(5)
C131	0,103(2)	0,809(1)	0,1717(5)	0,035(3)
C132	0,138(1)	0,860(1)	0,0629(3)	0,032(2)
C133	0,387(3)	1,002(2)	0,1509(8)	0,038(5)
Si1A	0,1792(3)	0,6649(2)	0,12951(9)	0,0225(6)
C1A1	0,203(3)	0,571(2)	0,1763(7)	0,024(4)
C1A2	0,029(3)	0,575(3)	0,0742(8)	0,041(6)
C1A3	0,082(2)	0,760(1)	0,1664(6)	0,031(3)
Si1B	0,4658(3)	0,6615(2)	0,06078(9)	0,0236(5)
C1B1	0,690(2)	0,716(2)	0,064(1)	0,031(5)
C1B2	0,423(2)	0,511(1)	0,0734(6)	0,041(3)
C1B3	0,379(1)	0,652(1)	-0,0064(4)	0,039(3)
Si1C	0,3846(3)	0,8872(2)	0,08880(9)	0,0226(5)
C1C1	0,568(2)	0,956(2)	0,056(1)	0,032(3)
C1C2	0,200(1)	0,869(1)	0,0445(4)	0,037(2)
C1C3	0,400(3)	0,998(2)	0,1461(6)	0,032(5)
In2	0,63461(3)	0,86526(2)	0,27826(1)	0,0233(1)
C2	0,6152(5)	0,9093(4)	0,3590(2)	0,036(1)
Si21	0,5457(3)	1,0474(2)	0,35945(8)	0,0300(5)
C211	0,407(4)	1,042(3)	0,3020(7)	0,052(4)
C212	0,447(1)	1,0704(9)	0,4191(3)	0,042(2)
C213	0,719(1)	1,1830(7)	0,3562(4)	0,049(2)
Si22	0,4486(3)	0,7901(2)	0,37335(8)	0,0323(5)
C221	0,480(2)	0,652(1)	0,3442(7)	0,036(3)
C222	0,239(2)	0,777(1)	0,3460(7)	0,051(3)
C223	0,438(2)	0,791(1)	0,4436(5)	0,059(4)
Si23	0,8153(3)	0,9521(3)	0,39547(9)	0,0362(6)
C231	0,823(3)	1,037(2)	0,4598(4)	0,048(3)
C232	0,991(1)	1,034(1)	0,3633(4)	0,049(2)
C233	0,858(1)	0,8193(9)	0,4062(4)	0,052(2)

Si2A	0,4343(3)	0,9430(3)	0,3599(1)	0,0271(7)
C2A1	0,427(4)	1,037(3)	0,3114(7)	0,035(5)
C2A2	0,412(2)	1,013(1)	0,4244(5)	0,046(4)
C2A3	0,240(2)	0,818(1)	0,3389(7)	0,042(4)
Si2B	0,5826(4)	0,7590(3)	0,3867(1)	0,0331(8)
C2B1	0,444(3)	0,628(2)	0,340(1)	0,051(6)
C2B2	0,474(3)	0,755(2)	0,4470(8)	0,060(6)
C2B3	0,773(2)	0,729(1)	0,4032(5)	0,050(3)
Si2C	0,8104(4)	1,0134(3)	0,3909(1)	0,0281(7)
C2C1	0,830(5)	1,037(3)	0,4627(5)	0,050(3)
C2C2	0,828(2)	1,1542(9)	0,3720(5)	0,043(3)
C2C3	0,997(2)	0,982(1)	0,3716(7)	0,044(3)
O11	0,8372(4)	0,9979(3)	0,2521(1)	0,0370(8)
O12	0,7655(4)	0,9250(3)	0,1690(1)	0,0293(6)
C11	0,8568(5)	0,9964(4)	0,2051(2)	0,0292(9)
C12	1,0003(5)	1,0889(4)	0,1910(2)	0,0276(9)
C13	1,0207(6)	1,0954(4)	0,1399(2)	0,0317(9)
C14	1,1509(6)	1,1805(4)	0,1258(2)	0,036(1)
C141	1,1724(8)	1,1863(6)	0,0697(2)	0,058(2)
C15	1,2595(6)	1,2582(4)	0,1646(2)	0,037(1)
C16	1,2418(6)	1,2517(4)	0,2158(2)	0,033(1)
C161	1,3613(7)	1,3378(5)	0,2563(2)	0,054(2)
C17	1,1105(5)	1,1664(4)	0,2290(2)	0,0306(9)
O21	0,6535(4)	0,6662(3)	0,1861(1)	0,0301(7)
O22	0,7633(4)	0,7392(3)	0,2668(1)	0,0363(7)
C21	0,7285(5)	0,6630(4)	0,2277(2)	0,0311(9)
C22	0,7778(6)	0,5607(4)	0,2304(2)	0,036(1)
C23	0,8563(6)	0,5517(5)	0,2752(2)	0,047(1)
C24	0,8995(7)	0,4551(6)	0,2789(3)	0,062(2)
C241	0,9863(9)	0,4451(6)	0,3282(3)	0,090(3)
C25	0,8628(7)	0,3696(5)	0,2362(3)	0,059(2)
C26	0,7860(7)	0,3783(5)	0,1908(3)	0,050(1)
C261	0,7517(9)	0,2862(5)	0,1455(3)	0,071(2)
C27	0,7444(6)	0,4755(4)	0,1886(2)	0,041(1)
CH1	0,330(2)	0,347(2)	0,4154(7)	0,090(5)
CH2	0,515(2)	0,393(3)	0,419(1)	0,09(1)
CH3	0,515(9)	0,483(5)	0,465(2)	0,14(2)
CH4	0,617(8)	0,560(6)	0,514(3)	0,24(4)
CH5	0,779(4)	0,649(3)	0,538(2)	0,09(1)

Tabelle 11.28: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **11** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $\exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0143(2)	0,0212(2)	0,0170(2)	0,0030(1)	-0,0008(1)	0,0084(1)
C1	0,019(2)	0,027(2)	0,023(2)	0,006(2)	0,001(2)	0,009(2)
Si11	0,026(1)	0,023(1)	0,028(1)	0,0010(8)	-0,0011(9)	0,006(1)
C111	0,05(1)	0,023(8)	0,042(6)	0,008(5)	0,017(6)	0,019(7)
C112	0,018(8)	0,037(9)	0,06(1)	0,007(7)	-0,015(8)	-0,010(8)
C113	0,062(9)	0,032(6)	0,045(6)	-0,004(5)	0,000(6)	0,026(6)
Si12	0,020(1)	0,038(1)	0,021(1)	0,0071(9)	0,0022(8)	0,012(1)
C121	0,045(8)	0,049(8)	0,011(6)	0,012(5)	0,012(6)	0,031(6)
C122	0,035(9)	0,047(7)	0,032(6)	0,019(6)	0,006(6)	0,015(5)
C123	0,036(6)	0,062(7)	0,025(5)	0,000(5)	0,001(4)	0,025(6)
Si13	0,017(1)	0,028(1)	0,028(1)	0,0054(8)	-0,0003(8)	0,0131(9)
C131	0,033(6)	0,044(7)	0,040(6)	0,014(6)	0,013(5)	0,022(6)
C132	0,026(5)	0,039(5)	0,036(5)	0,015(4)	-0,005(4)	0,015(4)
C133	0,022(7)	0,038(9)	0,049(9)	0,002(7)	-0,005(6)	0,006(6)
Si1A	0,015(1)	0,024(1)	0,028(1)	0,0054(9)	0,0015(9)	0,0049(9)
C1A1	0,016(7)	0,015(7)	0,040(7)	0,007(5)	-0,001(5)	0,003(6)
C1A2	0,03(1)	0,06(1)	0,021(9)	0,004(7)	-0,003(6)	0,005(9)
C1A3	0,023(5)	0,033(7)	0,044(6)	0,008(5)	0,010(4)	0,017(6)
Si1B	0,019(1)	0,030(1)	0,021(1)	-0,0006(9)	0,0008(8)	0,009(1)
C1B1	0,015(5)	0,043(9)	0,04(1)	0,012(7)	-0,002(5)	0,018(5)
C1B2	0,039(7)	0,035(5)	0,048(7)	-0,003(5)	0,005(6)	0,016(5)
C1B3	0,022(5)	0,066(8)	0,025(5)	-0,001(5)	-0,006(4)	0,015(6)
Si1C	0,017(1)	0,027(1)	0,026(1)	0,0110(9)	-0,0017(9)	0,0085(9)
C1C1	0,023(6)	0,039(8)	0,038(7)	0,020(7)	-0,001(5)	0,011(6)
C1C2	0,026(5)	0,051(7)	0,034(6)	0,020(5)	-0,001(4)	0,010(5)
C1C3	0,05(1)	0,028(7)	0,038(8)	0,001(6)	-0,003(6)	0,036(7)
In2	0,0175(2)	0,0333(2)	0,0161(2)	0,0003(1)	0,0024(1)	0,0059(1)
C2	0,024(2)	0,056(3)	0,020(2)	-0,002(2)	0,002(2)	0,007(2)
Si21	0,028(1)	0,035(1)	0,025(1)	-0,0011(8)	0,0029(8)	0,0106(9)
C211	0,063(9)	0,055(9)	0,045(7)	0,003(7)	-0,003(6)	0,032(7)
C212	0,033(5)	0,058(7)	0,032(5)	-0,008(4)	0,006(3)	0,018(6)
C213	0,048(5)	0,041(5)	0,052(6)	0,007(4)	0,007(4)	0,007(4)
Si22	0,032(1)	0,038(1)	0,025(1)	0,0053(8)	0,0092(8)	0,0070(9)
C221	0,029(7)	0,026(6)	0,049(6)	0,013(4)	0,006(5)	-0,001(6)
C222	0,031(5)	0,050(7)	0,066(8)	0,003(6)	0,005(5)	0,008(5)
C223	0,07(1)	0,06(1)	0,034(5)	0,014(5)	0,022(5)	0,009(7)
Si23	0,026(1)	0,057(2)	0,023(1)	0,003(1)	-0,0068(8)	0,012(1)
C231	0,032(5)	0,070(8)	0,028(5)	-0,009(5)	-0,020(4)	0,007(6)
C232	0,025(5)	0,065(7)	0,047(6)	0,002(5)	-0,009(4)	0,005(5)

C233	0,053(6)	0,072(6)	0,037(5)	0,009(4)	-0,010(4)	0,033(5)
Si2A	0,019(1)	0,039(2)	0,022(1)	-0,003(1)	0,002(1)	0,011(1)
C2A1	0,05(1)	0,039(8)	0,034(8)	0,005(7)	0,017(9)	0,035(9)
C2A2	0,035(8)	0,07(1)	0,030(6)	-0,001(6)	0,008(5)	0,021(9)
C2A3	0,024(7)	0,06(1)	0,032(8)	0,000(7)	0,011(5)	0,002(6)
Si2B	0,044(2)	0,036(2)	0,019(2)	0,009(1)	0,007(1)	0,011(1)
C2B1	0,05(1)	0,04(1)	0,05(1)	0,013(6)	0,021(7)	-0,016(9)
C2B2	0,07(1)	0,07(2)	0,040(8)	0,013(8)	0,024(8)	0,02(1)
C2B3	0,070(8)	0,052(7)	0,038(5)	0,002(5)	-0,003(5)	0,036(7)
Si2C	0,020(2)	0,034(2)	0,029(2)	-0,002(1)	-0,002(1)	0,010(2)
C2C1	0,070(8)	0,052(7)	0,038(5)	0,002(5)	-0,003(5)	0,036(7)
C2C2	0,040(7)	0,032(6)	0,052(7)	-0,005(5)	-0,008(6)	0,011(5)
C2C3	0,019(6)	0,051(9)	0,065(9)	0,010(7)	0,001(6)	0,016(7)
O11	0,028(2)	0,044(2)	0,027(2)	-0,001(1)	0,006(1)	-0,002(2)
O12	0,020(2)	0,037(2)	0,028(2)	0,004(1)	0,001(1)	0,005(1)
C11	0,022(2)	0,033(2)	0,031(2)	0,005(2)	0,004(2)	0,007(2)
C12	0,020(2)	0,031(2)	0,035(2)	0,009(2)	0,005(2)	0,011(2)
C13	0,027(2)	0,034(2)	0,036(2)	0,009(2)	0,002(2)	0,010(2)
C14	0,034(3)	0,040(3)	0,039(3)	0,019(2)	0,009(2)	0,015(2)
C141	0,056(4)	0,063(4)	0,048(4)	0,027(3)	0,014(3)	0,005(3)
C15	0,026(2)	0,027(2)	0,057(3)	0,014(2)	0,005(2)	0,006(2)
C16	0,029(2)	0,023(2)	0,045(3)	0,005(2)	0,002(2)	0,007(2)
C161	0,045(3)	0,042(3)	0,057(4)	0,004(2)	0,000(3)	-0,007(3)
C17	0,027(2)	0,029(2)	0,037(2)	0,005(2)	0,002(2)	0,012(2)
O21	0,035(2)	0,038(2)	0,028(2)	0,007(1)	0,001(1)	0,025(2)
O22	0,031(2)	0,054(2)	0,031(2)	0,009(2)	-0,002(1)	0,025(2)
C21	0,028(2)	0,042(3)	0,031(2)	0,012(2)	0,004(2)	0,019(2)
C22	0,025(2)	0,046(3)	0,047(3)	0,025(2)	0,005(2)	0,018(2)
C23	0,029(3)	0,057(3)	0,064(4)	0,034(3)	-0,003(2)	0,016(2)
C24	0,032(3)	0,062(4)	0,102(5)	0,055(4)	-0,004(3)	0,015(3)
C241	0,063(5)	0,074(5)	0,134(7)	0,063(5)	-0,037(5)	0,011(4)
C25	0,031(3)	0,046(3)	0,113(6)	0,045(4)	0,007(3)	0,018(3)
C26	0,032(3)	0,046(3)	0,084(4)	0,029(3)	0,013(3)	0,022(2)
C261	0,062(4)	0,040(3)	0,124(7)	0,019(3)	0,021(4)	0,031(3)
C27	0,030(3)	0,045(3)	0,059(3)	0,024(2)	0,011(2)	0,023(2)

Tabelle 11.29: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **11**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,1384	0,4753	0,1697	0,044
H11B	0,1677	0,6018	0,1940	0,044

H11C	0,3145	0,5568	0,1902	0,044
H11D	0,0492	0,5755	0,0389	0,054
H11E	-0,0189	0,6095	0,0899	0,054
H11F	-0,0258	0,4835	0,0735	0,054
H11G	0,2688	0,4209	0,0731	0,053
H11H	0,4360	0,5008	0,1018	0,053
H11I	0,3819	0,5192	0,0474	0,053
H12A	0,7523	0,7736	0,0869	0,036
H12B	0,7243	0,7322	0,0278	0,036
H12C	0,6382	0,6493	0,0650	0,036
H12D	0,5108	0,9650	0,0468	0,043
H12E	0,6616	0,9420	0,0244	0,043
H12F	0,6596	0,9708	0,0837	0,043
H12G	0,3244	0,6300	-0,0073	0,048
H12H	0,4401	0,7245	-0,0343	0,048
H12I	0,2885	0,7431	-0,0106	0,048
H13A	0,1600	0,8117	0,2038	0,042
H13B	0,0288	0,7331	0,1603	0,042
H13C	0,0428	0,8608	0,1758	0,042
H13D	0,0705	0,9052	0,0710	0,038
H13E	0,0705	0,7843	0,0473	0,038
H13F	0,2132	0,8935	0,0398	0,038
H13G	0,3235	1,0417	0,1682	0,046
H13H	0,4352	1,0411	0,1238	0,046
H13I	0,4717	0,9992	0,1746	0,046
H1A1	0,2487	0,5168	0,1604	0,029
H1A2	0,0988	0,5316	0,1868	0,029
H1A3	0,2741	0,6169	0,2055	0,029
H1A4	0,0180	0,6218	0,0496	0,049
H1A5	-0,0744	0,5402	0,0864	0,049
H1A6	0,0676	0,5163	0,0584	0,049
H1A7	0,1441	0,7929	0,1989	0,037
H1A8	-0,0267	0,7156	0,1717	0,037
H1A9	0,0795	0,8192	0,1475	0,037
H1B1	0,7259	0,6663	0,0403	0,037
H1B2	0,7349	0,7186	0,0978	0,037
H1B3	0,7254	0,7911	0,0549	0,037
H1B4	0,3074	0,4747	0,0733	0,049
H1B5	0,4756	0,5124	0,1060	0,049
H1B6	0,4624	0,4699	0,0472	0,049
H1B7	0,4223	0,6060	-0,0293	0,046
H1B8	0,4085	0,7273	-0,0154	0,046
H1B9	0,2632	0,6187	-0,0088	0,046
H1C1	0,6643	0,9746	0,0792	0,038

H1C2	0,5611	1,0249	0,0457	0,038
H1C3	0,5739	0,9051	0,0266	0,038
H1C4	0,1044	0,8448	0,0621	0,044
H1C5	0,1924	0,8129	0,0153	0,044
H1C6	0,2097	0,9404	0,0334	0,044
H1C7	0,3115	0,9689	0,1663	0,039
H1C8	0,3941	1,0659	0,1348	0,039
H1C9	0,5010	1,0146	0,1663	0,039
H21A	0,3146	0,9724	0,2978	0,063
H21B	0,4643	1,0434	0,2721	0,063
H21C	0,3698	1,1058	0,3068	0,063
H21D	0,5236	1,0834	0,4484	0,050
H21E	0,3545	1,0042	0,4207	0,050
H21F	0,4130	1,1355	0,4190	0,050
H21G	0,6773	1,2444	0,3551	0,059
H21H	0,7722	1,1732	0,3260	0,059
H21I	0,7953	1,2003	0,3858	0,059
H22A	0,4602	0,6419	0,3077	0,043
H22B	0,4058	0,5890	0,3569	0,043
H22C	0,5896	0,6569	0,3534	0,043
H22D	0,2194	0,8469	0,3557	0,061
H22E	0,1590	0,7163	0,3589	0,061
H22F	0,2308	0,7595	0,3094	0,061
H22G	0,5402	0,7922	0,4590	0,071
H22H	0,3532	0,7244	0,4495	0,071
H22I	0,4162	0,8579	0,4584	0,071
H23A	0,8220	1,1113	0,4557	0,058
H23B	0,9205	1,0437	0,4801	0,058
H23C	0,7301	0,9988	0,4766	0,058
H23D	0,9966	0,9888	0,3316	0,059
H23E	1,0899	1,0503	0,3850	0,059
H23F	0,9782	1,1033	0,3568	0,059
H23G	0,7752	0,7749	0,4248	0,062
H23H	0,9621	0,8400	0,4255	0,062
H23I	0,8592	0,7753	0,3739	0,062
H2A1	0,5213	1,1047	0,3178	0,042
H2A2	0,3309	1,0576	0,3136	0,042
H2A3	0,4250	0,9970	0,2778	0,042
H2A4	0,4146	0,9637	0,4490	0,056
H2A5	0,3110	1,0267	0,4238	0,056
H2A6	0,5003	1,0837	0,4336	0,056
H2A7	0,2384	0,7900	0,3033	0,050
H2A8	0,1484	0,8426	0,3440	0,050
H2A9	0,2358	0,7588	0,3586	0,050

H2B1	0,4994	0,6167	0,3104	0,061
H2B2	0,3457	0,6407	0,3297	0,061
H2B3	0,4187	0,5618	0,3565	0,061
H2B4	0,4434	0,6802	0,4559	0,072
H2B5	0,3782	0,7752	0,4412	0,072
H2B6	0,5449	0,8090	0,4744	0,072
H2B7	0,8346	0,7829	0,4322	0,060
H2B8	0,8372	0,7356	0,3747	0,060
H2B9	0,7458	0,6533	0,4113	0,060
H2C1	0,7548	1,0734	0,4748	0,060
H2C2	0,9385	1,0842	0,4754	0,060
H2C3	0,8052	0,9647	0,4745	0,060
H2C4	0,8341	1,1500	0,3358	0,052
H2C5	0,9239	1,2114	0,3896	0,052
H2C6	0,7341	1,1736	0,3808	0,052
H2C7	0,9884	0,9065	0,3776	0,053
H2C8	1,0914	1,0364	0,3913	0,053
H2C9	1,0060	0,9860	0,3360	0,053
H13	0,9442	1,0407	0,1140	0,038
H14A	1,1280	1,1111	0,0503	0,069
H14B	1,2860	1,2177	0,0654	0,069
H14C	1,1168	1,2339	0,0578	0,069
H15	1,3494	1,3181	0,1555	0,044
H16A	1,3955	1,4109	0,2453	0,064
H16B	1,4540	1,3147	0,2621	0,064
H16C	1,3106	1,3425	0,2874	0,064
H17	1,0959	1,1610	0,2643	0,037
H23	0,8814	0,6119	0,3039	0,057
H24A	0,9150	0,3859	0,3440	0,108
H24B	1,0168	0,5161	0,3510	0,108
H24C	1,0818	0,4269	0,3207	0,108
H25	0,8917	0,3029	0,2385	0,071
H26A	0,6472	0,2745	0,1283	0,085
H26B	0,7520	0,2168	0,1567	0,085
H26C	0,8338	0,3083	0,1225	0,085
H27	0,6917	0,4834	0,1574	0,049

Tabelle 11.30: Nicht in Tab. 4.4 (S. 48) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **11**

C1-Si11	1,893(4)	Si1A-C1-Si1C	115,4(2)
C1-Si12	1,835(5)	Si12-C1-Si11	116,1(2)
C1-Si13	1,946(4)	Si11-C1-Si13	110,0(2)

C1-Si1A	1,855(5)	Si1A-C1-Si1B	113,2(2)
C1-Si1C	1,867(4)	Si1C-C1-Si1B	111,2(2)
C1-Si1B	1,953(5)	Si12-C1-In1	110,4(2)
Si11-C111	1,88(1)	Si1A-C1-In1	102,3(2)
Si11-C113	1,88(1)	Si1C-C1-In1	106,6(2)
Si11-C112	1,89(1)	Si11-C1-In1	104,8(2)
Si12-C121	1,85(1)	Si13-C1-In1	100,7(2)
Si12-C123	1,874(9)	Si1B-C1-In1	107,2(2)
Si12-C122	1,87(1)	C111-Si11-C113	101,5(9)
Si13-C132	1,880(7)	C111-Si11-C112	108(1)
Si13-C131	1,88(1)	C113-Si11-C112	109(1)
Si13-C133	1,90(1)	C111-Si11-C1	115,2(9)
Si1A-C1A1	1,87(1)	C113-Si11-C1	109,9(5)
Si1A-C1A3	1,88(1)	C112-Si11-C1	113(1)
Si1A-C1A2	1,89(1)	C1-Si12-C121	112,4(7)
Si1B-C1B1	1,85(1)	C1-Si12-C123	111,5(4)
Si1B-C1B3	1,876(9)	C121-Si12-C123	109,2(8)
Si1B-C1B2	1,88(1)	C1-Si12-C122	113,2(6)
Si1C-C1C1	1,87(2)	C121-Si12-C122	104(1)
Si1C-C1C2	1,884(7)	C123-Si12-C122	106,6(8)
Si1C-C1C3	1,889(9)	C132-Si13-C131	108,1(6)
C11-C12	1,508(6)	C132-Si13-C133	107,3(8)
C12-C13	1,386(6)	C131-Si13-C133	104,3(9)
C12-C17	1,390(6)	C132-Si13-C1	111,3(4)
C13-C14	1,388(7)	C131-Si13-C1	113,6(4)
C14-C15	1,396(7)	C133-Si13-C1	111,8(8)
C14-C141	1,520(7)	C1-Si1A-C1A1	112,0(7)
C15-C16	1,384(7)	C1-Si1A-C1A3	110,9(4)
C16-C17	1,387(6)	C1A1-Si1A-C1A3	103(1)
C16-C161	1,504(7)	C1-Si1A-C1A2	113,6(9)
C2-Si2A	1,769(5)	C1A1-Si1A-C1A2	109(1)
C2-Si22	1,814(4)	C1A3-Si1A-C1A2	108(1)
C2-Si23	1,838(4)	C1B1-Si1B-C1B3	109,1(9)
C2-Si2C	1,857(5)	C1B1-Si1B-C1B2	102,4(9)
C2-Si21	2,019(5)	C1B3-Si1B-C1B2	107,1(6)
C2-Si2B	2,058(5)	C1B1-Si1B-C1	113,5(9)
Si21-C212	1,873(8)	C1B3-Si1B-C1	111,7(4)
Si21-C211	1,89(2)	C1B2-Si1B-C1	112,5(4)
Si21-C213	1,889(9)	C1-Si1C-C1C1	114,8(5)
Si22-C223	1,87(1)	C1-Si1C-C1C2	111,7(4)
Si22-C222	1,89(1)	C1C1-Si1C-C1C2	107,4(8)
Si22-C221	1,91(1)	C1-Si1C-C1C3	110,0(7)
Si23-C232	1,86(1)	C1C1-Si1C-C1C3	103(1)
Si23-C231	1,88(1)	C1C2-Si1C-C1C3	109,4(8)

Si23-C233	1,88(1)	O12-C11-C12	117,0(4)
Si2A-C2A2	1,87(1)	O11-C11-C12	117,3(4)
Si2A-C2A1	1,87(2)	C13-C12-C17	120,7(4)
Si2A-C2A3	1,89(2)	C13-C12-C11	119,4(4)
Si2B-C2B3	1,87(1)	C17-C12-C11	119,9(4)
Si2B-C2B2	1,90(2)	C12-C13-C14	120,5(4)
Si2B-C2B1	1,93(2)	C13-C14-C15	118,0(5)
Si2C-C2C1	1,88(1)	C13-C14-C141	120,0(5)
Si2C-C2C2	1,87(1)	C15-C14-C141	122,0(5)
Si2C-C2C3	1,88(1)	C16-C15-C14	122,1(4)
C21-C22	1,495(6)	C15-C16-C17	119,0(4)
C22-C27	1,383(8)	C15-C16-C161	120,3(4)
C22-C23	1,383(7)	C17-C16-C161	120,6(5)
C23-C24	1,400(8)	C12-C17-C16	119,7(4)
C24-C25	1,40(1)	Si22-C2-Si23	120,1(3)
C24-C241	1,522(9)	Si2A-C2-Si2C	120,7(3)
C25-C26	1,387(9)	Si22-C2-Si21	110,0(2)
C26-C27	1,394(6)	Si23-C2-Si21	109,0(2)
C26-C261	1,50(1)	Si2A-C2-Si2B	110,2(2)
CH1-CH2	1,52(1)	Si2C-C2-Si2B	107,0(3)
CH2-CH3	1,55(1)	Si2A-C2-In2	103,6(2)
CH3-CH4	1,55(1)	Si22-C2-In2	104,2(2)
CH4-CH5	1,54(1)	Si23-C2-In2	110,5(2)
CH5-CH1	1,61(4)	Si2C-C2-In2	110,5(2)
		Si21-C2-In2	101,4(2)
		Si2B-C2-In2	103,5(2)
		C212-Si21-C211	109,7(9)
		C212-Si21-C213	107,8(5)
		C211-Si21-C213	101(1)
		C212-Si21-C2	109,8(4)
		C211-Si21-C2	114,6(9)
		C213-Si21-C2	113,6(3)
		C2-Si22-C223	112,3(6)
		C2-Si22-C222	116,3(4)
		C223-Si22-C222	106,2(8)
		C2-Si22-C221	108,2(7)
		C223-Si22-C221	108,7(8)
		C222-Si22-C221	104,8(6)
		C2-Si23-C232	115,8(4)
		C2-Si23-C231	112,4(7)
		C232-Si23-C231	107,7(8)
		C2-Si23-C233	108,3(4)
		C232-Si23-C233	104,7(5)
		C231-Si23-C233	107,4(7)

C2-Si2A-C2A2	111,9(6)
C2-Si2A-C2A1	111(1)
C2A2-Si2A-C2A1	109,9(9)
C2-Si2A-C2A3	115,2(6)
C2A2-Si2A-C2A3	107,5(8)
C2A1-Si2A-C2A3	101(1)
C2B3-Si2B-C2B2	106,1(8)
C2B3-Si2B-C2B1	107(1)
C2B2-Si2B-C2B1	104(1)
C2B3-Si2B-C2	115,4(5)
C2B2-Si2B-C2	111,0(7)
C2B1-Si2B-C2	112(1)
C2-Si2C-C2C1	116(1)
C2-Si2C-C2C2	107,1(5)
C2C1-Si2C-C2C2	106(1)
C2-Si2C-C2C3	114,8(6)
C2C1-Si2C-C2C3	106(1)
C2C2-Si2C-C2C3	106,5(7)
O22-C21-C22	118,0(4)
O21-C21-C22	117,1(4)
C27-C22-C23	120,2(5)
C27-C22-C21	120,4(4)
C23-C22-C21	119,4(5)
C22-C23-C24	120,2(6)
C25-C24-C23	118,4(6)
C25-C24-C241	121,3(6)
C23-C24-C241	120,3(7)
C26-C25-C24	122,0(5)
C25-C26-C27	118,0(6)
C25-C26-C261	120,6(5)
C27-C26-C261	121,4(6)
C22-C27-C26	121,2(5)
CH2-CH1-CH5	122(2)
CH2-CH1-CH3	41(1)
CH5-CH1-CH3	85(2)
CH1-CH2-CH3	99(2)
CH4-CH3-CH2	90(4)
CH2-CH3-CH4	151(4)
CH2-CH3-CH1	40(1)
CH4-CH3-CH1	153(4)
CH3-CH3-CH1	110(3)
CH3-CH4-CH5	150(5)
CH5-CH4-CH3	132(5)
CH4-CH5-CH1	71(2)

Kristalldaten zur Struktur von 14

Tabelle 11.31: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 14

Kristalldaten:	
Formel	$C_{34}H_{84}O_9Si_8Cl_2KIn$
Formelgewicht [g/mol]	543,28
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Z	4
Messtemperatur [K]	293
Dichte [g/cm ³]	1,253
a [pm]	17,538(4)
b [pm]	9,965(2)
c [pm]	32,979(7)
α [°]	90
β [°]	92,59(3)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	5758(2)
μ [mm ⁻¹]	0,782
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,11 × 0,09 × 0,06
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,73 ≤ 25,97
	-21 ≤ h ≤ 21
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-12 ≤ k ≤ 12
	-40 ≤ l ≤ 40
Symmetrieunabhängige Reflexe	11223
Messwerte F > 4 σ (F)	7503
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	727
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,0509
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,1342
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,870
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-1,310

Tabelle 11.32: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **14**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
In1	0,24068(2)	0,19062(3)	0,135270(8)	0,0258(1)
Cl1	0,35977(5)	0,2974(1)	0,11161(3)	0,0295(2)
Cl2	0,25098(6)	-0,0361(1)	0,10280(3)	0,0295(2)
Si1	0,11664(7)	0,3122(1)	0,11029(3)	0,0289(3)
Si4	0,24738(7)	0,1752(1)	0,21366(3)	0,0299(3)
Si11	0,0371(2)	0,1784(5)	0,0675(1)	0,044(1)
C111	-0,064(2)	0,254(4)	0,0617(9)	0,060(6)
C112	0,0319(6)	0,004(1)	0,0871(4)	0,062(3)
C113	0,0784(8)	0,169(2)	0,0163(4)	0,094(6)
Si12	0,1377(2)	0,5203(4)	0,0829(2)	0,047(1)
C121	0,0482(8)	0,613(2)	0,0705(5)	0,077(4)
C122	0,1874(9)	0,507(2)	0,0359(5)	0,078(4)
C123	0,198(1)	0,621(2)	0,1203(6)	0,087(5)
Si02	0,0585(2)	0,3324(5)	0,1745(1)	0,0335(8)
C021	-0,0148(6)	0,199(1)	0,1826(3)	0,054(3)
C022	0,0067(7)	0,494(1)	0,1802(4)	0,061(3)
Si03	0,1536(3)	0,3209(4)	0,2278(1)	0,0325(9)
C031	0,1952(7)	0,494(1)	0,2325(3)	0,049(3)
C032	0,1074(7)	0,286(1)	0,2769(3)	0,052(3)
Si41	0,3659(3)	0,2410(6)	0,2441(2)	0,039(1)
C411	0,351(2)	0,278(4)	0,3026(9)	0,046(7)
C412	0,3996(8)	0,404(2)	0,2248(4)	0,075(4)
C413	0,4434(7)	0,121(2)	0,2365(6)	0,083(6)
Si42	0,2242(5)	-0,050(1)	0,2299(3)	0,038(2)
C421	0,223(2)	-0,078(3)	0,2861(8)	0,061(6)
C422	0,1287(7)	-0,104(1)	0,2074(5)	0,054(3)
C423	0,2987(8)	-0,164(2)	0,2119(6)	0,060(4)
Si1A	0,0508(2)	0,2246(5)	0,0528(1)	0,039(1)
C1A1	-0,050(2)	0,265(5)	0,0522(9)	0,059(7)
C1A2	0,0832(7)	0,291(2)	0,0034(3)	0,052(3)
C1A3	0,0610(9)	0,041(1)	0,0511(4)	0,065(4)
Si1B	0,1465(2)	0,5436(4)	0,1032(2)	0,040(1)
C1B1	0,2257(8)	0,590(1)	0,1391(5)	0,055(4)
C1B2	0,0627(9)	0,652(2)	0,1146(9)	0,112(8)
C1B3	0,172(2)	0,587(2)	0,0523(5)	0,13(1)
Si2A	0,0502(2)	0,2595(5)	0,1665(1)	0,0331(9)
C2A1	-0,0428(6)	0,352(2)	0,1710(4)	0,064(4)
C2A2	0,0253(7)	0,078(1)	0,1619(3)	0,051(3)
Si3A	0,1254(3)	0,2819(5)	0,2272(1)	0,0293(9)
C3A1	0,0729(8)	0,200(2)	0,2695(3)	0,051(3)

C3A2	0,1341(8)	0,464(1)	0,2413(4)	0,055(3)
Si4A	0,3491(3)	0,2915(6)	0,2454(2)	0,035(1)
C4A1	0,352(2)	0,253(5)	0,299(1)	0,06(1)
C4A2	0,3503(8)	0,471(1)	0,2312(5)	0,059(4)
C4A3	0,4392(9)	0,219(2)	0,2282(6)	0,071(5)
Si4B	0,2453(6)	-0,043(1)	0,2384(3)	0,039(2)
C4B1	0,334(1)	-0,130(2)	0,2224(9)	0,083(7)
C4B2	0,243(2)	-0,045(3)	0,2953(8)	0,054(5)
C4B3	0,1621(9)	-0,143(1)	0,2189(5)	0,052(3)
K1	0,35779(5)	0,3124(1)	0,40325(3)	0,0353(2)
O1	0,5052(2)	0,2245(3)	0,3886(1)	0,0398(8)
C11	0,5537(3)	0,3103(5)	0,3673(2)	0,047(1)
C12	0,5387(3)	0,4510(5)	0,3785(2)	0,047(1)
O2	0,4624(2)	0,4842(4)	0,3656(1)	0,0430(8)
C21	0,4425(3)	0,6191(5)	0,3721(2)	0,046(1)
C22	0,3663(3)	0,6454(6)	0,3518(2)	0,050(1)
O3	0,3106(2)	0,5684(4)	0,3720(1)	0,0447(8)
C31	0,2377(3)	0,5748(7)	0,3516(2)	0,058(2)
C32	0,1822(3)	0,4939(7)	0,3748(2)	0,060(2)
O4	0,2030(2)	0,3582(4)	0,3762(1)	0,0469(9)
C41	0,1530(3)	0,2797(7)	0,3995(2)	0,060(2)
C42	0,1699(3)	0,1375(7)	0,3954(2)	0,059(2)
O5	0,2446(2)	0,1101(4)	0,4120(1)	0,0479(9)
C51	0,2648(3)	-0,0280(6)	0,4104(2)	0,055(2)
C52	0,3452(3)	-0,0453(6)	0,4237(2)	0,050(1)
O6	0,3919(2)	0,0243(4)	0,3969(1)	0,0462(9)
C61	0,4702(3)	0,0037(6)	0,4063(2)	0,052(1)
C62	0,5170(3)	0,0885(5)	0,3792(2)	0,053(1)
O7	0,4027(2)	0,2350(4)	0,4838(1)	0,058(1)
C71	0,3296(4)	0,2381(7)	0,5012(2)	0,065(2)
C72	0,3028(4)	0,3769(7)	0,5090(2)	0,065(2)
O8	0,3016(2)	0,4510(5)	0,4723(1)	0,058(1)
C81	0,2796(4)	0,5883(7)	0,4763(2)	0,064(2)
C82	0,3347(4)	0,6732(7)	0,5016(2)	0,065(2)
O9	0,4069(2)	0,6685(4)	0,4839(1)	0,057(1)
C91	0,4635(4)	0,7401(7)	0,5066(2)	0,061(2)
C92	0,4612(4)	0,2950(7)	0,5096(2)	0,062(2)

Tabelle 11.33: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **14** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $\exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
In1	0,0249(2)	0,0279(2)	0,0247(2)	-0,0007(1)	0,0015(1)	-0,0001(1)
C11	0,0193(4)	0,0410(6)	0,0289(5)	-0,0048(4)	0,0103(4)	-0,0119(4)
C12	0,0274(5)	0,0181(5)	0,0429(6)	-0,0151(4)	0,0015(4)	0,0053(4)
Si1	0,0286(6)	0,0311(6)	0,0267(6)	0,0001(5)	-0,0033(5)	0,0021(5)
Si4	0,0319(6)	0,0324(7)	0,0250(6)	0,0033(5)	-0,0043(5)	-0,0040(5)
Si11	0,031(2)	0,063(3)	0,038(2)	-0,010(2)	-0,006(2)	-0,005(2)
C111	0,03(1)	0,11(1)	0,04(1)	0,02(1)	0,002(7)	0,001(9)
C112	0,044(6)	0,053(7)	0,086(9)	-0,018(6)	-0,012(6)	-0,010(5)
C113	0,056(8)	0,18(2)	0,048(7)	-0,04(1)	0,008(6)	-0,03(1)
Si12	0,049(2)	0,035(2)	0,057(3)	0,012(2)	0,008(2)	0,008(2)
C121	0,080(9)	0,064(9)	0,09(1)	0,035(8)	0,021(8)	0,023(7)
C122	0,09(1)	0,07(1)	0,08(1)	0,033(8)	0,022(8)	0,012(8)
C123	0,10(1)	0,051(9)	0,11(1)	0,025(9)	-0,03(1)	-0,037(9)
Si02	0,028(1)	0,040(2)	0,033(2)	-0,005(1)	0,003(1)	0,005(1)
C021	0,037(5)	0,075(8)	0,050(6)	-0,005(6)	0,005(5)	-0,011(6)
C022	0,066(7)	0,065(8)	0,052(7)	-0,008(6)	-0,002(6)	0,033(6)
Si03	0,034(2)	0,037(2)	0,027(1)	-0,003(1)	0,001(2)	-0,001(2)
C031	0,057(7)	0,042(6)	0,046(6)	0,000(5)	-0,006(5)	-0,004(5)
C032	0,055(7)	0,070(8)	0,032(5)	0,006(5)	0,010(5)	0,000(6)
Si41	0,029(2)	0,055(3)	0,034(2)	-0,005(2)	-0,006(2)	-0,002(2)
C411	0,06(1)	0,05(1)	0,025(9)	0,01(1)	-0,003(8)	-0,02(1)
C412	0,061(8)	0,09(1)	0,070(8)	-0,007(8)	-0,016(7)	-0,033(8)
C413	0,027(6)	0,12(1)	0,10(1)	-0,05(1)	-0,010(6)	0,014(9)
Si42	0,044(4)	0,036(2)	0,034(4)	0,005(3)	0,010(2)	0,002(3)
C421	0,09(2)	0,05(1)	0,04(1)	0,009(9)	0,02(1)	-0,01(1)
C422	0,047(8)	0,036(7)	0,08(1)	0,000(6)	0,007(7)	-0,005(6)
C423	0,048(9)	0,047(9)	0,09(1)	0,015(7)	0,017(8)	0,006(7)
Si1A	0,032(2)	0,054(3)	0,029(2)	-0,002(2)	-0,008(1)	-0,002(2)
C1A1	0,03(1)	0,11(2)	0,03(1)	-0,02(1)	-0,001(9)	-0,01(1)
C1A2	0,052(7)	0,070(9)	0,034(6)	0,003(6)	0,005(5)	0,004(6)
C1A3	0,09(1)	0,055(8)	0,050(7)	-0,015(6)	-0,030(7)	-0,007(7)
Si1B	0,042(2)	0,033(2)	0,044(2)	0,010(2)	-0,006(2)	0,001(2)
C1B1	0,048(8)	0,033(7)	0,08(1)	-0,004(7)	-0,013(7)	-0,006(6)
C1B2	0,054(9)	0,039(8)	0,24(3)	-0,01(1)	-0,01(1)	0,016(7)
C1B3	0,28(3)	0,07(1)	0,044(9)	0,003(8)	0,02(1)	-0,05(2)
Si2A	0,025(2)	0,045(2)	0,029(2)	-0,001(2)	0,001(1)	0,004(2)
C2A1	0,029(6)	0,11(1)	0,055(7)	-0,006(7)	0,007(5)	0,015(6)
C2A2	0,048(6)	0,060(8)	0,045(6)	0,009(6)	0,001(5)	-0,018(6)
Si3A	0,029(2)	0,037(2)	0,022(1)	-0,001(1)	0,004(2)	0,003(2)

C3A1	0,049(7)	0,068(9)	0,036(6)	0,009(6)	0,018(5)	0,007(7)
C3A2	0,060(8)	0,049(7)	0,056(7)	-0,019(6)	0,001(6)	0,006(6)
Si4A	0,030(2)	0,043(3)	0,030(2)	-0,002(2)	-0,005(2)	0,000(2)
C4A1	0,05(1)	0,08(2)	0,05(1)	-0,03(1)	-0,03(1)	0,01(1)
C4A2	0,050(7)	0,049(8)	0,077(9)	0,011(7)	-0,013(7)	-0,020(6)
C4A3	0,043(8)	0,09(1)	0,08(1)	-0,03(1)	0,000(7)	0,004(9)
Si4B	0,051(5)	0,028(2)	0,037(4)	0,007(3)	0,010(3)	0,005(3)
C4B1	0,07(1)	0,05(1)	0,14(2)	0,02(1)	0,04(1)	0,02(1)
C4B2	0,08(2)	0,05(1)	0,03(1)	0,014(9)	-0,001(8)	-0,01(1)
C4B3	0,07(1)	0,030(7)	0,061(9)	-0,002(6)	0,005(7)	-0,005(7)
K1	0,0283(5)	0,0477(6)	0,0298(5)	0,0078(4)	0,0009(4)	-0,0013(5)
O1	0,033(2)	0,037(2)	0,050(2)	0,002(2)	0,009(2)	-0,001(1)
C11	0,031(2)	0,055(3)	0,056(3)	0,009(3)	0,009(2)	0,000(2)
C12	0,032(3)	0,046(3)	0,064(3)	0,008(3)	0,001(2)	-0,006(2)
O2	0,033(2)	0,044(2)	0,052(2)	0,005(2)	0,002(2)	-0,001(2)
C21	0,042(3)	0,039(3)	0,058(3)	0,005(2)	0,005(2)	0,001(2)
C22	0,053(3)	0,052(3)	0,045(3)	0,013(3)	0,006(2)	0,008(3)
O3	0,037(2)	0,061(2)	0,035(2)	0,006(2)	-0,003(1)	0,006(2)
C31	0,047(3)	0,066(4)	0,057(3)	0,005(3)	-0,015(3)	0,016(3)
C32	0,032(3)	0,075(4)	0,071(4)	-0,009(3)	-0,008(3)	0,011(3)
O4	0,031(2)	0,066(2)	0,044(2)	-0,008(2)	0,004(2)	0,003(2)
C41	0,025(2)	0,094(5)	0,059(4)	-0,003(3)	0,006(2)	-0,002(3)
C42	0,031(3)	0,086(5)	0,059(4)	0,001(3)	0,002(2)	-0,014(3)
O5	0,036(2)	0,065(3)	0,042(2)	-0,003(2)	-0,002(2)	-0,009(2)
C51	0,055(3)	0,063(4)	0,047(3)	0,005(3)	0,000(3)	-0,019(3)
C52	0,054(3)	0,047(3)	0,048(3)	0,010(3)	-0,002(2)	-0,011(3)
O6	0,042(2)	0,050(2)	0,047(2)	0,012(2)	-0,001(2)	-0,006(2)
C61	0,048(3)	0,038(3)	0,070(4)	0,010(3)	-0,003(3)	0,004(2)
C62	0,047(3)	0,041(3)	0,071(4)	-0,003(3)	0,009(3)	0,001(3)
O7	0,071(3)	0,064(3)	0,038(2)	0,006(2)	-0,015(2)	-0,027(2)
C71	0,074(4)	0,076(5)	0,045(3)	0,005(3)	-0,010(3)	-0,031(4)
C72	0,067(4)	0,089(5)	0,038(3)	-0,003(3)	-0,001(3)	-0,035(4)
O8	0,063(2)	0,075(3)	0,035(2)	-0,002(2)	-0,005(2)	-0,017(2)
C81	0,058(4)	0,080(5)	0,054(4)	-0,009(3)	0,002(3)	-0,014(3)
C82	0,076(4)	0,076(5)	0,043(3)	-0,009(3)	0,004(3)	-0,021(4)
O9	0,062(2)	0,069(3)	0,039(2)	-0,001(2)	-0,010(2)	-0,019(2)
C91	0,081(4)	0,064(4)	0,036(3)	0,005(3)	-0,020(3)	-0,019(3)
C92	0,073(4)	0,070(4)	0,041(3)	0,002(3)	-0,019(3)	-0,029(3)

Tabelle 11.34: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **14**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	-0,0922	0,2086	0,0402	0,072
H11B	-0,0603	0,3476	0,0554	0,072
H11C	-0,0893	0,2429	0,0867	0,072
H11D	-0,0004	-0,0489	0,0691	0,074
H11E	0,0112	0,0050	0,1136	0,074
H11F	0,0822	-0,0344	0,0889	0,074
H11G	0,1070	0,0878	0,0141	0,113
H11H	0,1115	0,2449	0,0128	0,113
H11I	0,0379	0,1709	-0,0043	0,113
H12A	0,0601	0,6984	0,0587	0,093
H12B	0,0212	0,6274	0,0948	0,093
H12C	0,0169	0,5622	0,0515	0,093
H12D	0,1555	0,4614	0,0159	0,094
H12E	0,2338	0,4572	0,0408	0,094
H12F	0,1992	0,5952	0,0263	0,094
H12G	0,2452	0,5755	0,1262	0,105
H12H	0,1712	0,6322	0,1448	0,105
H12I	0,2079	0,7078	0,1089	0,105
H02A	-0,0333	0,2076	0,2094	0,065
H02B	0,0078	0,1125	0,1795	0,065
H02C	-0,0565	0,2100	0,1629	0,065
H02D	-0,0377	0,4954	0,1620	0,073
H02E	0,0396	0,5674	0,1738	0,073
H02F	-0,0086	0,5032	0,2076	0,073
H03A	0,1579	0,5541	0,2431	0,058
H03B	0,2092	0,5251	0,2063	0,058
H03C	0,2396	0,4924	0,2507	0,058
H03D	0,1455	0,2873	0,2988	0,062
H03E	0,0832	0,2000	0,2756	0,062
H03F	0,0699	0,3542	0,2815	0,062
H41A	0,3840	0,3494	0,3117	0,055
H41B	0,3624	0,1985	0,3182	0,055
H41C	0,2987	0,3033	0,3061	0,055
H41D	0,4421	0,4352	0,2417	0,091
H41E	0,3590	0,4687	0,2253	0,091
H41F	0,4152	0,3936	0,1975	0,091
H41G	0,4533	0,1159	0,2082	0,099
H41H	0,4288	0,0339	0,2460	0,099
H41I	0,4887	0,1499	0,2514	0,099

H42A	0,2136	-0,1707	0,2916	0,073
H42B	0,1824	-0,0247	0,2970	0,073
H42C	0,2706	-0,0510	0,2987	0,073
H42D	0,1318	-0,1143	0,1786	0,065
H42E	0,0914	-0,0361	0,2129	0,065
H42F	0,1141	-0,1870	0,2193	0,065
H42G	0,2869	-0,2548	0,2192	0,071
H42H	0,3473	-0,1392	0,2241	0,071
H42I	0,3005	-0,1575	0,1829	0,071
H1A1	-0,0759	0,2229	0,0292	0,071
H1A2	-0,0568	0,3604	0,0504	0,071
H1A3	-0,0715	0,2327	0,0767	0,071
H1A4	0,1380	0,2908	0,0037	0,063
H1A5	0,0650	0,3815	-0,0004	0,063
H1A6	0,0633	0,2359	-0,0184	0,063
H1A7	0,0150	-0,0001	0,0596	0,078
H1A8	0,1031	0,0142	0,0688	0,078
H1A9	0,0703	0,0138	0,0238	0,078
H1B1	0,2722	0,5508	0,1305	0,066
H1B2	0,2152	0,5580	0,1657	0,066
H1B3	0,2308	0,6861	0,1397	0,066
H1B4	0,0789	0,7442	0,1167	0,134
H1B5	0,0422	0,6246	0,1397	0,134
H1B6	0,0242	0,6439	0,0931	0,134
H1B7	0,1822	0,6819	0,0509	0,158
H1B8	0,1308	0,5650	0,0334	0,158
H1B9	0,2170	0,5385	0,0455	0,158
H2A1	-0,0763	0,3316	0,1480	0,077
H2A2	-0,0332	0,4471	0,1718	0,077
H2A3	-0,0663	0,3253	0,1954	0,077
H2A4	-0,0026	0,0514	0,1849	0,061
H2A5	0,0712	0,0263	0,1608	0,061
H2A6	-0,0056	0,0642	0,1374	0,061
H3A1	0,0994	0,2182	0,2951	0,061
H3A2	0,0705	0,1049	0,2652	0,061
H3A3	0,0220	0,2357	0,2699	0,061
H3A4	0,0848	0,4983	0,2477	0,066
H3A5	0,1531	0,5137	0,2190	0,066
H3A6	0,1686	0,4735	0,2645	0,066
H4A1	0,3967	0,2940	0,3121	0,071
H4A2	0,3546	0,1578	0,3030	0,071
H4A3	0,3073	0,2878	0,3111	0,071
H4A4	0,3027	0,5120	0,2376	0,071
H4A5	0,3576	0,4796	0,2027	0,071

H4A6	0,3913	0,5156	0,2461	0,071
H4A7	0,4806	0,2441	0,2467	0,085
H4A8	0,4489	0,2517	0,2016	0,085
H4A9	0,4351	0,1227	0,2275	0,085
H4B1	0,3337	-0,2208	0,2321	0,100
H4B2	0,3778	-0,0839	0,2335	0,100
H4B3	0,3344	-0,1303	0,1933	0,100
H4B4	0,2005	0,0082	0,3036	0,065
H4B5	0,2895	-0,0076	0,3068	0,065
H4B6	0,2372	-0,1352	0,3045	0,065
H4B7	0,1636	-0,2302	0,2312	0,063
H4B8	0,1640	-0,1520	0,1900	0,063
H4B9	0,1157	-0,0982	0,2254	0,063
H11S	0,5446	0,2985	0,3386	0,056
H11T	0,6061	0,2883	0,3740	0,056
H12S	0,5455	0,4620	0,4073	0,057
H12T	0,5739	0,5094	0,3657	0,057
H21A	0,4800	0,6773	0,3611	0,056
H21B	0,4407	0,6364	0,4007	0,056
H22A	0,3543	0,7392	0,3533	0,060
H22B	0,3666	0,6202	0,3237	0,060
H31A	0,2405	0,5399	0,3246	0,069
H31B	0,2209	0,6664	0,3498	0,069
H32A	0,1805	0,5282	0,4019	0,071
H32B	0,1321	0,5025	0,3621	0,071
H41M	0,1011	0,2964	0,3904	0,071
H41N	0,1587	0,3052	0,4275	0,071
H42S	0,1332	0,0856	0,4094	0,071
H42T	0,1664	0,1126	0,3673	0,071
H51A	0,2568	-0,0608	0,3832	0,066
H51B	0,2330	-0,0788	0,4277	0,066
H52A	0,3535	-0,0110	0,4508	0,060
H52B	0,3581	-0,1389	0,4239	0,060
H61A	0,4825	-0,0893	0,4027	0,062
H61B	0,4818	0,0268	0,4342	0,062
H62A	0,5700	0,0664	0,3833	0,063
H62B	0,5021	0,0719	0,3513	0,063
H71A	0,3322	0,1892	0,5263	0,078
H71B	0,2932	0,1939	0,4832	0,078
H72A	0,2526	0,3743	0,5193	0,078
H72B	0,3364	0,4193	0,5289	0,078
H81A	0,2307	0,5914	0,4883	0,077
H81B	0,2737	0,6271	0,4497	0,077
H82A	0,3168	0,7642	0,5024	0,078

H82B	0,3389	0,6396	0,5289	0,078
H91A	0,4625	0,7161	0,5348	0,073
H91B	0,4546	0,8349	0,5042	0,073
H92A	0,4582	0,2620	0,5368	0,074
H92B	0,4549	0,3907	0,5100	0,074

Tabelle 11.35: Nicht in Tab. 5.1 (S. 59) aufgeführte Bindungslängen[Å] und -winkel [°] von **14**

Si1-Si2A	2,295(3)	Si12-Si1-Si11	112,1(2)
Si1-Si12	2,298(4)	Si12-Si1-Si02	110,7(1)
Si1-Si1A	2,345(4)	Si11-Si1-Si02	108,3(1)
Si1-Si11	2,354(4)	Si12-Si1-In1	113,5(1)
Si1-Si1B	2,378(4)	Si11-Si1-In1	113,1(1)
Si4-Si4B	2,32(1)	Si03-Si4-Si42	115,7(3)
Si4-Si4A	2,335(6)	Si03-Si4-Si41	111,7(2)
Si4-Si42	2,35(1)	Si42-Si4-Si41	109,1(2)
Si4-Si41	2,360(6)	Si42-Si4-In1	106,5(2)
Si4-Si3A	2,447(4)	Si41-Si4-In1	114,1(2)
Si11-C112	1,86(1)	Si2A-Si1-Si12	128,4(2)
Si11-C113	1,87(1)	Si2A-Si1-Si1A	108,6(1)
Si11-C111	1,92(4)	Si2A-Si1-Si11	92,7(1)
Si12-C122	1,82(2)	Si2A-Si1-Si1B	115,0(2)
Si12-C121	1,85(1)	Si1A-Si1-Si1B	112,6(2)
Si12-C123	1,88(2)	Si1A-Si1-Si02	122,1(1)
Si02-C022	1,87(1)	Si1B-Si1-Si02	96,3(1)
Si02-C021	1,87(1)	Si2A-Si1-In1	94,91(9)
Si03-C032	1,88(1)	Si1A-Si1-In1	117,3(1)
Si03-C031	1,88(1)	Si1B-Si1-In1	107,4(1)
Si41-C413	1,84(2)	Si03-Si4-Si4B	120,4(3)
Si41-C412	1,85(2)	Si03-Si4-Si4A	97,9(2)
Si41-C411	1,99(4)	Si4B-Si4-Si4A	109,3(2)
Si42-C423	1,85(2)	Si4B-Si4-Si3A	108,4(3)
Si42-C422	1,88(2)	Si4A-Si4-Si3A	111,1(2)
Si42-C421	1,88(3)	Si42-Si4-Si3A	102,3(3)
Si1A-C1A1	1,82(4)	Si41-Si4-Si3A	124,2(2)
Si1A-C1A3	1,84(1)	Si4B-Si4-In1	114,0(3)
Si1A-C1A2	1,87(1)	Si4A-Si4-In1	114,7(2)
Si1B-C1B3	1,81(2)	Si3A-Si4-In1	98,9(1)
Si1B-C1B1	1,84(1)	C112-Si11-C113	107,3(8)
Si1B-C1B2	1,88(2)	C112-Si11-C111	110(1)
Si2A-C2A2	1,86(1)	C113-Si11-C111	109(1)
Si2A-C2A1	1,89(1)	C112-Si11-Si1	111,0(4)

Si3A-C3A2	1,88(1)	C113-Si11-Si1	109,0(5)
Si3A-C3A1	1,89(1)	C111-Si11-Si1	111(1)
Si4A-C4A1	1,82(4)	C122-Si12-C121	106,4(7)
Si4A-C4A3	1,85(2)	C122-Si12-C123	108,7(9)
Si4A-C4A2	1,85(1)	C121-Si12-C123	108,8(9)
Si4B-C4B3	1,86(2)	C122-Si12-Si1	111,1(5)
Si4B-C4B1	1,87(2)	C121-Si12-Si1	112,9(5)
Si4B-C4B2	1,88(3)	C123-Si12-Si1	108,7(5)
O2-C21	1,408(6)	C022-Si02-C021	104,8(6)
C21-C22	1,490(7)	C022-Si02-Si03	107,3(4)
C22-O3	1,429(6)	C021-Si02-Si03	109,0(4)
O3-C31	1,419(6)	C022-Si02-Si1	112,9(4)
C31-C32	1,499(8)	C021-Si02-Si1	112,8(4)
C32-O4	1,401(7)	C032-Si03-C031	106,2(6)
O4-C41	1,425(7)	C032-Si03-Si4	114,1(4)
C41-C42	1,455(9)	C031-Si03-Si4	109,0(4)
C42-O5	1,423(6)	C032-Si03-Si02	109,4(4)
O5-C51	1,423(7)	C031-Si03-Si02	105,9(4)
C51-C52	1,469(8)	C413-Si41-C412	106,0(9)
C52-O6	1,413(6)	C413-Si41-C411	113(1)
O6-C61	1,409(6)	C412-Si41-C411	103(1)
O7-C92	1,434(6)	C413-Si41-Si4	113,8(5)
O8-C81	1,430(8)	C412-Si41-Si4	112,7(5)
C81-C82	1,507(8)	C411-Si41-Si4	108(1)
C82-O9	1,418(7)	C423-Si42-C422	109,4(9)
O9-C91	1,411(7)	C423-Si42-C421	106(1)
C91-C92	1,489(9)	C422-Si42-C421	107(1)
C92-C91	1,489(9)	C423-Si42-Si4	112,4(7)
		C422-Si42-Si4	109,9(6)
		C421-Si42-Si4	111,9(9)
		C1A1-Si1A-C1A3	108(2)
		C1A1-Si1A-C1A2	104(1)
		C1A3-Si1A-C1A2	107,0(7)
		C1A1-Si1A-Si1	112(1)
		C1A3-Si1A-Si1	110,5(4)
		C1A2-Si1A-Si1	114,4(5)
		C1B3-Si1B-C1B1	109(1)
		C1B3-Si1B-C1B2	106(1)
		C1B1-Si1B-C1B2	107,5(9)
		C1B3-Si1B-Si1	112,9(6)
		C1B1-Si1B-Si1	110,2(5)
		C1B2-Si1B-Si1	111,2(5)
		C2A2-Si2A-C2A1	106,3(6)
		C2A2-Si2A-Si1	106,3(4)

C2A1-Si2A-Si1	115,1(4)
C2A2-Si2A-Si3A	106,4(4)
C2A1-Si2A-Si3A	109,9(5)
Si1-Si2A-Si3A	112,3(2)
C3A2-Si3A-C3A1	105,6(6)
C3A2-Si3A-Si2A	109,8(5)
C3A1-Si3A-Si2A	108,3(5)
C3A2-Si3A-Si4	113,8(4)
C3A1-Si3A-Si4	113,9(4)
Si2A-Si3A-Si4	105,4(2)
C4A1-Si4A-C4A3	103(2)
C4A1-Si4A-C4A2	117(2)
C4A3-Si4A-C4A2	106,4(8)
C4A1-Si4A-Si4	109(1)
C4A3-Si4A-Si4	108,3(5)
C4A2-Si4A-Si4	112,7(5)
C4B3-Si4B-C4B1	107(1)
C4B3-Si4B-C4B2	107(1)
C4B1-Si4B-C4B2	110(2)
C4B3-Si4B-Si4	113,9(6)
C4B1-Si4B-Si4	108,0(9)
C4B2-Si4B-Si4	111(1)
O1-K1-O7	81,8(1)
O2-K1-O7	114,6(1)
O1-K1-O5	116,7(1)
O2-K1-O5	159,6(1)
O7-K1-O5	83,1(1)
O1-K1-O4	150,5(1)
O2-K1-O4	113,0(1)
O7-K1-O4	123,7(1)
O1-K1-O3	118,2(1)
O7-K1-O3	123,0(1)
O5-K1-O3	118,4(1)
O1-K1-O8	129,8(1)
O2-K1-O8	108,0(1)
O5-K1-O8	89,7(1)
O4-K1-O8	79,4(1)
O3-K1-O8	75,7(1)
O2-K1-O6	114,9(1)
O7-K1-O6	75,7(1)
O4-K1-O6	109,1(1)
O3-K1-O6	154,3(1)
O8-K1-O6	127,1(1)
O1-K1-C71	105,9(2)

O2-K1-C71	132,7(1)
O7-K1-C71	24,7(1)
O5-K1-C71	67,4(1)
O4-K1-C71	99,0(1)
O3-K1-C71	119,3(2)
O8-K1-C71	43,7(2)
O6-K1-C71	83,8(2)
C62-O1-C11	112,0(4)
C62-O1-K1	119,1(3)
C21-O2-C12	114,3(4)
C21-O2-K1	109,9(3)
O2-C21-C22	108,8(5)
O3-C22-C21	108,4(4)
C31-O3-C22	112,1(4)
C31-O3-K1	116,8(3)
C22-O3-K1	117,0(3)
O3-C31-C32	109,1(5)
O4-C32-C31	111,2(5)
C32-O4-C41	112,5(4)
C32-O4-K1	114,0(3)
C41-O4-K1	110,1(3)
O4-C41-C42	110,6(4)
O5-C42-C41	109,8(5)
C51-O5-C42	113,5(4)
C51-O5-K1	120,3(3)
C42-O5-K1	117,3(3)
O5-C51-C52	109,9(5)
O6-C52-C51	109,3(4)
C61-O6-C52	112,2(4)
C61-O6-K1	109,0(3)
C52-O6-K1	108,1(3)
O6-C61-C62	110,0(4)
O1-C62-C61	108,8(4)
C71-O7-C92	112,7(5)
C92-O7-K1	127,0(3)
O7-C71-K1	56,5(3)
C72-C71-K1	91,2(3)
C72-O8-C81	114,5(5)
C81-O8-K1	129,5(3)
O8-C81-C82	114,7(6)
O9-C82-C81	108,5(5)
C91-O9-C82	112,6(5)
O9-C91-C92	107,7(5)
O7-C92-C91	108,1(5)

Kristalldaten zur Struktur von 15

Tabelle 11.36: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 15

Kristalldaten:	
Formel	$C_{34}H_{84}O_9Si_8Cl_2KGa$
Formelgewicht [g/mol]	520,73
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Z	4
Messtemperatur [K]	153(2)
Dichte [g/cm ³]	1,224
a [pm]	17,529(3)
b [pm]	9,928(2)
c [pm]	32,505(5)
α [°]	90
β [°]	92,416(3)
γ [°]	90
V [10 ⁻³⁰ m ³]	5651(2)
μ [mm ⁻¹]	0,865
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,15 × 0,12 × 0,09
Datensammlung:	
Gerät	Bruker Smart-APEX
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,16 ≤ 30,03
	-24 ≤ h ≤ 24
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-13 ≤ k ≤ 13
	-45 ≤ l ≤ 45
Symmetrieunabhängige Reflexe	16457
Messwerte F > 4 σ (F)	11910
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,0438
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,0954
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	0,745
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-0,298

Tabelle 11.37: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m²) für die Atome von **15**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
Ga1	0,23638(1)	0,19876(2)	0,134901(6)	0,01852(6)
Si1	0,11722(3)	0,30657(5)	0,11177(2)	0,0208(1)
Si11	0,13529(4)	0,51597(6)	0,08037(2)	0,0296(1)
C111	0,0421(2)	0,6016(3)	0,06672(9)	0,0521(7)
C112	0,1860(2)	0,4984(3)	0,03132(9)	0,0564(8)
C113	0,1941(2)	0,6283(3)	0,1150(1)	0,0582(8)
Si12	0,03926(3)	0,17116(6)	0,06876(2)	0,0277(1)
C121	0,0313(1)	-0,0029(2)	0,09042(8)	0,0395(6)
C122	0,0780(2)	0,1545(3)	0,01619(8)	0,0498(7)
C123	-0,0595(1)	0,2433(3)	0,06138(9)	0,0463(7)
Si2	0,05613(3)	0,33723(6)	0,17444(2)	0,0254(1)
C21	0,0048(2)	0,5035(3)	0,17772(8)	0,0450(6)
C22	-0,0190(1)	0,2058(3)	0,18435(8)	0,0426(6)
Si3	0,15072(3)	0,32998(5)	0,22788(2)	0,0234(1)
C31	0,1074(1)	0,2936(2)	0,27863(7)	0,0356(5)
C32	0,1911(2)	0,5057(2)	0,23147(8)	0,0392(6)
Si4	0,24635(3)	0,17895(5)	0,20925(2)	0,0207(1)
Si41	0,21937(3)	-0,04157(6)	0,22924(2)	0,0262(1)
C411	0,2936(1)	-0,1593(2)	0,21074(9)	0,0424(6)
C412	0,2187(2)	-0,0592(3)	0,28671(7)	0,0455(6)
C413	0,1238(1)	-0,0970(2)	0,20761(8)	0,0406(6)
Si42	0,36171(3)	0,24866(7)	0,24118(2)	0,0298(1)
C421	0,3529(2)	0,2635(3)	0,29820(7)	0,0410(6)
C422	0,3935(2)	0,4136(3)	0,22106(9)	0,066(1)
C423	0,4398(2)	0,1258(4)	0,2330(1)	0,069(1)
Cl1	0,34063(3)	0,30856(5)	0,11174(2)	0,0312(1)
Cl2	0,24900(3)	-0,00491(5)	0,10412(2)	0,0289(1)
K1	0,63857(2)	-0,18979(4)	0,09816(1)	0,02431(9)
O1	0,48906(8)	-0,2671(1)	0,11227(5)	0,0281(3)
CK1	0,4399(1)	-0,1757(2)	0,13204(8)	0,0340(5)
CK2	0,4604(1)	-0,0357(2)	0,12017(8)	0,0353(5)
O2	0,53600(8)	-0,0098(1)	0,13554(5)	0,0306(3)
CK3	0,5598(1)	0,1253(2)	0,12942(8)	0,0374(5)
CK4	0,6365(1)	0,1420(2)	0,15015(8)	0,0377(5)
O3	0,69066(9)	0,0661(2)	0,12861(5)	0,0340(4)
CK5	0,7645(1)	0,0661(3)	0,14855(8)	0,0412(6)
CK6	0,8183(1)	-0,0143(2)	0,12418(8)	0,0385(6)
O4	0,79395(8)	-0,1510(2)	0,12261(5)	0,0308(3)
CK7	0,8427(1)	-0,2304(3)	0,09859(8)	0,0395(6)

CK8	0,8229(1)	-0,3753(3)	0,10356(8)	0,0377(6)
O5	0,74704(8)	-0,3979(2)	0,08818(5)	0,0302(3)
CK9	0,7254(1)	-0,5351(2)	0,09140(8)	0,0353(5)
CK10	0,6433(1)	-0,5493(2)	0,07806(8)	0,0351(5)
O6	0,59854(9)	-0,4762(2)	0,10559(5)	0,0323(3)
CK11	0,5188(1)	-0,4935(2)	0,09627(9)	0,0386(6)
CK12	0,4746(1)	-0,4034(2)	0,12328(8)	0,0394(6)
O7	0,58880(9)	-0,2703(2)	0,01744(5)	0,0338(4)
CK13	0,5317(1)	-0,2084(2)	-0,00858(7)	0,0364(5)
CK14	0,4554(1)	-0,2417(2)	0,00788(8)	0,0372(5)
O8	0,40047(9)	-0,1651(2)	-0,01524(5)	0,0367(4)
CK15	0,3286(1)	-0,1622(3)	0,00355(8)	0,0435(6)
CK16	0,2760(1)	-0,0724(3)	-0,02234(9)	0,0463(6)
O9	0,30248(9)	0,0606(2)	-0,02733(5)	0,0398(4)
CK17	0,3080(1)	0,1377(3)	0,00998(7)	0,0435(6)
CK18	0,6609(1)	-0,2732(3)	-0,00069(7)	0,0411(6)

Tabelle 11.38: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **15** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $\exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Ga1	0,0186(1)	0,0174(1)	0,0195(1)	0,00082(8)	0,00018(8)	-0,00113(8)
Si1	0,0208(3)	0,0182(3)	0,0232(3)	-0,0008(2)	-0,0025(2)	0,0002(2)
Si11	0,0324(3)	0,0200(3)	0,0364(3)	0,0052(2)	0,0015(3)	0,0039(2)
C111	0,051(2)	0,042(2)	0,064(2)	0,019(1)	0,005(1)	0,018(1)
C112	0,070(2)	0,043(2)	0,059(2)	0,017(1)	0,029(2)	0,010(1)
C113	0,074(2)	0,028(1)	0,071(2)	0,007(1)	-0,013(2)	-0,015(1)
Si12	0,0227(3)	0,0328(3)	0,0272(3)	-0,0041(2)	-0,0047(2)	-0,0044(2)
C121	0,035(1)	0,033(1)	0,050(2)	-0,005(1)	-0,006(1)	-0,008(1)
C122	0,046(2)	0,072(2)	0,032(1)	-0,015(1)	0,001(1)	-0,019(1)
C123	0,026(1)	0,057(2)	0,055(2)	0,005(1)	-0,012(1)	-0,002(1)
Si2	0,0225(3)	0,0263(3)	0,0272(3)	-0,0030(2)	0,0012(2)	0,0036(2)
C21	0,044(2)	0,045(2)	0,047(2)	-0,004(1)	0,006(1)	0,020(1)
C22	0,031(1)	0,055(2)	0,043(2)	-0,004(1)	0,006(1)	-0,012(1)
Si3	0,0274(3)	0,0202(3)	0,0227(3)	-0,0015(2)	0,0009(2)	-0,0007(2)
C31	0,039(1)	0,038(1)	0,031(1)	0,001(1)	0,007(1)	-0,001(1)
C32	0,053(2)	0,024(1)	0,040(1)	-0,001(1)	-0,005(1)	-0,004(1)
Si4	0,0205(3)	0,0211(3)	0,0203(3)	0,0019(2)	-0,0010(2)	-0,0016(2)
Si41	0,0299(3)	0,0217(3)	0,0274(3)	0,0050(2)	0,0050(2)	0,0007(2)
C411	0,042(1)	0,029(1)	0,057(2)	0,005(1)	0,011(1)	0,007(1)
C412	0,061(2)	0,044(2)	0,032(1)	0,013(1)	0,005(1)	-0,001(1)
C413	0,037(1)	0,032(1)	0,053(2)	0,005(1)	-0,001(1)	-0,007(1)

Si42	0,0229(3)	0,0408(4)	0,0253(3)	-0,0028(3)	-0,0040(2)	-0,0036(3)
C421	0,041(1)	0,052(2)	0,030(1)	-0,006(1)	-0,007(1)	-0,005(1)
C422	0,059(2)	0,080(2)	0,057(2)	0,014(2)	-0,017(2)	-0,045(2)
C423	0,028(1)	0,099(3)	0,080(2)	-0,039(2)	-0,010(1)	0,014(2)
Cl1	0,0276(3)	0,0349(3)	0,0313(3)	0,0034(2)	0,0038(2)	-0,0111(2)
Cl2	0,0344(3)	0,0198(2)	0,0328(3)	-0,0031(2)	0,0052(2)	0,0012(2)
K1	0,0225(2)	0,0267(2)	0,0237(2)	-0,0021(2)	0,0009(2)	-0,0030(2)
O1	0,0258(8)	0,0239(7)	0,0350(9)	0,0030(6)	0,0068(6)	-0,0024(6)
CK1	0,024(1)	0,040(1)	0,039(1)	-0,002(1)	0,006(1)	0,0011(9)
CK2	0,030(1)	0,033(1)	0,042(1)	-0,004(1)	-0,003(1)	0,0086(9)
O2	0,0295(8)	0,0245(7)	0,0376(9)	0,0007(6)	-0,0013(7)	0,0024(6)
CK3	0,046(1)	0,024(1)	0,042(1)	0,001(1)	0,003(1)	0,003(1)
CK4	0,052(2)	0,026(1)	0,036(1)	-0,004(1)	0,001(1)	-0,005(1)
O3	0,0351(9)	0,0356(9)	0,0309(8)	-0,0039(7)	-0,0029(7)	-0,0077(7)
CK5	0,044(1)	0,038(1)	0,040(1)	-0,002(1)	-0,014(1)	-0,013(1)
CK6	0,030(1)	0,042(1)	0,042(1)	0,008(1)	-0,008(1)	-0,015(1)
O4	0,0256(8)	0,0357(8)	0,0308(8)	0,0025(7)	-0,0008(6)	-0,0082(6)
CK7	0,023(1)	0,053(2)	0,043(1)	0,004(1)	0,002(1)	-0,004(1)
CK8	0,023(1)	0,046(1)	0,045(1)	0,001(1)	-0,001(1)	0,006(1)
O5	0,0270(8)	0,0304(8)	0,0329(8)	0,0019(7)	-0,0030(6)	0,0013(6)
CK9	0,039(1)	0,028(1)	0,039(1)	0,001(1)	-0,001(1)	0,007(1)
CK10	0,042(1)	0,023(1)	0,040(1)	-0,0023(9)	-0,004(1)	-0,0010(9)
O6	0,0290(8)	0,0269(8)	0,0407(9)	-0,0020(7)	-0,0024(7)	-0,0031(6)
CK11	0,032(1)	0,022(1)	0,061(2)	0,004(1)	-0,005(1)	-0,0084(9)
CK12	0,030(1)	0,032(1)	0,057(2)	0,014(1)	0,004(1)	-0,007(1)
O7	0,0346(9)	0,0419(9)	0,0245(8)	0,0018(7)	-0,0034(7)	0,0101(7)
CK13	0,040(1)	0,039(1)	0,030(1)	0,002(1)	-0,008(1)	0,009(1)
CK14	0,040(1)	0,039(1)	0,032(1)	0,002(1)	-0,009(1)	-0,001(1)
O8	0,0348(9)	0,046(1)	0,0294(9)	0,0069(7)	-0,0043(7)	0,0040(7)
CK15	0,035(1)	0,052(2)	0,043(2)	0,013(1)	0,002(1)	-0,002(1)
CK16	0,029(1)	0,061(2)	0,048(2)	0,010(1)	-0,002(1)	-0,002(1)
O9	0,0347(9)	0,053(1)	0,0315(9)	0,0103(8)	-0,0009(7)	0,0014(8)
CK17	0,032(1)	0,072(2)	0,027(1)	0,007(1)	0,005(1)	0,010(1)
CK18	0,043(1)	0,055(2)	0,026(1)	0,001(1)	0,001(1)	0,017(1)

Tabelle 11.39: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **15**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,0157	0,6199	0,0914	0,063
H11B	0,0113	0,5441	0,0491	0,063
H11C	0,0517	0,6847	0,0527	0,063

H11D	0,1912	0,5853	0,0188	0,068
H11E	0,1572	0,4402	0,0129	0,068
H11F	0,2357	0,4604	0,0370	0,068
H11G	0,2417	0,5850	0,1223	0,070
H11H	0,1671	0,6462	0,1395	0,070
H11I	0,2037	0,7115	0,1011	0,070
H12A	-0,0028	-0,0554	0,0729	0,047
H12B	0,0117	0,0020	0,1175	0,047
H12C	0,0807	-0,0445	0,0919	0,047
H12D	0,1277	0,1138	0,0183	0,060
H12E	0,0818	0,2421	0,0039	0,060
H12F	0,0444	0,0991	-0,0006	0,060
H12G	-0,0910	0,1821	0,0454	0,056
H12H	-0,0569	0,3280	0,0473	0,056
H12I	-0,0810	0,2567	0,0877	0,056
H21A	-0,0356	0,5072	0,1569	0,054
H21B	0,0401	0,5756	0,1736	0,054
H21C	-0,0163	0,5122	0,2044	0,054
H22A	-0,0379	0,2187	0,2114	0,051
H22B	0,0030	0,1177	0,1825	0,051
H22C	-0,0603	0,2144	0,1642	0,051
H31A	0,1466	0,2961	0,3002	0,043
H31B	0,0843	0,2060	0,2777	0,043
H31C	0,0694	0,3602	0,2839	0,043
H32A	0,1515	0,5675	0,2385	0,047
H32B	0,2108	0,5307	0,2054	0,047
H32C	0,2315	0,5084	0,2523	0,047
H41A	0,2831	-0,2489	0,2200	0,051
H41B	0,3430	-0,1316	0,2215	0,051
H41C	0,2929	-0,1578	0,1812	0,051
H41D	0,2073	-0,1508	0,2937	0,055
H41E	0,1805	-0,0008	0,2973	0,055
H41F	0,2678	-0,0351	0,2986	0,055
H41G	0,1226	-0,0895	0,1781	0,049
H41H	0,0847	-0,0409	0,2184	0,049
H41I	0,1150	-0,1890	0,2152	0,049
H42A	0,3975	0,3072	0,3101	0,049
H42B	0,3483	0,1753	0,3099	0,049
H42C	0,3084	0,3156	0,3039	0,049
H42D	0,4427	0,4358	0,2333	0,079
H42E	0,3574	0,4821	0,2278	0,079
H42F	0,3968	0,4084	0,1917	0,079
H42G	0,4448	0,1120	0,2040	0,083
H42H	0,4279	0,0418	0,2458	0,083

H42I	0,4869	0,1604	0,2449	0,083
HK1A	0,4455	-0,1861	0,1614	0,041
HK1B	0,3877	-0,1940	0,1238	0,041
HK2A	0,4574	-0,0264	0,0907	0,042
HK2B	0,4256	0,0274	0,1317	0,042
HK3A	0,5241	0,1866	0,1409	0,045
HK3B	0,5623	0,1438	0,1005	0,045
HK4A	0,6506	0,2355	0,1504	0,045
HK4B	0,6354	0,1113	0,1781	0,045
HK5A	0,7617	0,0282	0,1756	0,049
HK5B	0,7828	0,1569	0,1513	0,049
HK6A	0,8197	0,0214	0,0968	0,046
HK6B	0,8688	-0,0089	0,1367	0,046
HK7A	0,8950	-0,2155	0,1074	0,047
HK7B	0,8366	-0,2051	0,0701	0,047
HK8A	0,8576	-0,4301	0,0888	0,045
HK8B	0,8274	-0,3997	0,1321	0,045
HK9A	0,7330	-0,5650	0,1194	0,042
HK9B	0,7563	-0,5897	0,0743	0,042
HK1C	0,6351	-0,5151	0,0506	0,042
HK1D	0,6289	-0,6426	0,0781	0,042
HK1E	0,5047	-0,5856	0,1007	0,046
HK1F	0,5074	-0,4719	0,0679	0,046
HK1G	0,4211	-0,4226	0,1198	0,047
HK1H	0,4899	-0,4183	0,1516	0,047
HK1I	0,5347	-0,2415	-0,0362	0,044
HK1J	0,5389	-0,1126	-0,0089	0,044
HK1K	0,4450	-0,3362	0,0049	0,045
HK1L	0,4544	-0,2189	0,0366	0,045
HK1M	0,3345	-0,1274	0,0311	0,052
HK1N	0,3078	-0,2515	0,0049	0,052
HK1O	0,2682	-0,1125	-0,0491	0,056
HK1P	0,2273	-0,0690	-0,0099	0,056
HK1Q	0,3409	0,0929	0,0299	0,052
HK1R	0,2584	0,1465	0,0212	0,052
HK1S	0,6564	-0,3241	-0,0258	0,049
HK1T	0,6966	-0,3193	0,0176	0,049

Tabelle 11.40: Nicht in Tab. 5.2 (S. 64) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$]
von **15**

Si1-Si12	2,3382(8)	Si12-Si1-Si11	109,64(3)
Si1-Si11	2,3432(9)	Si12-Si1-Si2	108,37(3)

Si11-C113	1,864(3)	Si11-Si1-Si2	109,63(3)
Si11-C112	1,866(3)	Si12-Si1-Ga1	113,80(3)
Si11-C111	1,878(3)	Si11-Si1-Ga1	113,21(3)
Si12-C122	1,873(3)	C113-Si11-C112	107,5(2)
Si12-C121	1,874(2)	C113-Si11-C111	109,0(1)
Si12-C123	1,880(2)	C112-Si11-C111	106,3(1)
Si2-C21	1,885(2)	C113-Si11-Si1	110,43(9)
Si2-C22	1,891(2)	C112-Si11-Si1	111,53(9)
Si3-C31	1,879(2)	C111-Si11-Si1	111,88(9)
Si3-C32	1,884(2)	C122-Si12-C121	107,3(1)
Si4-Si41	2,3376(8)	C122-Si12-C123	106,5(1)
Si4-Si42	2,3383(8)	C121-Si12-C123	108,4(1)
Si41-C411	1,867(2)	C122-Si12-Si1	111,78(8)
Si41-C413	1,872(2)	C121-Si12-Si1	110,91(8)
Si41-C412	1,877(2)	C123-Si12-Si1	111,66(9)
Si42-C422	1,858(3)	C21-Si2-C22	104,9(1)
Si42-C423	1,861(3)	C21-Si2-Si3	107,96(9)
Si42-C421	1,872(2)	C22-Si2-Si3	109,12(9)
O1-CK12	1,425(3)	C21-Si2-Si1	113,37(9)
O2-CK3	1,421(3)	C22-Si2-Si1	113,74(9)
CK3-CK4	1,487(3)	C31-Si3-C32	106,7(1)
CK4-O3	1,420(3)	C31-Si3-Si4	115,01(8)
O3-CK5	1,423(3)	C32-Si3-Si4	109,70(9)
CK5-CK6	1,488(4)	C31-Si3-Si2	110,86(8)
CK6-O4	1,423(3)	C32-Si3-Si2	105,58(8)
O4-CK7	1,420(3)	Si41-Si4-Si42	109,58(3)
CK7-CK8	1,490(3)	Si41-Si4-Si3	111,81(3)
CK8-O5	1,419(3)	Si42-Si4-Si3	108,06(3)
O5-CK9	1,419(3)	Si41-Si4-Ga1	110,25(3)
CK9-CK10	1,492(3)	Si42-Si4-Ga1	116,31(3)
CK10-O6	1,415(3)	C411-Si41-C413	108,7(1)
O6-CK11	1,428(3)	C411-Si41-C412	107,2(1)
CK11-CK12	1,492(3)	C413-Si41-C412	107,6(1)
O7-CK13	1,423(3)	C411-Si41-Si4	110,16(8)
CK13-CK14	1,498(3)	C413-Si41-Si4	111,05(8)
CK14-O8	1,418(3)	C412-Si41-Si4	111,95(9)
O8-CK15	1,423(3)	C422-Si42-C423	107,1(2)
CK15-CK16	1,513(3)	C422-Si42-C421	108,5(1)
CK16-O9	1,411(3)	C423-Si42-C421	106,6(1)
O9-K1	2,866(2)	C422-Si42-Si4	111,79(9)
CK18-CK17	1,488(4)	C423-Si42-Si4	111,7(1)
		C421-Si42-Si4	110,93(8)
		O1-K1-O4	153,05(5)
		O1-K1-O5	117,24(5)

O4-K1-O2	114,38(5)
O5-K1-O2	161,05(5)
O1-K1-O7	79,65(5)
O4-K1-O7	123,44(5)
O5-K1-O7	82,58(4)
O2-K1-O7	113,32(5)
O1-K1-O3	118,43(5)
O5-K1-O3	118,73(5)
O7-K1-O3	130,48(5)
O1-K1-O9	128,95(5)
O4-K1-O9	77,85(5)
O5-K1-O9	88,17(5)
O2-K1-O9	108,53(5)
O3-K1-O9	76,11(5)
O4-K1-O6	109,79(5)
O2-K1-O6	114,52(4)
O7-K1-O6	74,88(5)
O3-K1-O6	154,63(5)
O9-K1-O6	126,44(5)
O1-K1-CK18	103,76(6)
O4-K1-CK18	98,78(6)
O5-K1-CK18	66,73(5)
O2-K1-CK18	131,71(5)
O7-K1-CK18	24,69(5)
O3-K1-CK18	120,11(6)
O9-K1-CK18	44,03(6)
O6-K1-CK18	82,99(6)
O1-K1-C421	78,56(6)
O4-K1-C421	74,86(5)
O5-K1-C421	90,71(5)
O2-K1-C421	70,37(5)
O7-K1-C421	151,07(6)
O3-K1-C421	77,19(6)
O9-K1-C421	148,80(6)
O6-K1-C421	77,72(6)
CK18-K1-C421	155,97(6)
CK1-O1-CK12	112,0(2)
CK12-O1-K1	118,7(1)
CK2-O2-CK3	113,3(2)
CK3-O2-K1	109,8(1)
O2-CK3-CK4	107,9(2)
O3-CK4-CK3	109,1(2)
CK4-O3-CK5	113,0(2)
CK4-O3-K1	115,6(1)

CK5-O3-K1	115,4(1)
O3-CK5-CK6	110,0(2)
O4-CK6-CK5	109,6(2)
CK7-O4-CK6	111,3(2)
CK7-O4-K1	111,4(1)
CK6-O4-K1	115,0(1)
O4-CK7-CK8	109,2(2)
O5-CK8-CK7	109,5(2)
CK8-O5-CK9	112,1(2)
CK8-O5-K1	117,9(1)
CK9-O5-K1	120,5(1)
O5-CK9-CK10	109,1(2)
O6-CK10-CK9	108,7(2)
CK10-O6-CK11	111,6(2)
CK10-O6-K1	107,7(1)
CK11-O6-K1	109,5(1)
O6-CK11-CK12	109,3(2)
O1-CK12-CK11	108,6(2)
CK18-O7-CK13	112,3(2)
CK13-O7-K1	127,5(1)
O7-CK13-CK14	108,0(2)
O8-CK14-CK13	106,8(2)
CK14-O8-CK15	112,1(2)
O8-CK15-CK16	107,7(2)
O9-CK16-CK15	114,8(2)
CK16-O9-CK17	114,4(2)
CK16-O9-K1	130,0(2)
O7-CK18-K1	57,0(1)
CK17-CK18-K1	91,7(1)

Kristalldaten zur Struktur von 17

Tabelle 11.41: Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturlösung von 17

Kristalldaten:	
Formel	$C_{11,88}H_{13}LiNO$
Formelgewicht [g/mol]	192,67
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	$P\bar{1}$
Z	8
Messtemperatur [K]	293(2)
Dichte [g/cm ³]	1,035
a [pm]	1374,2(3)
b [pm]	1412,3(3)
c [pm]	1423,5(3)
α [°]	91,905(5)
β [°]	112,873(4)
γ [°]	101,762(5)
V [10 ⁻³⁰ m ³]	2472(1)
μ [mm ⁻¹]	0,064
ungefähre Kristallabmessungen [mm]	0,19 × 0,18 × 0,16
Datensammlung:	
Gerät	Bruker SMART-Apex
Strahlung	Mo-K α , Graphitmonochromator
Messbereich [°]	1,48 ≤ 30,06
	-19 ≤ h ≤ 19
Gem. Bereich des reziproken Raumes	-19 ≤ k ≤ 19
	-19 ≤ l ≤ 19
Symmetrieunabhängige Reflexe	14172
Messwerte F > 4 σ (F)	7656
Auswertung:	
Programm: SHELXTL, SHELXTL-97 ^[92] ; Strukturlösung durch direkte Methoden; Verfeinerung mit vollständiger Matrix und allen unabhängigen Strukturparametern	
Zahl der verfeinerten Parameter	577
$R = \frac{\sum F_0 - F_c }{\sum F_0 }$ (F > 4 σ (F))	0,1036
$wR^2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_0 ^2 - F_c ^2)^2}{\sum w(F_0^2)^2}}$	0,3205
(alle Daten)	
max. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	1,154
min. Restelektronendichte (10 ³⁰ e/m ⁻³)	-0,220

Tabelle 11.42: Ortskoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (10^{-22} m^2) für die Atome von **17**

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
Li1	0,4151(4)	0,6314(3)	0,2507(4)	0,045(1)
O1	0,5708(1)	0,6551(1)	0,3130(1)	0,0414(4)
N1	0,3838(2)	0,5011(2)	0,2923(2)	0,0427(5)
C11	0,7423(2)	0,6172(3)	0,3856(3)	0,0578(8)
C12	0,6215(2)	0,5892(2)	0,3546(2)	0,0401(6)
C13	0,5733(2)	0,5007(2)	0,3704(2)	0,0445(6)
C14	0,4605(2)	0,4587(2)	0,3436(2)	0,0451(6)
C15	0,4373(3)	0,3603(3)	0,3772(3)	0,071(1)
C16	0,2733(2)	0,4557(2)	0,2697(2)	0,0447(6)
C17	0,2316(3)	0,4545(3)	0,3431(3)	0,0612(8)
C18	0,1221(3)	0,4131(3)	0,3177(3)	0,070(1)
C19	0,0548(3)	0,3733(3)	0,2201(3)	0,076(1)
C110	0,0956(3)	0,3739(4)	0,1469(3)	0,090(1)
C111	0,2041(3)	0,4157(3)	0,1704(3)	0,071(1)
Li2	0,5685(3)	0,7823(3)	0,3712(3)	0,0416(9)
O2	0,4127(1)	0,7561(1)	0,3156(1)	0,0423(4)
N2	0,5935(2)	0,8459(2)	0,5060(2)	0,0414(5)
C21	0,2378(2)	0,7318(3)	0,3156(3)	0,0653(9)
C22	0,3588(2)	0,7688(2)	0,3704(2)	0,0434(6)
C23	0,4034(2)	0,8117(2)	0,4687(2)	0,0497(7)
C24	0,5160(2)	0,8536(2)	0,5339(2)	0,0472(6)
C25	0,5361(3)	0,9029(3)	0,6365(3)	0,074(1)
C26	0,7037(2)	0,8902(2)	0,5695(2)	0,0429(6)
C27	0,7431(3)	0,9899(2)	0,5943(3)	0,0612(8)
C28	0,8539(3)	1,0300(3)	0,6495(3)	0,073(1)
C29	0,9253(3)	0,9715(3)	0,6806(3)	0,074(1)
C210	0,8868(3)	0,8721(3)	0,6552(3)	0,078(1)
C211	0,7775(2)	0,8320(2)	0,6007(3)	0,0603(8)
Li3	0,5689(3)	0,7192(3)	0,1928(3)	0,043(1)
O3	0,4137(1)	0,6866(1)	0,1252(1)	0,0434(4)
N3	0,5980(2)	0,6857(2)	0,0729(2)	0,0457(5)
C31	0,2392(2)	0,6346(3)	-0,0105(3)	0,0630(9)
C32	0,3619(2)	0,6540(2)	0,0285(2)	0,0449(6)
C33	0,4082(2)	0,6371(2)	-0,0368(2)	0,0525(7)
C34	0,5213(2)	0,6507(2)	-0,0160(2)	0,0508(7)
C35	0,5453(3)	0,6221(3)	-0,1060(3)	0,082(1)
C36	0,7085(2)	0,7001(2)	0,0878(2)	0,0476(6)
C37	0,7673(3)	0,7935(3)	0,0908(3)	0,0624(8)
C38	0,8756(3)	0,8098(3)	0,1087(3)	0,079(1)

C39	0,9276(3)	0,7348(3)	0,1256(3)	0,079(1)
C310	0,8707(3)	0,6427(3)	0,1247(3)	0,082(1)
C311	0,7609(3)	0,6252(3)	0,1049(3)	0,070(1)
Li4	0,4275(3)	0,8121(3)	0,1975(3)	0,043(1)
O4	0,5832(1)	0,8481(1)	0,2578(1)	0,0410(4)
N4	0,4100(2)	0,9336(2)	0,1360(2)	0,0420(5)
C41	0,7621(2)	0,9475(2)	0,3187(3)	0,0586(8)
C42	0,6411(2)	0,9331(2)	0,2577(2)	0,0410(6)
C43	0,6005(2)	1,0065(2)	0,2083(2)	0,0454(6)
C44	0,4885(2)	1,0061(2)	0,1464(2)	0,0432(6)
C45	0,4691(3)	1,0963(2)	0,0952(3)	0,0596(8)
C46	0,3005(2)	0,9322(2)	0,0712(2)	0,0420(6)
C47	0,2284(2)	0,9426(3)	0,1136(3)	0,0606(8)
C48	0,1196(3)	0,9317(3)	0,0507(4)	0,080(1)
C49	0,0806(3)	0,9095(3)	-0,0526(3)	0,072(1)
C410	0,1515(3)	0,8978(4)	-0,0947(3)	0,091(1)
C411	0,2615(3)	0,9099(4)	-0,0333(3)	0,078(1)
CP1	1,2144(9)	0,661(1)	0,6819(8)	0,121(4)
CP2	1,1450(7)	0,6845(7)	0,5955(6)	0,083(2)
CP3	1,0960(8)	0,6215(6)	0,5084(6)	0,083(2)
CP4	1,0253(6)	0,6426(6)	0,4178(7)	0,070(2)
CP5	1,0008(5)	0,7291(7)	0,4142(6)	0,082(3)
CP6	1,042(1)	0,7866(9)	0,5043(9)	0,128(5)
CP7	1,1114(8)	0,7702(5)	0,5978(8)	0,083(2)

Tabelle 11.43: Anisotrope Auslenkungsparameter für die Atome von **17** (ausser den Wasserstoffatomen). Die Parameter U_{ij} ($10^{-22}m^2$) beziehen sich auf den Ausdruck: $\exp(-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2a^2 + U_{22} \cdot k^2b^2 + \dots + 2U_{23} \cdot klbc))$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Li1	0,035(2)	0,046(2)	0,049(3)	0,012(2)	0,013(2)	0,008(2)
O1	0,0307(8)	0,045(1)	0,043(1)	0,0077(8)	0,0079(7)	0,0107(7)
N1	0,038(1)	0,045(1)	0,038(1)	0,0070(9)	0,0089(9)	0,0063(9)
C11	0,034(1)	0,068(2)	0,066(2)	0,014(2)	0,012(1)	0,017(1)
C12	0,032(1)	0,052(2)	0,032(1)	0,002(1)	0,006(1)	0,015(1)
C13	0,038(1)	0,051(2)	0,042(1)	0,012(1)	0,010(1)	0,017(1)
C14	0,047(2)	0,046(1)	0,040(1)	0,010(1)	0,014(1)	0,014(1)
C15	0,062(2)	0,060(2)	0,091(3)	0,035(2)	0,027(2)	0,019(2)
C16	0,038(1)	0,046(1)	0,043(1)	0,011(1)	0,009(1)	0,007(1)
C17	0,049(2)	0,080(2)	0,047(2)	0,006(2)	0,016(1)	0,006(2)
C18	0,050(2)	0,090(3)	0,070(2)	0,016(2)	0,026(2)	0,010(2)
C19	0,038(2)	0,097(3)	0,081(3)	0,019(2)	0,016(2)	0,004(2)
C110	0,049(2)	0,122(4)	0,066(2)	-0,010(2)	0,004(2)	-0,011(2)

C111	0,048(2)	0,100(3)	0,051(2)	-0,001(2)	0,014(2)	0,001(2)
Li2	0,031(2)	0,050(2)	0,040(2)	0,003(2)	0,010(2)	0,012(2)
O2	0,0312(9)	0,050(1)	0,045(1)	0,0097(8)	0,0137(8)	0,0121(7)
N2	0,041(1)	0,044(1)	0,039(1)	0,0079(9)	0,0122(9)	0,0155(9)
C21	0,035(2)	0,076(2)	0,085(2)	0,010(2)	0,025(2)	0,015(1)
C22	0,032(1)	0,046(1)	0,057(2)	0,016(1)	0,018(1)	0,016(1)
C23	0,045(2)	0,059(2)	0,057(2)	0,012(1)	0,027(1)	0,023(1)
C24	0,050(2)	0,051(2)	0,046(2)	0,010(1)	0,021(1)	0,022(1)
C25	0,073(2)	0,092(3)	0,063(2)	-0,008(2)	0,035(2)	0,020(2)
C26	0,042(1)	0,050(2)	0,034(1)	0,006(1)	0,011(1)	0,012(1)
C27	0,060(2)	0,048(2)	0,069(2)	0,002(2)	0,019(2)	0,017(1)
C28	0,065(2)	0,057(2)	0,083(3)	-0,007(2)	0,024(2)	-0,003(2)
C29	0,047(2)	0,083(3)	0,071(2)	0,004(2)	0,011(2)	0,002(2)
C210	0,045(2)	0,074(2)	0,095(3)	0,021(2)	0,006(2)	0,015(2)
C211	0,044(2)	0,053(2)	0,074(2)	0,015(2)	0,012(2)	0,013(1)
Li3	0,031(2)	0,054(3)	0,041(2)	0,003(2)	0,012(2)	0,007(2)
O3	0,0323(9)	0,050(1)	0,038(1)	0,0038(8)	0,0053(7)	0,0055(7)
N3	0,038(1)	0,050(1)	0,043(1)	-0,003(1)	0,013(1)	0,005(1)
C31	0,035(1)	0,080(2)	0,055(2)	0,003(2)	0,002(1)	0,006(1)
C32	0,034(1)	0,044(1)	0,042(1)	0,006(1)	0,002(1)	0,004(1)
C33	0,043(2)	0,060(2)	0,037(1)	-0,007(1)	0,002(1)	0,004(1)
C34	0,046(2)	0,055(2)	0,043(2)	-0,005(1)	0,013(1)	0,006(1)
C35	0,065(2)	0,115(3)	0,050(2)	-0,025(2)	0,016(2)	0,007(2)
C36	0,040(1)	0,060(2)	0,037(1)	-0,003(1)	0,012(1)	0,007(1)
C37	0,047(2)	0,062(2)	0,072(2)	0,012(2)	0,021(2)	0,007(1)
C38	0,047(2)	0,084(3)	0,097(3)	0,008(2)	0,027(2)	-0,002(2)
C39	0,042(2)	0,103(3)	0,081(3)	-0,013(2)	0,020(2)	0,006(2)
C310	0,059(2)	0,088(3)	0,095(3)	-0,005(2)	0,023(2)	0,029(2)
C311	0,052(2)	0,058(2)	0,092(3)	-0,001(2)	0,024(2)	0,011(2)
Li4	0,032(2)	0,045(2)	0,044(2)	0,010(2)	0,007(2)	0,007(2)
O4	0,0306(8)	0,043(1)	0,044(1)	0,0046(8)	0,0108(7)	0,0037(7)
N4	0,032(1)	0,052(1)	0,042(1)	0,014(1)	0,0144(9)	0,0108(9)
C41	0,033(1)	0,062(2)	0,068(2)	0,011(2)	0,010(1)	0,003(1)
C42	0,031(1)	0,048(1)	0,040(1)	0,002(1)	0,014(1)	0,003(1)
C43	0,036(1)	0,048(2)	0,048(2)	0,010(1)	0,017(1)	0,001(1)
C44	0,045(1)	0,046(1)	0,042(1)	0,011(1)	0,022(1)	0,012(1)
C45	0,054(2)	0,057(2)	0,069(2)	0,026(2)	0,024(2)	0,015(1)
C46	0,036(1)	0,046(1)	0,046(2)	0,015(1)	0,017(1)	0,012(1)
C47	0,043(2)	0,083(2)	0,058(2)	0,005(2)	0,024(1)	0,014(2)
C48	0,043(2)	0,103(3)	0,101(3)	0,016(2)	0,036(2)	0,017(2)
C49	0,039(2)	0,087(3)	0,077(2)	0,024(2)	0,009(2)	0,015(2)
C410	0,059(2)	0,157(4)	0,049(2)	0,024(2)	0,005(2)	0,040(3)
C411	0,052(2)	0,147(4)	0,045(2)	0,019(2)	0,017(2)	0,044(2)
CP1	0,089(7)	0,17(1)	0,097(7)	0,043(7)	0,017(6)	0,055(7)

CP2	0,069(5)	0,123(7)	0,061(5)	0,017(5)	0,027(4)	0,027(5)
CP3	0,109(7)	0,080(5)	0,061(4)	-0,029(4)	0,044(5)	0,013(5)
CP4	0,061(4)	0,070(5)	0,084(5)	0,011(4)	0,030(4)	0,024(4)
CP5	0,036(3)	0,138(8)	0,068(5)	0,046(5)	0,024(3)	0,001(4)
CP6	0,118(8)	0,129(8)	0,119(8)	-0,083(7)	0,087(7)	-0,074(7)
CP7	0,101(6)	0,029(3)	0,118(7)	0,001(4)	0,044(6)	0,018(3)

Tabelle 11.44: Ortskoordinaten der Wasserstoffatome von **17**. Für den Auslenkungsparameter wurde der 1,2-fache Wert des zugehörigen Kohlenstoffatoms zugrunde gelegt.

	x/a	y/b	z/c	U(eq)
H11A	0,7573	0,6331	0,3268	0,069
H11B	0,7730	0,5636	0,4125	0,069
H11C	0,7737	0,6727	0,4374	0,069
H13	0,6218	0,4606	0,4045	0,053
H15A	0,4316	0,3675	0,4420	0,085
H15B	0,4952	0,3291	0,3842	0,085
H15C	0,3701	0,3212	0,3268	0,085
H17	0,2783	0,4824	0,4126	0,073
H18	0,0939	0,4129	0,3698	0,084
H19	-0,0206	0,3449	0,2029	0,091
H110	0,0486	0,3450	0,0779	0,109
H111	0,2311	0,4168	0,1175	0,085
H21A	0,2114	0,7645	0,2560	0,078
H21B	0,2039	0,7443	0,3608	0,078
H21C	0,2207	0,6630	0,2950	0,078
H23	0,3530	0,8148	0,4995	0,060
H25A	0,6068	0,9000	0,6853	0,089
H25B	0,4819	0,8706	0,6590	0,089
H25C	0,5325	0,9698	0,6311	0,089
H27	0,6938	1,0321	0,5733	0,073
H28	0,8802	1,0994	0,6657	0,088
H29	1,0013	0,9992	0,7198	0,088
H210	0,9367	0,8304	0,6757	0,093
H211	0,7521	0,7625	0,5841	0,072
H31A	0,2142	0,5871	0,0268	0,076
H31B	0,2069	0,6103	-0,0823	0,076
H31C	0,2188	0,6940	-0,0007	0,076
H33	0,3587	0,6128	-0,1065	0,063
H35A	0,6094	0,6667	-0,1035	0,098
H35B	0,4850	0,6240	-0,1688	0,098
H35C	0,5568	0,5573	-0,1032	0,098

H37	0,7322	0,8469	0,0803	0,075
H38	0,9153	0,8744	0,1095	0,095
H39	1,0031	0,7466	0,1378	0,095
H310	0,9069	0,5901	0,1379	0,098
H311	0,7213	0,5602	0,1031	0,083
H41A	0,7765	0,9419	0,3897	0,070
H41B	0,7990	1,0110	0,3128	0,070
H41C	0,7877	0,8987	0,2925	0,070
H43	0,6529	1,0659	0,2155	0,054
H45A	0,4592	1,0847	0,0248	0,072
H45B	0,5305	1,1498	0,1303	0,072
H45C	0,4052	1,1116	0,0977	0,072
H47	0,2534	0,9575	0,1866	0,073
H48	0,0702	0,9400	0,0812	0,096
H49	0,0048	0,9022	-0,0950	0,086
H410	0,1255	0,8809	-0,1676	0,109
H411	0,3106	0,9026	-0,0644	0,094
HP1A	1,1862	0,5962	0,6915	0,145
HP1B	1,2239	0,7059	0,7390	0,145
HP1C	1,2831	0,6656	0,6777	0,145
HP3	1,1117	0,5582	0,5101	0,099
HP4	0,9938	0,5956	0,3575	0,084
HP5	0,9562	0,7493	0,3512	0,099
HP6	1,0202	0,8470	0,5026	0,153
HP7	1,1346	0,8139	0,6595	0,099

Tabelle 11.45: Nicht in Tab. 6.1 (S. 71) aufgeführte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$] von **17**

O1-Li3	1,956(5)	N1-Li1-O3	137,3(3)
O1-Li2	1,965(5)	N1-Li1-O2	127,3(3)
C11-C12	1,502(4)	C12-O1-Li3	129,4(2)
C14-C15	1,499(4)	C12-O1-Li2	131,6(2)
C16-C17	1,373(4)	C14-N1-C16	120,0(2)
C16-C111	1,380(4)	C14-N1-Li1	122,1(2)
C17-C18	1,394(5)	C16-N1-Li1	117,8(2)
C18-C19	1,355(5)	O1-C12-C13	124,9(2)
C19-C110	1,362(6)	O1-C12-C11	114,6(2)
C110-C111	1,386(5)	C13-C12-C11	120,4(2)
Li2-O2	1,920(4)	C12-C13-C14	129,3(2)
Li2-O4	1,946(5)	N1-C14-C13	123,1(3)
Li2-N2	1,962(5)	N1-C14-C15	122,4(3)
O2-C22	1,299(3)	C13-C14-C15	114,5(2)

O2-Li4	1,943(5)	C17-C16-C111	118,4(3)
N2-C24	1,296(4)	C17-C16-N1	121,8(3)
N2-C26	1,420(3)	C111-C16-N1	119,7(3)
C21-C22	1,503(4)	C16-C17-C18	120,5(3)
C22-C23	1,351(4)	C19-C18-C17	120,7(4)
C23-C24	1,441(4)	C18-C19-C110	119,1(3)
C24-C25	1,494(4)	C19-C110-C111	121,1(4)
C26-C27	1,381(4)	C16-C111-C110	120,2(4)
C26-C211	1,385(4)	O2-Li2-O4	95,4(2)
C27-C28	1,395(5)	O2-Li2-N2	96,4(2)
C28-C29	1,362(5)	O4-Li2-N2	125,9(3)
C29-C210	1,377(6)	O2-Li2-O1	94,0(2)
C210-C211	1,378(5)	O4-Li2-O1	93,6(2)
Li3-O3	1,914(5)	N2-Li2-O1	137,6(3)
Li3-O4	1,952(5)	C22-O2-Li2	123,0(2)
Li3-N3	1,962(5)	C22-O2-Li4	134,4(2)
Li3-Li4	2,575(6)	Li2-O2-Li4	84,3(2)
O3-C32	1,295(3)	C22-O2-Li1	127,3(2)
O3-Li4	1,955(5)	Li2-O2-Li1	86,0(2)
N3-C34	1,291(3)	Li4-O2-Li1	86,2(2)
N3-C36	1,419(4)	C24-N2-C26	121,2(2)
C31-C32	1,516(4)	C24-N2-Li2	123,6(2)
C32-C33	1,354(4)	C26-N2-Li2	115,0(2)
C33-C34	1,434(4)	O2-C22-C23	125,1(2)
C34-C35	1,505(5)	O2-C22-C21	114,5(3)
C36-C311	1,374(5)	C23-C22-C21	120,4(3)
C36-C37	1,389(4)	C22-C23-C24	129,2(3)
C37-C38	1,377(5)	N2-C24-C23	121,8(3)
C38-C39	1,372(6)	N2-C24-C25	123,0(3)
C39-C310	1,371(6)	C23-C24-C25	115,1(3)
C310-C311	1,390(5)	C27-C26-C211	118,0(3)
Li4-O4	1,916(5)	C27-C26-N2	123,0(3)
Li4-N4	1,969(5)	C211-C26-N2	118,7(3)
O4-C42	1,299(3)	C26-C27-C28	120,6(3)
N4-C44	1,285(3)	C29-C28-C27	120,6(3)
N4-C46	1,423(3)	C28-C29-C210	119,1(3)
C41-C42	1,512(4)	C29-C210-C211	120,6(3)
C42-C43	1,364(4)	C210-C211-C26	121,0(3)
C43-C44	1,444(4)	O3-Li3-O4	96,5(2)
C44-C45	1,508(4)	O3-Li3-O1	93,9(2)
C46-C411	1,370(4)	O4-Li3-O1	93,7(2)
C46-C47	1,373(4)	O3-Li3-N3	97,2(2)
C47-C48	1,385(5)	O4-Li3-N3	128,6(3)
C48-C49	1,355(6)	O1-Li3-N3	134,2(3)

C49-C410	1,360(6)	C32-O3-Li3	122,9(2)
C410-C411	1,390(5)	C32-O3-Li4	129,5(2)
CP1-CP2	1,33(1)	Li3-O3-Li4	83,4(2)
CP2-CP3	1,35(1)	C32-O3-Li1	132,8(2)
CP2-CP7	1,38(1)	Li3-O3-Li1	86,2(2)
CP3-CP4	1,37(1)	Li4-O3-Li1	86,0(2)
CP4-CP5	1,33(1)	C34-N3-C36	120,4(2)
CP5-CP6	1,34(1)	C34-N3-Li3	122,5(2)
CP6-CP7	1,36(2)	C36-N3-Li3	117,1(2)
		O3-C32-C33	125,6(2)
		O3-C32-C31	114,5(3)
		C33-C32-C31	119,9(3)
		C32-C33-C34	128,7(3)
		N3-C34-C33	123,2(3)
		N3-C34-C35	121,7(3)
		C33-C34-C35	115,2(3)
		C311-C36-C37	118,9(3)
		C311-C36-N3	121,9(3)
		C37-C36-N3	119,2(3)
		C38-C37-C36	120,2(3)
		C39-C38-C37	120,8(4)
		C310-C39-C38	119,4(3)
		C39-C310-C311	120,3(4)
		C36-C311-C310	120,5(3)
		O4-Li4-O2	95,6(2)
		O4-Li4-O3	96,3(2)
		O2-Li4-O3	94,2(2)
		O4-Li4-N4	95,2(2)
		O2-Li4-N4	136,5(3)
		O3-Li4-N4	126,1(3)
		O4-Li4-Li3	48,9(2)
		O2-Li4-Li3	94,8(2)
		C42-O4-Li4	124,5(2)
		C42-O4-Li2	130,5(2)
		Li4-O4-Li2	84,3(2)
		C42-O4-Li3	131,3(2)
		Li4-O4-Li3	83,5(2)
		Li2-O4-Li3	86,3(2)
		C44-N4-C46	121,6(2)
		C44-N4-Li4	124,8(2)
		C46-N4-Li4	113,5(2)
		O4-C42-C43	124,9(2)
		O4-C42-C41	114,8(2)
		C43-C42-C41	120,3(2)

C42-C43-C44	128,1(2)
N4-C44-C43	122,1(2)
N4-C44-C45	121,9(3)
C43-C44-C45	116,0(2)
C411-C46-C47	118,4(3)
C411-C46-N4	121,4(3)
C47-C46-N4	119,9(3)
C46-C47-C48	119,8(3)
C49-C48-C47	122,1(3)
C48-C49-C410	118,3(3)
C49-C410-C411	120,7(4)
C46-C411-C410	120,8(3)
CP1-CP2-CP3	122(1)
CP1-CP2-CP7	119(1)
CP3-CP2-CP7	118,4(8)
CP2-CP3-CP4	123,7(9)
CP5-CP4-CP3	119,2(8)
CP4-CP5-CP6	116(1)
CP5-CP6-CP7	128(1)
CP6-CP7-CP2	113,7(9)

Literaturverzeichnis

- [1] W. Uhl, R. Graupner, M. Layh, U. Schütz, *J. Organomet. Chem.* **1995**, *C1*, 493.
- [2] W. Uhl, W. Hiller, M. Layh, W. Schwarz, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 1378; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1992**, *31*, 1364.
- [3] A. Haaland, K.-G. Martinsen, H. V. Volden, W. Kaim, E. Waldhör, W. Uhl, U. Schütz, *Organometallics* **1996**, *15*, 1146.
- [4] W. Uhl, M. Pohlmann, R. Wartchow, *Angew. Chem.* **1998**, *110*, 1007; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1998**, *37*, 961.
- [5] W. Uhl, M. Benter, S. Melle, W. Saak, G. Frenking, J. Uddin, *Organometallics* **1999**, *18*, 3778.
- [6] W. Uhl, S. U. Keimling, W. Hiller, M. Neumayer, *Chem. Ber.* **1995**, *128*, 1137.
- [7] W. Uhl, S. U. Keimling, W. Hiller, M. Neumayer, *Chem. Ber.* **1996**, *129*, 397.
- [8] W. Uhl, M. Pohlmann, *Organometallics* **1997**, *16*, 2478.
- [9] W. Uhl, S. U. Keimling, M. Pohlmann, S. Pohl, W. Saak, W. Hiller, M. Neumayer, *Inorg. Chem.* **1997**, *36*, 5478.
- [10] W. Uhl, M. Benter, M. Prött, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2000**, 643.
- [11] W. Uhl, M. Pohlmann, *Chem. Comm.* **1998**, 451.
- [12] W. Uhl, R. Graupner, M. Pohlmann, S. Pohl, W. Saak, *Chem. Ber.* **1996**, *129*, 143.
- [13] W. Uhl, R. Graupner, W. Hiller, M. Neumayer, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 62; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1997**, *36*, 62.
- [14] W. Uhl, S. Melle, *Chem. Eur. J.* **2001**, *7*, 4216.
- [15] W. Uhl, S. Melle, G. Geiseler, K. Harms, *Organometallics* **2001**, *20*, 3355.
- [16] W. Uhl, A. El-Hamdan, W. Petz, G. Geiseler, K. Harms, *Z. Naturforsch.* **2004**, *59b*, 789.
- [17] W. Uhl, F. Schmock, W. Petz, *Z. Naturforsch.* **2003**, *58b*, 385.
- [18] G. Linti, W. Köstler, *Chem. Eur. J.* **1998**, *4*, 942.

- [19] G. Linti, G. Li, H. Pritzkow, *J. Organomet. Chem.* **2001**, 626, 82.
- [20] W. Uhl, A. El-Hamdan, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2006**, 632, 793.
- [21] W. Uhl, A. El-Hamdan, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2004**, 969.
- [22] W. Uhl, A. El-Hamdan, A. Lawerenz, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2005**, 1056.
- [23] W. Uhl, A. El-Hamdan, K. P. Schindler, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2006**, 1817.
- [24] W. Uhl, S. U. Keimling, S. Pohl, W. Saak, R. Wartchow, *Chem. Ber.* **1997**, 130, 1269.
- [25] W. Uhl, M. Benter, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2000**, 3133.
- [26] W. Uhl, S. Melle, M. Prött, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2005**, 631, 1377.
- [27] W. Uhl, A. Vester, W. Kaim, J. Poppe, *J. Organomet. Chem.* **1993**, 454, 9.
- [28] W. Uhl, U. Schütz, W. Kaim, E. Waldhör, *J. Organomet. Chem.* **1995**, 501, 79.
- [29] W. Uhl, L. Cuypers, W. Kaim, B. Schwederski, R. Koch, *Angew. Chem.* **2003**, 115, 2524; *Angew. Chem., Int. Ed.* **2003**, 42, 2422.
- [30] M. Nakamoto, T. Yamasaki, A. Sekiguchi, *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, 127, 6954.
- [31] X. He, R. A. Bartlett, M. M. Olmstead, K. Ruhlandt-Senge, B. E. Sturgeon, P. P. Power, *Angew. Chem.* **1993**, 105, 761; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1993**, 32, 717.
- [32] M. A. Brown, B. R. McGarvey, A. Ozarowski, D. G. Tuck, *Inorg. Chem.* **1996**, 35, 1560.
- [33] A. C. Stowe, J. G. Kaup, L. B. Knight, Jr., J. R. Davis, A. J. McKinley, *J. Chem. Phys.* **2001**, 115, 4632.
- [34] D. P. Freyberg, J. L. Robbins, K. N. Raymond, J. C. Smart, *J. Am. Chem. Soc.* **1979**, 101, 892.
- [35] B. Neumüller, *Coord. Chem. Rev.* **1997**, 158, 69.
- [36] A. Szabó, A. Kovács, G. Frenking, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2005**, 631, 1803.
- [37] J.J. Harrison, D.L. Beach, D.C. Young, K.S. Sehadri, J.D. Nelligan, *Organometallics* **1987**, 6, 343.
- [38] N. Ruchard, J. Grannec, P. Gravereau, P. Nunez, A. Tressaud, W. Massa, G. Frenzen, D. Babel, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1992**, 610, 67.
- [39] W. Uhl, M. Layh, W. Hiller, *J. Organomet. Chem.* **1989**, 368, 139.
- [40] R. Wochele, W. Schwarz, K. W. Klinkhammer, K. Locke, J. Weidlein, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2000**, 626, 1963.

- [41] N. Wiberg, K. Amelunxen, H. Nöth, M. Schmidt, H. Schwenk, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 110; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1996**, *35*, 65.
- [42] T. Kräuter, B. Neumüller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1995**, *621*, 597.
- [43] W. Uhl, M. Layh, T. Hildenbrand, *J. Organomet. Chem.* **1989**, *364*, 289.
- [44] W. Uhl, T. Spies, W. Saak, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1998**, 1661.
- [45] W. Uhl, A. Fick, T. Spies, G. Geiseler, K. Harms, *Organometallics* **2004**, *23*, 72.
- [46] W. Uhl, F. Schmock, G. Geiseler, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2002**, *628*, 1963.
- [47] W. Uhl, T. Spies, R. Koch, *J. Chem Soc. Dalton Trans.* **1999**, 2385.
- [48] W. Biffar, H. Nöth, *Angew. Chem.* **1980**, *92*, 65; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1980**, *19*, 58.
- [49] Y. Apeloig, A. Stanger, *J. Am. Chem. Soc.* **1985**, *107*, 2806.
- [50] E. B. Nadler, Z. Rapoport, D. Arad, Y. Apeloig, *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 7873.
- [51] A. F. Holleman, E. Wiberg, N. Wiberg, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 101^{te} Aufl., Walter de Gruyter, Berlin, New York, **1995**.
- [52] S. Hino, M. Olmstead, A. D. Phillips, R. J. Wright, P. P. Power, *Inorg. Chem.* **2004**, *43*, 7346.
- [53] A. Schnepf, *Angew. Chem.* **2003**, *115*, 2728; *Angew. Chem., Int. Ed.* **2003**, *42*, 2624.
- [54] A. Schnepf, E. Weckert, G. Linti, H. Schnöckel, *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 3578; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1999**, *38*, 3381.
- [55] U. Schubert, H. Wagner, *J. Organomet. Chem.* **1989**, *361*, C15.
- [56] S. M. Whittaker, M.-C. Brun, F. Cervantes-Lee, K. H. Pannell, *J. Organomet. Chem.* **1995**, *499*, 247.
- [57] C. Marschner, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1998**, 221.
- [58] C. Kayser, G. Kickelbick, C. Marschner, *Angew. Chem.* **2002**, *114*, 1031; *Angew. Chem., Int. Ed.* **2002**, *41*, 989.
- [59] R. Fischer, D. Frank, W. Gaderbauer, C. Kayser, C. Mechtler, J. Baumgartner, C. Marschner, *Organometallics* **2003**, *22*, 3723.
- [60] J. Markov, R. Fischer, H. Wagner, N. Noormofidi, J. Baumgartner, C. Marschner, *Dalton Trans.* **2004**, 2166.

- [61] W. Gaderbauer, M. Zirngast, J. Baumgartner, C. Marschner, *Organometallics* **2006**, *25*, 2599.
- [62] R. Fischer, T. Konopa, S. Ully, J. Baumgartner, C. Marschner, *J. Organomet. Chem.* **2003**, *685*, 79.
- [63] A. M. Arif, A. H. Cowley, T. M. Elkins, R. A. Jones, *Chem. Comm.* **1986**, 1776.
- [64] G. Linti, S. Coban, A. Rodig, N. Sandholzer, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2003**, *629*, 1329.
- [65] T. Kuhler, P. Jutzi, A. Stammer, H.-G. Stammer, *Chem. Comm.* **2001**, 539.
- [66] N. Wiberg, T. Blank, A. Purath, G. Stosser, H. Schnöckel, *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 2745; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1999**, *38*, 2563.
- [67] N. Wiberg, T. Blank, H. Nöth, W. Ponikwar, *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 887; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1999**, *38*, 839.
- [68] N. Wiberg, T. Blank, K. Amelunxen, H. Nöth, H. Schnöckel, E. Baum, A. Purath, D. Fenske, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2002**, 341.
- [69] M. Hausslein, H.-D. Hausen, K. W. Klinkhammer, J. Weidlein, K. Merz, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, *625*, 1608.
- [70] M. F. Self, A. T. McPhail, L. J. Jones III, R. L. Wells, J. C. Huffman, *Polyhedron* **1994**, *13*, 199.
- [71] J. T. Leman, A. R. Barron, *Organometallics* **1989**, *8*, 2214.
- [72] B. Neumüller, F. Gahlmann, M. Schäfer, S. Magull, *J. Organomet. Chem.* **1992**, *440*, 263.
- [73] G. Linti, W. Kostler, A. Rodig, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1998**, 745.
- [74] W. Uhl, L. Cuyppers, G. Geiseler, K. Harms, W. Massa, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2002**, *628*, 1001.
- [75] C. Lustig, N. W. Mitzel, *Z. Naturforsch.* **2004**, *59b*, 140.
- [76] G. Linti, W. Kostler, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 593; *Angew. Chem., Int. Ed.* **1996**, *35*, 550.
- [77] J. C. Beamish, R. W. H. Small, I. J. Worrall, *Inorg. Chem.* **1979**, *18*, 220.
- [78] N. Kuhn, A. Kuhn, M. Speis, D. Bläser, R. Boese, *Chem. Ber.* **1990**, *123*, 1301.
- [79] N. Kuhn, A. Kuhn, J. Lewandowski, M. Speis, *Chem. Ber.* **1991**, *124*, 997.
- [80] N. Kuhn, J. Fahl, S. Fuchs, M. Steinmann, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, *625*, 2108.

- [81] C. Cui, H. W. Roesky, H.-G. Schmidt, M. Noltemeyer, H. Hao, F. Cimpoesu, *Angew. Chem.* **2000**, *112*, 4444; *Angew. Chem., Int. Ed.* **2000**, *39*, 4274.
- [82] N. J. Hardman, B. E. Eichler, P. P. Power, *Chem. Comm.* **2000**, 1991.
- [83] M. S. Hill, P. B. Hitchcock, *Chem. Comm.* **2004**, 1818.
- [84] M. S. Hill, P. B. Hitchcock, R. Pongtavornpinyo, *Angew. Chem.* **2005**, *117*, 4303; *Angew. Chem., Int. Ed.* **2005**, *44*, 4231.
- [85] W. Uhl, M. Pohlmann, *unveröffentlicht* .
- [86] W. Uhl, S. Melle, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2000**, *626*, 2043.
- [87] M. Schütz, *Angew. Chem.* **1958**, *70*, 697.
- [88] D. Perrin, W. Amarego, R. Perrin, *Purification of Laboratory Chemicals*, 2^{te} Aufl., Pergamon Press, New York, **1981**.
- [89] A. H. Cowley, N. C. Norman, M. Pakulski, G. Becker, M. Layh, E. Kirchner, M. Schmidt, *Inorg. Synth.* **1990**, *27*, 235.
- [90] R. D. Rieke, S. E. Bales, *J. Am. Chem. Soc.* **1974**, *96*, 1775.
- [91] J.-R. Harmon, D. Astruc, P. Michaud, *J. Am. Chem. Soc.* **1981**, *103*, 758.
- [92] G. M. Sheldrick, *Siemens Analytical X-Ray Instruments, Inc. 1989*, Universität Göttingen, **1997**, SHELXL-97, Program for refinement of structures.

Fehlschlag

„Die Würze, die dem Erfolg sein Aroma gibt.“

Truman Capote (1924-84)

Danksagung

Ich möchte mich bei Prof. Dr. W. Uhl für die interessante, lehrreiche und vielfältige Aufgabenstellung und Hilfe bei auftretenden Problemen bedanken.

Auch danke ich Prof. Dr. B. Neumüller für die freundliche Übernahme der Aufgabe als Zweitgutachter tätig zu werden.

Herrn Dipl.-Chem. Andreas Vogelpohl danke ich für die schnelle Lesung dieser Arbeit zu Korrekturzwecken.

Herrn Dr. Christian Emden danke ich für viele lustige und lehrreiche Stunden im Labor, ohne die so manche Tage nicht zu ertragen gewesen wären.

Den Dipl.-Chem. Elif Er und Andreas Vogelpohl danke ich für moralische Unterstützung an den Tagen, die zur Verzweiflung neigten.

Weiterhin danke ich den Mitgliedern des Arbeitskreises Dr. Marcus Layh und den Dipl.-Chem. Klaus Schindler, Hauke Westenberg, Andrej Vinogradov, Thomas Abel, Henrik Bock und Michael Claesener sowie den MSc. Barun Jana und Reza Halvagar für die Mitarbeit im Arbeitskreis. Ebenso danke ich Sarina Zemke, die im Rahmen ihrer Examensarbeit an den vorliegenden Ergebnissen mitgewirkt hat.

Den Abteilung für NMR-Spektroskopie, namentlich Fr. Dudde und Dr. Hepp, sowie der Kristallabteilung, vertreten durch Jutta Kösters, Dr. Friedhelm Rogel und Tanja Pape, danke ich für die Messung etlicher Spektren und Kristalle, teils auch außerhalb der Reihe.

Fr. Beate Jasper danke ich für ihre Hilfsbereitschaft und ihre Organisationsversuche im Labor. Nicht den Kopf hängen lassen, Beate!!!

Den ehem. Marburgern Dr. Abdelhakim El-Hamdan, Dr. Madhat Matar und Dr. Sandra Melle danke ich für die gute Zusammenarbeit in Marburg und die damalige freundliche Aufnahme im AK mit allem was dazugehört.

Meiner Freundin Elif danke ich für Ihre Unterstützung, ohne die diese Arbeit nie vollendet worden wäre. Und wie immer zum Schluss, wenn auch nicht als letztes, danke ich meiner Familie für Ihre Unterstützung während der langen Jahre.