

Titel

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Dissertation

zur

Erlangung des akademischen Grades

*doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)*

der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Universität Rostock

vorgelegt von Vorname Nachname, geb. am XX.YY.19ZZ in TTTTT

Rostock, XX.XX.20ZZ

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Monat 20XX bis Monat 20XX am Institut für Chemie der Universität Rostock am Lehrstuhl für Anorganische Chemie in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. Axel Schulz angefertigt.

1. Gutachter: Prof. Dr. Axel Schulz

2. Gutachter: XXXXXXXXXXXXXX

**ERKLÄRUNG**

Ich versichere hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig angefertigt und ohne fremde Hilfe verfasst habe. Dazu habe ich keine außer den von mir angegebenen Hilfsmitteln und Quellen verwendet und die den benutzten Werken inhaltlich und wörtlich entnommenen Stellen habe ich als solche kenntlich gemacht.

Rostock, XX.YY.20ZZ

((Unterschrift))

……………………….

Vorname Nachname

((allgemeine Anweisungen: *times new roman/font 12* für normalen Text, 1.5-facher Zeilenabstand))

((Bis hier gilt: Nur die gelb-markierten Stellen dürfen aktuallisiert werden!!! Der Text ist unveränderlich))

**Danksagung**

**Zusammenfassung**

Auf Deutsch

**Summary**

In English

Inhalt

[Verzeichnis der synthetisierten Verbindungen VII](#_Toc362558099)

[Abkürzungsverzeichnis VIII](#_Toc362558100)

[Vom SI-System abweichende Einheiten VIII](#_Toc362558101)

[1 Zielsetzung 1](#_Toc362558102)

[2 Einleitung 2](#_Toc362558103)

[2.1 XXXXXXXXXXXX 2](#_Toc362558104)

[2.2 XXXXXXXXXXXXXXX 2](#_Toc362558105)

[3 Ergebnisse und Diskussion 3](#_Toc362558106)

[3.1 XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX 3](#_Toc362558107)

[4 Zusammenfassung und Ausblick 5](#_Toc362558108)

[5 Anhang 6](#_Toc362558109)

[5.1 Arbeitstechnik 6](#_Toc362558110)

[5.2 Analysenmethoden 7](#_Toc362558111)

[5.3 Darstellung der Verbindungen 10](#_Toc362558112)

[5.3.1 Darstellung von Me3SiC6H4CN (**1**) 10](#_Toc362558113)

[5.4 Daten zu den Röntgenstrukturanalysen 11](#_Toc362558114)

[5.5 Ausgewählte Atomabstände und Winkel der Verbindungen 12](#_Toc362558115)

[6 Literaturverzeichnis 13](#_Toc362558116)

# Verzeichnis der synthetisierten Verbindungen

((ist fakultativ, ebensowie ein Abbildungsverzeichnis etc.))

((frei zu gestalten, am besten chemdraw grafik + zahlencode))

# Abkürzungsverzeichnis *(individuell anpassen!)*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Abb.** | Abbildung | ***n*-BuLi** | *n*-Butyllithium |
| **ATR** | *Attenuated Total Reflection* (abgeschwächte Totalreflexion) | **NMR** | *Nuclear Magnetic Resonance* (Kernspinresonanzspektroskopie) |
| **ber.** | berechnet | ***o*** | *ortho* |
| **theo.** | theoretisch | **OTf** | Triflat (Trifluormethansulfonat) |
| ***δ*** | Chemische Verschiebung (NMR) | ***p*** | *para* |
| **DMSO** | Dimethylsulfoxid | **ppm** | *parts per million* |
| **DSC** | *Differential Scanning Calometry* (Dynamische Differenzkalorimetrie) | **q** | Quartett (NMR) |
| **EA** | Elementaranalyse | **s** | *strong* (IR), Singulett (NMR) |
| **gef.** | gefunden | **Tab.** | Tabelle |
| **hfacac** | Hexafluoracetylacetonat | **TGA** | Thermogravimetrische Analyse |
| **IR** | Infrarot | **THF** | Tetrahydrofuran |
| ***J*** | Kopplungskonstante | **w** | *weak* (IR) |
| **m** | *medium* (IR), *meta* (NMR), Multiplett (NMR) |  |  |
| **MHz** | Megahertz |  |  |
| **Schmp.** | Schmelzpunkt |  |  |
|  |  |  |  |

((keine Summenformel wie NaCl oder Duden-Abkürzungen))

# Vom SI-System abweichende Einheiten *(individuell anpassen!)*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Größe** | **Symbol** | **Bezeichnung** | **Umrechnung in SI-Einheit** |
| Frequenz | MHz  Hz | Megahertz  Hertz | 1 MHz = 106 s–1  1 Hz = 1s–1 |
| Länge | Å | Ångström | 1 Å = 10–10 m |
| Leistung | mW | Milliwatt | 1 mW = 10–3 kg·m2·s–3 |
| Temperatur | °C | Grad Celsius | x°C = (x + 273.15) K |
| Volumen | ml | Milliliter | 1 ml = 1cm3 = 10–6 m3 |
| Wärmemenge | kJ | Kilojoule | 1 kJ = 103m2· kg· s–2 |
| Wellenzahl | cm–1 | reziproke Zentimeter | 1cm–1 = 100 m–1 |
| Zeit | h  min | Stunde  Minute | 1 h = 3600 s  1 min = 60 s |

# 1 Zielsetzung

Im Rahmen dieser Arbeit sollten …

# 2 Einleitung

## 2.1 XXXXXXXXXXXX

Koordinationspolymere sind metallorganische Verbindungen, die aus Metallzentren und organischen Liganden bestehen. Der Ligand weist mindestens zwei Donoratome auf und verbrückt die Metallzentren über koordinative Bindungen unendlich, sodass eindimensionale, zweidimensionale oder dreidimensionale Netzwerke entstehen.[[[1]](#endnote-1)] ((Wiley Style beim zitieren – siehe Kapitel 6))

## 2.2 XXXXXXXXXXXXXXX

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

# 3 Ergebnisse und Diskussion

## 3.1 XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

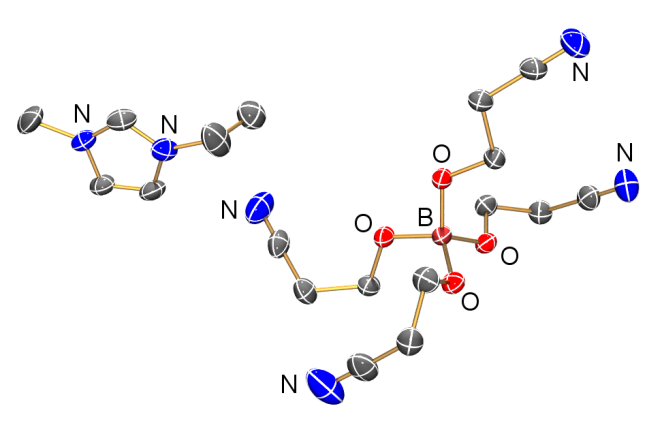
Die Liganden haben XXXXXXXXXXXXXX (Schema 1) zum Aufbau YYYYYYYYYYY (Tabelle 1) und XXXXXXX vorgestellt (Abbildung 1). ((Text in times new roman font 12))



*Schema1.* Allgemeine Ligandensynthese.

((Captions und Atom Labels ARIAL 12 in allen Grafiken, Schemata etc. (bei Chemdraw am besten templat.cds benutzen); Legende: Text: Arial, Font 10, „Schema X“ bzw. „Abbildung X“: fett und kursiv, einfacher Zeilenabstand))

((alle Schemata, Abbildungen und Tabellen ordentlich durchnummerieren, müssen entsprechend der Nummerierung im Text erscheinen und im Text logisch verlinkt sein))



***Abbildung 1***. ORTEP-Darstellung der Molekülstruktur von**1**.Thermische Ellipsoide entsprechen 50 % der Wahrscheinlichkeit bei 173 K (H-Atome nicht dargestellt).

((ARIAL in allen Grafiken, Schemata etc., Legende: Text: Arial, Font 10, „Schema X“ bzw. „Abbildung X“: fett und kursiv, einfacher Zeilenabstand))

Color code: N blau, O rot, C gray30, H lightgray, F steelblue, Cl grün, Si spicy pink, S gelb, P orange, B braun, Sb braun, Br braun, Iod violett, Metalle dunkle Farben z.B. violett, dunkelgrün, … ((keine Farbe doppelt verwenden, dann sinnvoll ändern))

*Tabelle 1:* Wellenzahlen der CN-Bande der Liganden 1-9.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Verbindung** | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** |
| **ν in cm–1** | 2227 | 2224 | 2229 | 2229 | 2228 | 2229 | 2227 | 2228 | 2229 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

((Times New Roman 10 in allen Tabellen, Legende: Text; Arial, Font 10, „Tabelle X“ fett und kursiv und mit Doppelpunkt, Hintergrundfarbe (Schattierung) kann frei gewählt werden))

# 4 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel der Arbeit war … XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX-XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

# 5 Anhang

## 5.1 Arbeitstechnik

Sofern nicht anders angegeben, wurden alle Experimente, bei denen absolute Lösungsmittel verwendet wurden, unter Argon-Atmosphäre mit Hilfe der Schlenk-Technik durchgeführt. Alle Glasgeräte wurden dafür dreimal mit einem Heißluftgebläse im Hochvakuum ausgeheizt und unter Argon-Atmosphäre abgekühlt. Das Ab- und Umfüllen hydrolyse-empfindlicher Substanzen wurde in einer Drybox unter Inertgasatmosphäre durchgeführt. Lösungsmittel wurden unter Argon-Atmosphäre destilliert und für die Versuche mit Einwegspritzen umgefüllt. Die Einwegspritzen wurden zuvor dreimal mit Argon gespült.

Die verwendeten Lösungsmittel wurden über den Chemikalienhandel erhalten und wenn nötig nach literaturbekannten Methoden gereinigt und getrocknet (Tabelle X).[[[2]](#endnote-2)] Dichlormethan CH2Cl2 wurde analog zu einer Literaturvorschrift[[[3]](#endnote-3)] gereinigt und erst über P4O10, dann über CaH2 getrocknet und frisch destilliert. Tetrahydrofuran (THF), Benzol (C6H6) und Toluol (C7H8) wurden über Na/Benzophenon getrocknet und frisch destilliert, *n*-Hexan wurde über Na/Benzophenon/Tetraglyme getrocknet und frisch destilliert. Ausgangsverbindungen wurden entweder über den Chemikalienhandel erhalten oder nach bekannten Vorschriften aus der Literatur hergestellt.

***Tabelle X:*** Eingesetzte Chemikalien, deren Herkunft und Reinigung. *(individuell anpassen!)*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Substanz** | **Herkunft** | **Reinigung** |
| Me3SiCl | Merck | destilliert |
| Me2SiCl2 | Merck | destilliert |
| Ph2SiCl2 | Merck | destilliert |
| PhMeSiCl2 | Fluka | destilliert |
| MeSiCl3 | Merck | destilliert |
| PhSiCl3 | Aldrich | destilliert |
| C6H11SiCl3 | ABCR | destilliert |
| SiCl4 | RdH | destilliert |
| GeCl4 | Altbestand | destilliert |
| 4-Brombenzonitril | fluorochem |  |
| 2-Brombenzonitril | Alz Chem |  |
| *n*-Butyllithium  (2.5M in *n*-Hexan) | Acros |  |
| AgOOCCF3 | synthetisiert[[[4]](#endnote-4)] |  |
| AgO3SCF3 | synthetisiert[[[5]](#endnote-5)] |  |
| AgBF4 | synthetisiert[[[6]](#endnote-6)] |  |
| AgSbF6 | ABCR |  |
| Trifluoressigsäure | Merck | destilliert |
| Trifluormethansulfonsäure | Merck | destilliert |
| Tetrafluorborsäure (35%) | Merck |  |
| CuCl2; wasserfrei | Riedel de Haen |  |
| CuI | Aldrich |  |
| Cu[CH(COCF3)2]2 | Aldrich |  |
| NaBPh4 | Acros |  |
| d6-DMSO | Aldrich | von CaH2 abdestilliert |
| d2-CD2Cl2 | Aldrich | von P4O10 abdestilliert |

## 5.2 Analysenmethoden *(die wirklich verwendeten Methoden auswählen!)*

*Einkristallstrukturanalyse*

Kristalle zur Einkristallröntgenstrukturanalyse wurden in Kel-F-Öl (Riedel deHaen) oder Fomblin YR-1800 (Alfa Aesar) bei Raumtemperatur selektiert. Alle Proben wurden während der Messung auf 123(2) K gekühlt. *(Falls andere Temperaturen als der Standard verwendet wurden, muss dies gesondert angegeben werden)* Die Daten wurden auf einem Bruker Apex Kappa-II-Diffraktometer oder einem Bruker D8 Quest-Diffraktometer mit monochromatischer (Graphit) Mo-Kα-Strahlung (λ = 0.71073 Å) aufgenommen. Die Strukturen wurden durch direkte Methoden (*SHELXS-97*)[[[7]](#endnote-7)] gelöst und durch *full-matrix least squares* Prozeduren (*SHELXL-97*)[[[8]](#endnote-8)] verfeinert. Semi-empirische Absorptionskorrekturen wurden angewendet (SADABS).[[[9]](#endnote-9)] Alle Nicht-Wasserstoff-Atome wurden anisotrop verfeinert, Wasserstoff-Atome wurden rechnerisch eingefügt.

In den Verbindungen **26**, **27**, **28** und **32** wurden die nicht koordinierenden Lösungsmittelmoleküle zur besseren Verfeinerung mit PLATON/SQEEZE entfernt. ((Bei Besonderheiten: Immer Alex vorab fragen!))

*NMR-Spektroskopie*

**NMR**: 13C-, 1H-, 31P- und 29Si-INEPT-NMR-Spektren wurden auf einem Bruker AVANCE 250 Spektrometer, auf einem Bruker AVANCE 300 Spektrometer oder auf einem Bruker AVANCE 500 Spektrometer aufgenommen. Die NMR-Spektren wurden intern auf die verwendeten deuterierten Lösungsmittel oder protischen Verunreinigungen kalibriert.   
13C-NMR: d6-DMSO: 39.5 ppm, CD2Cl2: 54.0 ppm; 1H-NMR: CD2Cl2: 5.32 ppm, d6-DMSO: 2.5 ppm.

*IR-Spektroskopie*

Für die Aufnahmen der Spektren wurde ein Nicolet 380 FT-IR-Spektrometer mit einer Smart

Orbit ATR-Einheit oder ein Bruker Alpha mit drei Modulen (Platinum ATR; Drift; Transmission) verwendet.

*Raman-Spektroskopie*

Für die Aufnahme der Spektren wurde ein LabRAM HR 800 Horiba Jobin YVON, ausgestattet mit einem Olympus BX41-Mikroskop mit variablen Linsen. Zur Anregung wurde ein Infrarotlaser (785 nm, 100 mW, luftgekühlter Diodenlaser), ein roter Laser (633 nm, 17 mW, HeNe-Laser), ein grüner Laser (532 nm, 50 mW, luftgekühlter, frequenzverdoppelter Nd: YAG-Festkörperlaser) oder ein blauer Laser (473 nm, 20 mW, luftgekühlter Solid State Laser) verwendet.

*Elementaranalyse*

Verwendet wurde ein vario Micro cube CHNS-Analysator von Elementar.

*Schmelzpunkte/DSC*

Die Schmelzpunkte sind nicht korrigiert (EZ-Melt, Stanford Research Systems), Heizrate 20°C/min (Klärpunkte werden angegeben). DSC: 823e von Mettler-Toledo (Heizrate 5°C/min) wurde verwendet.

*TGA-Messungen*

TGA-Messungen wurden an einer Setaram LapSys 1600 TGA-DSC unter Argon mit einer Heizrate von 5°C/min durchgeführt. Massenverluste wurden über die Ableitung der TG-Kurve ausgewertet (dTG-Kurve). Die Temperaturen der Massenverluste wurden über die Integration der dTG-Kurve bestimmt. Die angegebenen Temperaturen entsprechen dem interpolierten Schnittpunkt der Tangente an den Wendepunkt der dTG-Kurve mit der interpolierten Basislinie der dTG-Kurve. Alle Daten wurden unter Verwendung der Setsoft 2000 Software erhalten.

*N2-Adsorptionsmessung*

Verwendet wurde ein Thermo Sorptomatic 1990, gemessen bei 77 K, Proben bei 80°C im Hochvakuum aktiviert.

*Massenspektrometrie*

Für die Aufnahme der Massenspektren wurde ein Thermo Electron MAT 95-XP Sektorfeld-Massenspektrometer verwendet.

## 5.3 Darstellung der Verbindungen

### 5.3.1 Darstellung von Me3SiC6H4CN (**1**)



4-Brombenzonitril (6.378 g, 35.04 mmol) wird in THF (100 ml) gelöst. Zu dieser Lösung wird bei –100°C *n*-BuLi, gelöst in *n*-Hexan (2.5 M, 14.02 ml, 35.04 mmol), getropft. Die Lösung färbt sich gelb. Dann wird bei –90 °C Me3SiCl (3.8 g, 35.04 mmol) zugetropft. Die Reaktionslösung wird anschließend 30 min bei –80 °C gerührt.

Die orange Lösung wird bei –80 °C mit Wasser gequencht, woraufhin sie farblos wird. Nach Erwärmen auf Raumtemperatur wird die organische Phase von der wässrigen getrennt und über Na2SO4 getrocknet. Anschließend wird das Lösungsmittel mit dem Rotationsverdampfer entfernt und das zurückbleibende gelbe Öl bei 1·10–3 bar und 40 °C destilliert, wobei eine farblose Flüssigkeit (**1**) erhalten wird. Ausbeute: 4.8 g (78.3 %).

**Schmp.** 235 °C. **EA** % ber. (gef.): C 68.51 (68.39); H 7.47 (7.41); N 7.99 (8.54).   
**1H-NMR** (300 K, CD2Cl2, 250.13 MHz): *δ =* 0.29 (s, 9H, Si(C*H*3)3), 7.58-7.66 (m, 4H, *o*-C*H*, *m*-C*H*). **13C-NMR** (300 K, CD2Cl2, 62.9 MHz): *δ =* –1.53 (s, Si(*C*H3)3), 112.7 (s, *p*-*C*), 119.38 (s, *C*N), 131.24 (s, *o*-*C*H), 134.17 (s, *m*-*C*H), 147.73 (s, *ipso*-*C*). **29Si{1H}-NMR** (300 K, CD2Cl2, 49.69 MHz): *δ =* –2.54 (m, *Si*(CH3)3). **IR** (ATR, 25 °C, 32 scans, cm–1): = 3022 (w), 2956 (m), 2897 (w), 2227 (m), 1927 (w), 1685 (w), 1544 (w), 1384 (m), 1312 (w), 1249 (s), 1206 (w), 1181 (w), 1101 (m), 1022 (w), 988 (w), 957 (w), 838 (s), 818 (s), 756 (s), 713 (m), 632 (m), 550 (s). **Raman** (785 nm, 20 s, 8 scans, cm–1): = 3059 (1), 2959 (1), 2898 (1), 2228 (7), 1597 (6), 1494 (1), 1413 (1), 1354 (1), 1313 (1), 1255 (1), 1206 (1), 1181 (6), 1102 (4), 1022 (1), 1001 (1), 872 (1), 846 (1), 831 (1), 783 (4), 771 (2), 711 (1), 695 (1), 634 (10), 551 (2), 437 (1), 334 (3), 300 (1), 274 (1), 256 (1).

## 

## 5.4 Daten zu den Röntgenstrukturanalysen

***Tabelle X***: Daten zu den Röntgenkristallstrukturanalysen der Verbindungen **3**, **4**, **5**, **6** und **7a**.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | **3** | **4** | **5** | **6** | **7a** |
| Chem. Formel | [C21H16N2Si](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_chemical_formula_moiety) | [C38H28N2OSi2](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_chemical_formula_moiety) | [C22H15N3Si](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_chemical_formula_moiety) | [C27H17N3Si](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_chemical_formula_moiety) | [C27H23N3Si·C4H8O](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_chemical_formula_moiety) |
| M [g mol-1] | [324.45](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_chemical_formula_weight) | [584.80](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_chemical_formula_weight) | [349.46](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_chemical_formula_weight) | [411.53](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_chemical_formula_weight) | [489.68](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_chemical_formula_weight) |
| Farbe | farblos | farblos | farblos | farblos | farblos |
| Kristallsystem | [triklin](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_symmetry_cell_setting) | orthorhombisch | monoklin | [orthorhombisch](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_symmetry_cell_setting) | monoklin |
| Raumgruppe | [*P*C://wingx/IUCr/xpublcif/symbols/bar1.png](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_symmetry_space_group_name_H-M) | [*Pbca*](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_symmetry_space_group_name_H-M) | *P*21/*n* | [*Pna*21](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_symmetry_space_group_name_H-M) | *P*21/*n* |
| *a* [Å]  *b* [Å]  *c* [Å]  *α* [°]  *β* [°]  *γ* [°] | [9.7538(7)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_length_a)  [10.7552(7)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_length_b)  [20.230(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_length_c)  [92.867(4)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_angle_alpha)  [103.313(4)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_angle_beta)  [116.062(3)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_angle_gamma) | [17.914(1)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_cell_length_a)  [9.5560(7)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_cell_length_b)  [18.522(1)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_cell_length_c)  90  90  90 | [7.4651(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_cell_length_a)  [16.9339(4)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_cell_length_b)  [15.0261(3)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_cell_length_c)  90  [103.431(1)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_cell_angle_beta)  90 | [18.573(1)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_cell_length_a)  [10.0667(6)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_cell_length_b)  [11.5353(8)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_cell_length_c)  90  90  90 | [11.055(1)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_cell_length_a)  [14.960(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_cell_length_b)  [16.856(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_cell_length_c)  90  [93.497(4)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_cell_angle_beta)  90 |
| *V* [Å3] | [1827.3(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_cell_volume) | [3170.6(4)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_cell_volume) | [1847.55(8)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_cell_volume) | [2156.8(2)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_cell_volume) | [2782.5(6)](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_cell_volume) |
| *Z* | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| *ρ*calc. [g cm-3] | [1.179](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_exptl_crystal_density_diffrn) | [1.225](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_exptl_crystal_density_diffrn) | [1.256](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_exptl_crystal_density_diffrn) | [1.267](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_exptl_crystal_density_diffrn) | [1.169](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_exptl_crystal_density_diffrn) |
| *μ* [mm-1] | [0.13](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_exptl_absorpt_coefficient_mu) | [0.14](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_exptl_absorpt_coefficient_mu) | [0.14](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_exptl_absorpt_coefficient_mu) | [0.13](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_exptl_absorpt_coefficient_mu) | [0.11](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_exptl_absorpt_coefficient_mu) |
| λMoKα [Å] | 0.71073 | 0.71073 | 0.71073 | [0.71073](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_diffrn_radiation_wavelength) | 0.71073 |
| *T* [K] | 173 | 173 | 173 | 173 | 173 |
| Gesammelte Reflexe | [38095](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_diffrn_reflns_number) | [33223](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_diffrn_reflns_number) | [24748](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_diffrn_reflns_number) | [25472](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_diffrn_reflns_number) | [28961](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_diffrn_reflns_number) |
| Unabhängige Reflexe | [10476](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_reflns_number_total) | [3637](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_reflns_number_total) | [6657](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_reflns_number_total) | [6501](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_reflns_number_total) | [7388](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_reflns_number_total) |
| Refelxe mit *I* > 2σ(*I*) | [8003](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_reflns_number_gt) | [2369](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_reflns_number_gt) | [4205](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_reflns_number_gt) | [5119](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_reflns_number_gt) | [3779](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_reflns_number_gt) |
| Rint. | [0.026](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_diffrn_reflns_av_R_equivalents) | [0.056](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_diffrn_reflns_av_R_equivalents) | [0.040](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_diffrn_reflns_av_R_equivalents) | [0.031](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_diffrn_reflns_av_R_equivalents) | [0.076](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_diffrn_reflns_av_R_equivalents) |
| *F*(000) | [680](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_exptl_crystal_F_000) | [1224](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_exptl_crystal_F_000) | [728](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_exptl_crystal_F_000) | [856](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_exptl_crystal_F_000) | [1040](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_exptl_crystal_F_000) |
| *R*1 (R [*F*2 > 2σ(*F*2)]) | [0.049](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_refine_ls_R_factor_gt) | [0.045](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_refine_ls_R_factor_gt) | [0.048](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_refine_ls_R_factor_gt) | [0.042](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_refine_ls_R_factor_gt) | [0.056](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_refine_ls_R_factor_gt) |
| wR2 (F2) | [0.114](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_refine_ls_wR_factor_ref) | [0.131](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_refine_ls_wR_factor_ref) | [0.114](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_refine_ls_wR_factor_ref) | [0.094](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_refine_ls_wR_factor_ref) | [0.130](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_refine_ls_wR_factor_ref) |
| GooF | [1.04](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_refine_ls_goodness_of_fit_ref) | [1.05](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_refine_ls_goodness_of_fit_ref) | [1.03](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_refine_ls_goodness_of_fit_ref) | [1.02](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_refine_ls_goodness_of_fit_ref) | [0.96](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_refine_ls_goodness_of_fit_ref) |
| Parameter | [435](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb83%20_refine_ls_number_parameters) | [196](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\av_bb85%20_refine_ls_number_parameters) | [236](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bbl3%20_refine_ls_number_parameters) | [281](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb89%20_refine_ls_number_parameters) | [332](file:///\\big.uni-rostock.de\bb033\meineDateien\Promotion\Endversionen\is_bb93%20_refine_ls_number_parameters) |
| CCDC # | X | X | X | X | X |

## 5.5 Ausgewählte Atomabstände und Winkel der Verbindungen

*Schema X.* Nummerierungsschema von X.



***Tabelle X:*** Ausgewählte Bindungslängen (Å) und -winkel (°) von X.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Bi1-N4** | 2.301(6) | **N4-Bi1-N7** | 87.2(2) | **N4ii-Bi1-N1iii** | 128.9(2) |
| **Bi1-N7** | 2.313(7) | **N4-Bi1-N1** | 83.3(2) | **N2-N1-Bi1** | 117.9(5) |
| **Bi1-N1** | 2.334(6) | **N7-Bi1-N1** | 83.1(2) | **N2-N1-Bi1iii** | 124.9(5) |
| **Bi1-N7i** | 2.578(7) | **N4-Bi1-N7i** | 77.0(2) | **Bi1-N1-Bi1iii** | 114.3(2) |
| **Bi1-N4ii** | 2.649(6) | **N7-Bi1-N7i** | 65.3(3) | **N3-N2-N1** | 178.5(8) |
| **Bi1-N1iii** | 2.685(6) | **N1-Bi1-N7i** | 143.1(2) | **N5-N4-Bi1** | 114.9(5) |
| **N1-N2** | 1.218(9) | **N4-Bi1-N4ii** | 66.0(3) | **N5-N4-Bi1ii** | 127.4(5) |
| **N1-Bi1iii** | 2.685(6) | **N7-Bi1-N4ii** | 150.1(2) | **Bi1-N4-Bi1ii** | 114.0(3) |
| **N2-N3** | 1.135(9) | **N1-Bi1-N4ii** | 105.5(2) | **N6-N5-N4** | 179.2(8) |

Symmetry code: (i) -x, -y, -z; (ii) -x+1, -y, -z; (iii) -x, -y, -z+1

((bitte normalen – Bindestrich verwenden, ESD einstellig! Wenn Symmetriecode vorhanden, dann bitte unter der Tabelle definieren z.b. Symmetriecodes: (i) −x+1, y, −z+3/2; (ii) −x+1/2, −y−1/2, −z+1.))

# 6 Literaturverzeichnis

1. [] C. Janiak, *Dalton Trans*. **2003**, 2781−2804. [↑](#endnote-ref-1)
2. [] K. Schwetlick, H. Becker, G. Domschke, E. Fanghänel, M.Fischer, K. Gewald, R. Mayer, D. Pavel, H. Schmidt, *Organikum - Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Barth Verlag, Heidelberg Leipzig, **1996**. [↑](#endnote-ref-2)
3. [] C. B. Fischer, S. Xu, H Zipse, *Chem. Eur. J.* **2006**, *12*, 5779−5784. [↑](#endnote-ref-3)
4. [] G. Brauer, *Lehrbuch der präparativen anorganischen Chemie,* 3. Aufl., Bd. I, Enke-Verlag, Stuttgart, **1978**, S. 548. [↑](#endnote-ref-4)
5. [] G. M. Whitesides, F.D. Gutowski, *J. Org. Chem*. **1976**, *41*, 2882−2885. [↑](#endnote-ref-5)
6. [] E. J. Sekabunga, M. L. Smith, T. R. Webb, W. E. Hill, *Inorg. Chem.* **2002**, *41*, 1205−1214. [↑](#endnote-ref-6)
7. [] G. M. Sheldrick, *SHELXS-97: Program for the Solution of Crystal Structures*, University of Göttingen, Germany **1997**. [↑](#endnote-ref-7)
8. [] G. M.Sheldrick, *SHELXL-97: Program for the Refinement of Crystal Structures*, University of Göttingen, Germany **1997**. [↑](#endnote-ref-8)
9. [] G. M.Sheldrick, *SADABS. Version 2*. University of Göttingen, Germany **2004**. [↑](#endnote-ref-9)