

**Extrem sperrige und extrem reaktive Tetra- und
Pentaalkylcyclopentadienylkomplexe von Eisen und Nickel für die
Aktivierung von N₂, H₂ und von C-H-Bindungen**

Vom Fachbereich Chemie
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades
„Doktor der Naturwissenschaften“
genehmigte Dissertation
(D386)

Vorgelegt von
Dipl.-Chem. Daniel Weismann
aus Gonbach

Betreuer der Arbeit: Prof. Dr. H. Sitzmann

Kaiserslautern 2011

Dekan: Prof. Dr. J. Hartung

Promotionskommission:

Vorsitzender: Prof. Dr. W. Trommer

1. Berichterstatter: Prof. Dr. H. Sitzmann

2. Berichterstatter: Prof. Dr. W. Thiel

Meinen Eltern gewidmet

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Dezember 2006 bis März 2011 an der Technischen Universität Kaiserslautern angefertigt.

Herrn Prof. Dr. H. Sitzmann möchte ich danken für die interessante Aufgabenstellung, sowie die ausgezeichnete Betreuung und stete Diskussionsbereitschaft. Den Mitarbeitern des Arbeitskreises Sitzmann gilt mein Dank für die Unterstützung und die freundliche Arbeitsatmosphäre.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Die Bedeutung des Cyclopentadienyls als Komplexligand	1
1.2	Eisen in Cyclopentadienylverbindungen.....	4
1.3	Nickel in Cyclopentadienylverbindungen.....	8
1.4	Molekulare Magnete (Single Molecule Magnet, SMM)	9
1.5	Aktivierung von Distickstoff	11
2	Synthese von isopropylsubstituierten Cyclopentadieniden	13
3	Eisenkomplexe sperriger Cyclopentadienide.....	25
3.1	σ -Aryl-Cyclopentadienyleisen-Komplexe und deren Reaktivität	25
3.1.1	Synthese von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol.....	26
3.1.2	Synthese von (2,6-Diisopropylaryl)magnesiumbromid	27
3.1.3	Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropylcyclopentadienyl-eisen(II)	28
3.1.4	Reaktivität von σ -2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropylcyclopentadienyl- eisen(II).....	32
3.1.5	Synthese von Penta-isopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)- eisen(II)bromid.....	35
3.1.6	Synthese von Bis[μ -bromo-(penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)]	37
3.1.7	Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl(penta-isopropylcyclopentadienyl)- eisen(II).....	41
3.1.8	Vergleich der Stabilität von 30 und 34.....	45
3.1.9	34 als molekularer Magnet.....	46
3.1.10	Reaktivität von σ -2,6-Diisopropylarylo(penta-isopropylcyclopentadienyl)- eisen(II).....	49
3.1.11	Reaktivität von Penta-isopropylcyclopentadienyleisen(II)- η^6 -2,6-Diisopropyl- phenyl-trimethylaluminat mit Aceton	56
3.2	Eisenhalbsandwichverbindungen mit Phenolen und Thiophenolen	57
3.2.1	Synthese von [2,6-Diisopropylloxocyclohexadienyl(tetraisopropylcyclopenta- dienyl)-eisen(II)]	57
3.2.2	Synthese von (2,6 Diisopropyl)thiophenyl-magnesiumbromid	62
3.2.3	Synthese von [2,6 Diisopropylthiophenolato(penta-isopropyl-cyclopentadienyl)- eisen(II)].....	62
4	Nickelkomplexe sperriger Cyclopentadienide.....	67
4.1.1	Synthese von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] ...	67
4.1.2	Synthese von Lithium-1,2,3,4-tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1- naphthyl)methyl-cyclopentadienid	69

4.1.3	Synthese von 1,2,3,4-Tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1-naphtyl)methylcyclopentadienyl-nickel(II)bromid	72
5	Distickstoffaktivierung durch Cyclopentadienylkomplexe.....	78
5.1	Aktivierung von Distickstoff mit Eisenkomplexen.....	78
5.1.1	Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] in Gegenwart von Distickstoff	78
5.1.2	Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Wasserstoff	84
5.1.3	Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Deuterium.....	84
5.2	Aktivierung von Distickstoff mit Nickelkomplexen.....	88
5.2.1	Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] in Gegenwart von Distickstoff	88
5.2.2	Reaktion des Stickstoffkomplexes 59 mit Wasserstoff	92
6	Experimenteller Teil	93
6.1	Arbeitstechniken und Geräte.....	93
6.2	Ausgangsverbindungen	94
6.3	Versuchsbeschreibungen.....	94
6.3.1	Triisopropylcyclopentadien-Isomere.....	94
6.3.2	Tetraisopropylcyclopentadien-Isomere.....	95
6.3.3	Natriumtetraisopropylcyclopentadienid (20)	96
6.3.4	1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven (24)	96
6.3.5	1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylpentafulven (25).....	97
6.3.6	Lithiumpenta-isopropylcyclopentadienid Diethyletheraddukt (26)	98
6.3.7	2-Brom-1,3-diisopropylbenzol (28)	98
6.3.8	1,3-Diisopropylphenyl-2-magnesiumbromid (29).....	99
6.3.9	σ -2,6-Diisopropylphenyl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) (30)	99
6.3.10	[Tetraisopropylcyclopentadienyleisen(II)(μ , η^6 : η^1 -2,6-diisopropylphenyl)kupfer(I)-bromid] (31)	100
6.3.11	Penta-isopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromide (32).....	100
6.3.12	Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] (33).....	101
6.3.13	σ -2,6-Diisopropylphenyl(penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) ausgehend von 32.....	102
6.3.14	σ -2,6-Diisopropylphenyl(penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) ausgehend von 33.....	102
6.3.15	Penta-isopropylcyclopentadienyleisen(II)(η^6 -2,6-Diisopropyl-trimethylaluminat) (35)	103
6.3.16	Reaktion von 34 mit Kupfer(I)bromid.....	103
6.3.17	Reaktion von 34 mit Kupfer(I)triflat.....	104

6.3.18	Reaktion von 35 mit Aceton	104
6.3.19	Natrium-2,6-diisopropylphenolat	105
6.3.20	2,6 Diisopropoxyloxo(cyclohexadienyl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) (41)	105
6.3.21	1,3-Diisopropylthiophenolato-magnesiumbromid (43)	106
6.3.22	σ -1,3-Diisopropylthiophenolato-pentaisopropylcyclopentadienyleisen(II) (44)	107
6.3.23	Bis[(μ -bromo)(η^5 -pentaisopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] (45)	107
6.3.24	Lithium-tetraisopropyl-(dimethylaminonaphthyl)methyl-cyclopentadienid (46)	108
6.3.25	Tetraisopropyl-(dimethylaminonaphthyl)methyl-cyclopentadienyl-nickel(II) bromide (47)	108
6.3.26	Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] mit Na_3Sb_7 in Gegenwart von Distickstoff	109
6.3.27	Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Wasserstoff	110
6.3.28	Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Deuterium	111
6.3.29	Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -pentaisopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] mit Na_3Sb_7 in Gegenwart von Distickstoff	111
6.3.30	Reaktion des Stickstoffkomplexes 59 mit Wasserstoff	112
7	Zusammenfassung	113
7.1	Optimierung der Synthese von Lithiumpentaisopropylcyclopentadienid	113
7.2	Eisenkomplexe sperriger Cyclopentadienide	113
7.3	Nickelkomplexe sperriger Cyclopentadienide	115
7.4	Aktivierung von Distickstoff	117
8	Literaturverzeichnis	118
9	Daten der Kristallstrukturanalysen	122
9.1	Allgemeine Daten zu den Kristallstrukturen	122
9.2	Angaben zur Kristallstrukturanalyse	123
9.2.1	Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 30 (0777o)	123
9.2.2	Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 34 (07111o)	130
9.2.3	Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 41 (0726o)	153
9.2.4	Crystal data and structure refinement for 44 (09115o)	161
9.2.5	Crystal data and structure refinement for 47 (09174o)	172
9.2.6	Crystal data and structure refinement for 48 (09193o)	193
9.2.7	Crystal data and structure refinement for 59 (1017o)	205

Abkürzungsverzeichnis

Cp	Cyclopentadienyl-
Cp*	Pentamethylcyclopentadienyl-
⁴ Cp	Tetraisopropylcyclopentadienyl-
Cp ^{'''}	1,2,4-Tri(<i>tert</i> -butyl)cyclopentadienyl-
⁵ Cp	Pentaisopropylcyclopentadienyl-
Me	Methyl-
ⁱ Pr	Isopropyl-
^t Bu	<i>Tert</i> -Butyl-
THF	Tetrahydrofuran
DME	1,2-Dimethoxyethan
NMR	Nuclear magnetic resonance
ppm	part per million
amu	atomic mass unit
RT	Raumtemperatur
dipp	Diisopropylphenyl-
HOTf	Trifluormethansulfonsäure

1 Einleitung

1.1 Die Bedeutung des Cyclopentadienyls als Komplexligand

Der Cyclopentadienylligand ist in der Lage, mit jedem Übergangsmetall und mit fast allen übrigen Metallen des Periodensystems eine Bindung einzugehen, weshalb die Bedeutung dieser wichtigen Substanzklasse außer Frage steht. Die Fülle an bekannten Komplexen begründet sich nicht zuletzt dadurch, dass die Substitution von bis zu fünf Protonen am Fünfring durch verschiedenartige Reste mannigfaltige Variationsmöglichkeiten eröffnet^[1].

Neben dem unsubstituierten Cyclopentadienylligand (Cp) ist vor allem dessen Pentamethylderivat (Cp*) von Bedeutung. Durch die erhöhte Sperrigkeit und die höhere Elektronendichte am aromatischen Fünfring ist es in vielen Fällen besser als Ligand geeignet als der unsubstituierte Vertreter, insbesondere wenn es darum geht, Komplexe großer Metallionen, wie z. B. Lanthanoid-Komplexe zu synthetisieren^[2,3].

Die Bindung des Cyclopentadienidliganden an das Metallzentrum wird entscheidend durch drei verschiedene Arten der Orbitalüberlappung geprägt. Ein Ligandorbital mit a_1 -Symmetrie fungiert als σ -Donor gegenüber dem Metallzentrum, zwei gefüllte Ligandorbitale eignen sich als π -Donoren. In beiden Fällen wird Elektronendichte vom Ligand zum Metall übertragen. Die Überlappung zweier leerer Ligandorbitale mit e_2 -Symmetrie mit besetzten d-Orbitalen der gleichen Symmetrie sorgen für eine schwache δ -Rückbindung, wobei Elektronendichte vom Metall zum Ligand übertragen wird^[2].

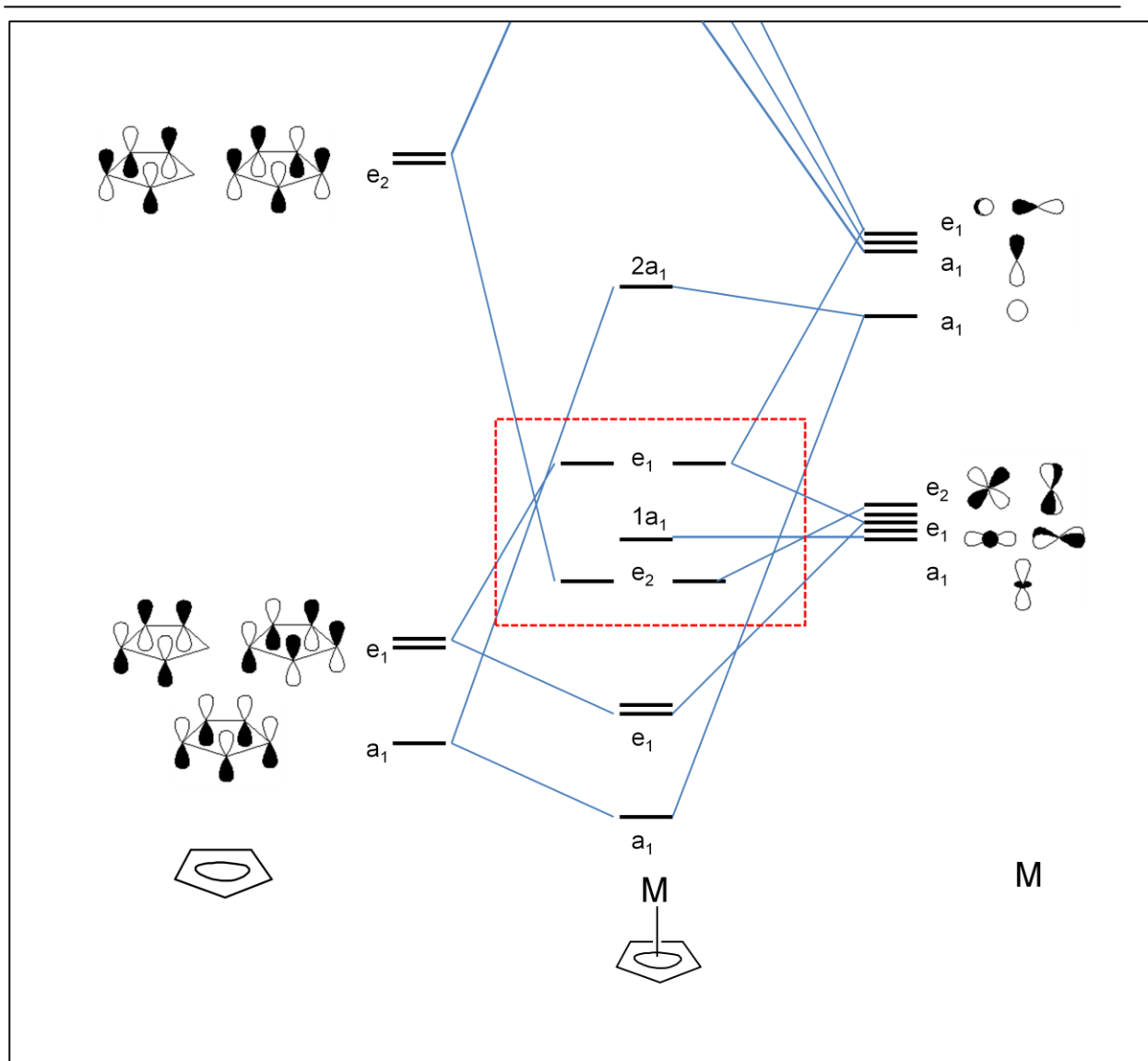


Abbildung 1: Qualitatives MO-Schema eines Metall-Cp-Fragments.

Entscheidend für den Magnetismus eines Übergangsmetallkomplexes ist die Betrachtung der energetisch höchstliegenden besetzten Molekülorbitale (HOMO) und der energetisch niedrigsten unbesetzten Molekülorbitale (LUMO). Hierbei spielen die fünf Molekülorbitale (MO) eine wichtige Rolle, die mit den d-Elektronen des Metalls besetzt werden. Das sind zwei bindende, entartete MOs mit e_2 -Symmetrie, ein nichtbindendes a_1 -symmetrisches MO und ein nichtbindendes entartetes MO-Paar mit e_1 -Symmetrie (roter Kasten). Durch die Ligandenfeldstärke der Liganden am Metallzentrum ergeben sich verschiedene Energiedifferenzen zwischen den einzelnen Orbitalen, bzw. Orbitalpaaren. Diese Energien nehmen Einfluss auf das Besetzungsmuster der d-Elektronen, was letztendlich zu einer high-spin oder low-spin Konfiguration des Metalls führt^[1,2].

1.2 Eisen in Cyclopentadienylverbindungen

Die bekannteste und auch bedeutenste Cyclopentadienylverbindung ist ohne Zweifel das Ferrocen, welches 1951 nahezu zeitgleich sowohl von Miller, Tebboth, Tremaine^[13] als auch von Kealy, Pauson^[14] erstmals beschrieben und dessen Struktur 1952 von Fischer, Wilkinson und Woodward^[15] aufgeklärt wurde. Die chemische Beständigkeit, der Diamagnetismus und die Redoxeigenschaften des Ferrocens einerseits, sowie die mannigfaltigen Möglichkeiten der Substitution auf der anderen Seite, ließ die Zahl der bekannten Verbindungen mit einem Ferrocen-Strukturelement rasch ansteigen und bis heute in die Hunderttausende gehen^[16].

Ferrocen lässt sich neben vielen anderen Methoden relativ einfach durch Salzmetathese von Eisen(II)halogenid mit einem Alkalimetallcyclopentadienid darstellen^[2].

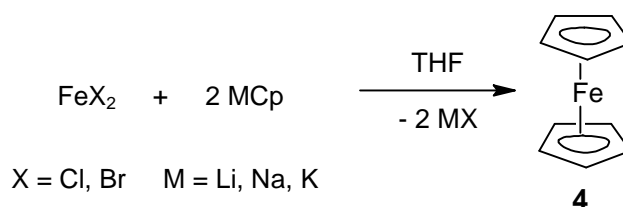


Abbildung 3: Synthese von Ferrocen durch Salzmetathese.

Erhöht man den sterischen Aufwand am Cyclopentadienylring durch Substitution der Wasserstoffatome mit Methylgruppen, kann man bei tiefer Temperatur die Metathesereaktion auf der Stufe anhalten, bei der nur ein Halogenid gegen ein Cyclopentadienid ausgetauscht wurde^[17]. Der Komplex **5** fällt dabei durch seine charakteristische grüne Farbe auf, die auch bei anderen Eisenhalbsandwichverbindungen (z.B. $[\text{}^4\text{CpFeBr}]_2$) beim Lösen in THF auftritt^[4].

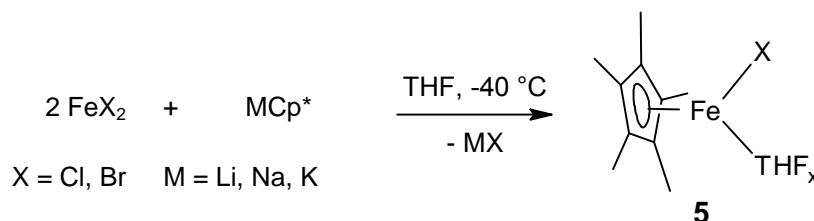


Abbildung 4: Herstellung von Pentamethylcyclopentadienyl-eisen(II)halogeniden^[17].

Der Halbsandwichkomplex **5** ist keinesfalls stabil und dismutiert beim Auftauen auf Raumtemperatur zu Decamethylferrocen und Eisen(II)halogenid, was an der Farbänderung von grün nach rotbraun zu erkennen ist. Versetzt man die Reaktionsmischung jedoch mit mit

zusätzlichen Liganden wie Kohlenmonoxid oder TMEDA, erhöht sich die Stabilität und man kann die entsprechenden Halbsandwichkomplexe bei Raumtemperatur isolieren^[17].

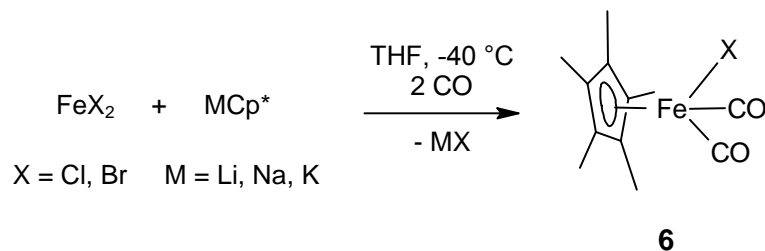


Abbildung 5: Stabilisierung eines Eisen-Halbsandwichkomplexes mit Kohlenmonoxid.

Substituiert man den Fünfring mit noch sperrigeren Gruppen, wie *tert*-Butyl- oder Isopropylgruppen, so ist es möglich, Halbsandwichkomplexe des Eisens zu isolieren, die auch bei Raumtemperatur ohne Donoren stabil sind. Deren Stabilität ist jedoch nur mäßig; sowohl im Feststoff als auch in Lösung tritt langsame Zersetzung auf^[4,5].

Gerade wegen ihrer Labilität sind diese Komplexe jedoch auch hoch reaktiv und Wallasch konnte in seiner Arbeit zeigen, dass gerade darin präparative Möglichkeiten liegen^[4]. Die Halbsandwichkomplexe konnten sowohl mit Alkaliphenolaten als auch mit Arylmagnesiumhalogeniden zur Reaktion gebracht werden. Die erhaltenen neuartigen Komplexe zeigten interessante Eigenschaften und belegten das Potenzial dieser Halbsandwichkomplexe für die Synthese neuer Verbindungen.

Eine herausragendes Ergebnis der Arbeit von Wallasch ist die Umsetzung von einem Eisen-Halbsandwichkomplex eines sperrigen Cyclopentadienids mit Mesitylmagnesiumbromid^[4].

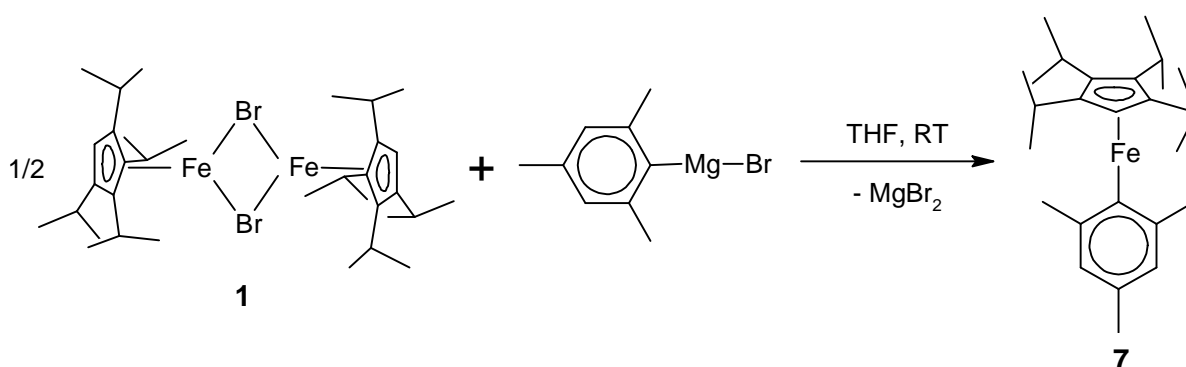


Abbildung 6: Herstellung von Mesityl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen.

Daraus entstand eine Verbindung, in welcher der Mesitylrest über eine σ -Bindung an das Eisencyclopentadienyl-Fragment gebunden ist. Dieser völlig neue Strukturtyp zeigte interessante Reaktionen, konnte aber aufgrund seiner Labilität nicht vollständig charakterisiert werden.

Eine interessante Reaktion von Verbindung **7** ist die Addition an Komplexe mit koordinativ ungesättigtem Metallzentrum. Dabei findet eine Umlagerung des Mesitylrestes statt. Die σ -Bindung wird gebrochen und es erfolgt eine Koordination über das 6π -Elektronensystem des Sechsrings. Die freie Bindungsstelle am *ipso*-Kohlenstoffatom des Mesitylrestes kann nun an das koordinativ ungesättigte Metallzentrum des Komplexes binden.

Dimere Eisenhalbsandwichkomplexe sind als koordinativ ungesättigte Verbindungen in der Lage, mit der zu Komplex **7** analoge Verbindung **8** in der beschriebenen Weise zu reagieren.

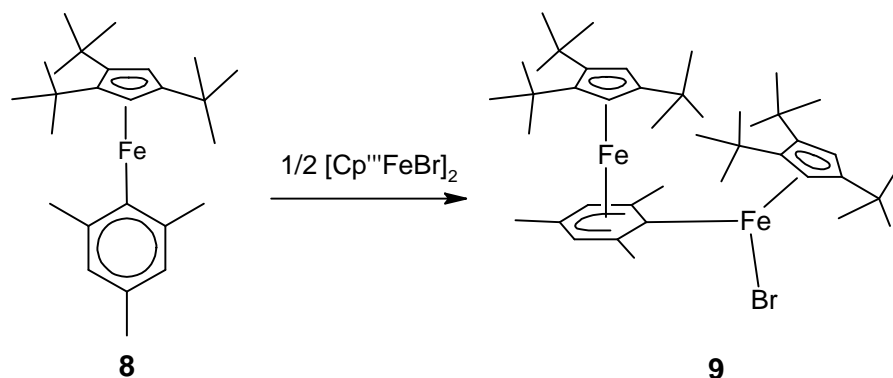


Abbildung 7: Addition von Verbindung **8** an einen dimeren Eisenhalbsandwichkomplex.

Der Zweikernkomplex **9** enthält je ein $Cp'''Fe(II)$ -Fragment in einer high-spin und in einer low-spin Konfiguration. Dabei beträgt der Fe-Ring-Abstand für low-spin $Cp'''Fe$ im Sandwichteil von Komplex **9** 1.71 Å, für high-spin $Cp'''Fe$ im Halbsandwichteil von Komplex **6** hingegen 2.05 Å.

Auch Kupfer(I)halogenide können unter Umlagerung und Addition mit Komplex **8** reagieren.

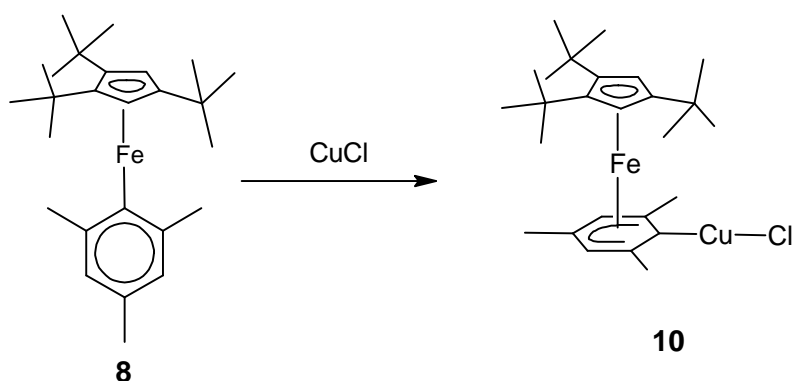


Abbildung 8: Addition von Verbindung **8** an Kupfer(I)chlorid.

Das erhaltene Addukt zeigt im Gegensatz zum Reaktand **8** eine hohe Stabilität. Im festen Zustand kann die Verbindung problemlos an Luft gehandhabt werden.

Auch eine Oxidation von Komplex **8** ist möglich. Durch die Zugabe von Palladium(II)chlorid oder C_2Cl_6 wird das Eisenzentrum von zweiwertigen in den dreiwertigen Oxidationszustand übergeführt.

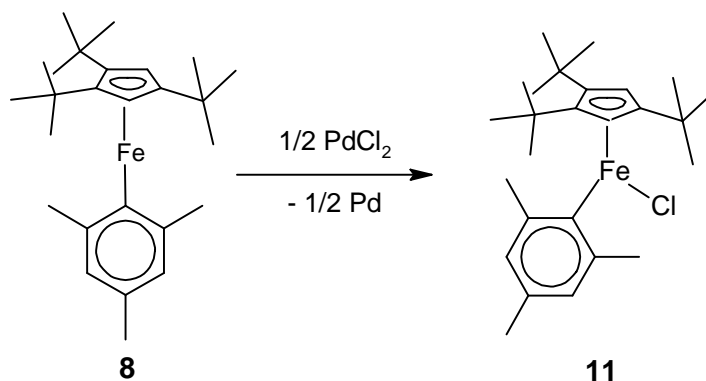


Abbildung 9: Oxidation von Verbindung **8** mit Palladium(II)chlorid

Das resultierende Oxidationsprodukt ist bislang der einzige bekannte Eisen(III)-Halbsandwichkomplex des Typs $[CpFeXY]^{[4]}$.

1.3 Nickel in Cyclopentadienylverbindungen

Aufgrund der geringeren Stabilität, des Paramagnetismus und der Toxizität spielt das Nickelocen im Vergleich zum Ferrocen nur eine untergeordnete Rolle. Ebenso ist die Substitution am Cyclopentadienyl-Ring nicht so einfach wie beim Eisenderivat, was den Zugang zu Verbindungen mit einem Nickelocenyl-Fragment erheblich erschwert^[1,18,19,20].

Die höhere d-Elektronenzahl des Nickels gegenüber dem Eisen destabilisiert das Nickelocen gegenüber dem Ferrocen, sie stabilisiert jedoch die Halbsandwichkomplexe des Nickels gegenüber denen des Eisens. Während Halbsandwichkomplexe des Eisens hoch empfindlich sind und sich zum Teil schon unter Inertgasbedingungen bei Raumtemperatur merklich zersetzen^[4,9], zeigen die analogen Derivate des Nickels eine deutlich gesteigerte Stabilität^[10]. Das liegt zum einen daran, dass Nickel wesentlich schwerer in den dreifach oxidierten Zustand überführt werden kann, zum anderen liegt beim dimeren Nickel-Halbsandwich ein stabiler 18 VE-Komplex vor, während es sich beim dimeren Cyclopentadienyl-Eisenbromid um einen 16 VE-Komplex handelt.

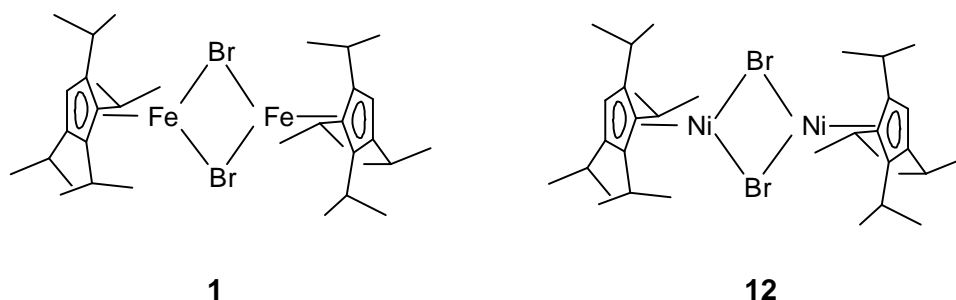


Abbildung 10: Während im Fall des Eisens ein hochreaktiver 16VE-Komplex vorliegt, ist der 18VE-Komplex des Nickels wesentlich stabiler.

In den Arbeiten von Schär^[10] (1995), Saurenz^[12] (2000) und Zimmer^[11] (2003) wurde die Chemie der Cyclopentadienyl-Nickel-Halbsandwichverbindungen mit den in unserem Arbeitskreis verwendeten 1,2,4-Tri-tert-butylcyclopentadienid und Tetraisopropylcyclopentadienid ausführlich untersucht und interessante Reaktionen beschrieben.

1995 gelang die vollständige Charakterisierung von Bis[tetraisopropyl-cyclopentadienyl-nickelbromid], dem ersten Vertreter einer Nickel-Halbsandwichverbindung vom Typ CpNiX ohne zusätzliche Donorlösungsmittel^[10].

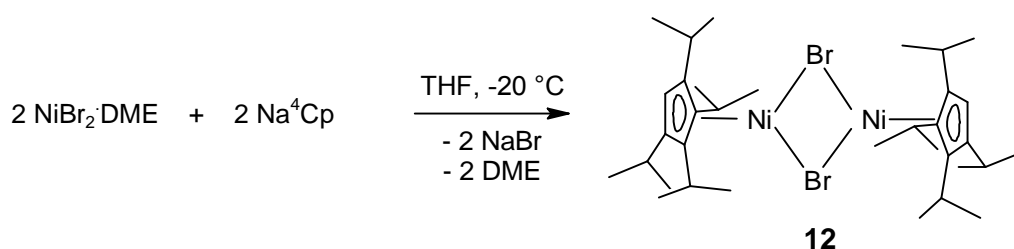


Abbildung 11: Herstellung von Bis[tetraisopropylcyclopentadienyl]nickelbromid.

In der Folge war die Verbindung Reaktand für eine Vielzahl von Reaktionen, wobei das Bromid durch verschiedenste anionische Liganden substituiert wurde. Die erhaltenen Komplexe zeigten die Möglichkeiten, die eine solche Ausgangsverbindung bietet. Durch die Variation der eingesetzten Substituenten konnten interessante strukturelle Ergebnisse erhalten werden, die die Natur des Cyclopentadienyl-Nickel-Fragments verdeutlichten. Während Saurez 2000^[12] in seiner Dissertation Derivate des Tetraisopropylcyclopentadienids untersuchte, setzte Zimmer^[11] diese Arbeiten unter Verwendung des 1,2,4-Tri-tert-butylcyclopentadienids fort. Verbindungen dieser Art mit dem Pentaisopropylcyclopentadienid wurden bis zu dieser Arbeit noch nicht untersucht.

1.4 Molekulare Magnete (Single Molecule Magnet, SMM)

Die Entdeckung, dass auch einzelne Moleküle Eigenschaften von Magneten haben können, erfuhr in den letzten 20 Jahren große Aufmerksamkeit. Diese molekularen Magnete (SMM) könnten eine Rolle spielen bei der Entwicklung neuer Medien zur Datenspeicherung, aber auch von Quantencomputern^[21]. Die meisten SMM basieren auf polynuklearen Komplexen von 3d-Metallionen, deren Spins eine parallele Ausrichtung bevorzugen. Dabei kann man in einzelnen Fällen einen sehr hohen Gesamtspin im Grundzustand erreicht werden. Bei einem in der Literatur beschriebenen Komplex mit 19 Manganionen wird einen Grundzustand mit $S = 83/2$ erreicht^[22]. Neuere Entwicklungen haben gezeigt, dass auch Lanthanoidkomplexe in als molekulare Magnete fungieren können^[23]. Ebenso zeigen heteronukleare Mehrkernkomplexe von Lanthanoiden und 3d-Metallionen solche Eigenschaften.

Neben den höheren Aggregaten können auch Komplexe mit nur einem Metallion als SMM fungieren. Dies sind in den allermeisten Fällen Verbindungen mit Lanthanoiden, wie z.B. ein Komplex von Dy(III) mit Acetylacetonat^[24]. Im Jahr 2010 wurde über einen SMM mit nur einem Fe(II)-Zentralatom berichtet^[25] (siehe Abbildung). Dieser Komplex, bei dem vier Stickstoffatome verzerrt tetraedrisch an ein high-spin Eisen(II)zentrum koordinieren, war der erste SMM eines mononuklearen 3d-Metallkomplexes.

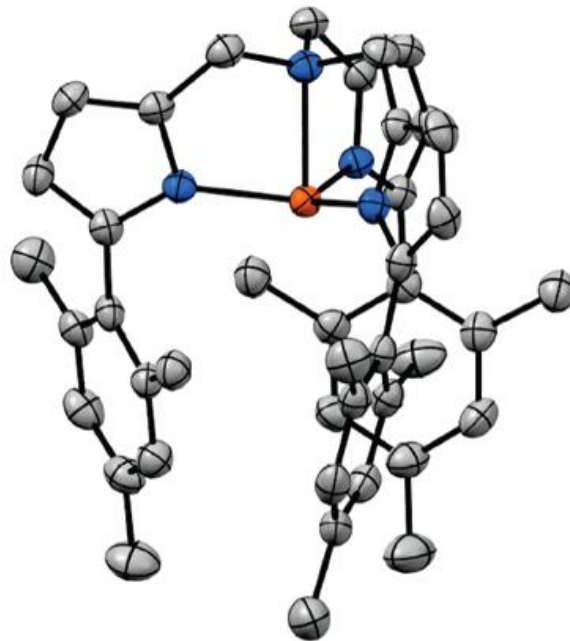


Abbildung 12: Erster SMM^[25] eines mononuklearen 3d-Metallkomplexes [(tpaMes)Fe].

Damit ein Komplex als molekularer Magnet bezeichnet werden kann benötigt er eine starke uniaxiale magnetische Anisotropie. Wird ein solcher Komplex bei tiefer Temperatur (unter 10 K) magnetisiert, zeigt er nach dem Abschalten des äußeren Magnetfelds eine langsame Relaxation der Magnetisierung. Die Relaxationsbarriere U ergibt sich nach der Gleichung $U = S^2|D|$ aus dem Spin des Grundzustandes (S) und der uniaxialen magnetischen Anisotropie (D). Für den in Abbildung 12 gezeigten Komplex lässt sich die Relaxationsbarriere auf $U_{\text{eff}} = 42 \text{ cm}^{-1}$ bestimmen^[25].

Da es sich bei molekularen Magneten um quantenmechanische Einheiten handelt, die zur Magnetisierung keinerlei Wechselwirkung mit den benachbarten SMMs benötigen, treten hier auch quantenmechanische Phänomene, wie das Tunneln der Magnetisierung auf^[25].

1.5 Aktivierung von Distickstoff

Stickstoffverbindungen sind für das Leben essentiell und auch für viele technische Anwendungen nicht zu ersetzen. 99% des Stickstoffs auf der Erde kommt als N_2 in der Atmosphäre vor, aus diesem Grund ist die Fixierung von N_2 aus der Atmosphäre sowohl für die Natur als auch für die chemische Industrie eine der wichtigsten Reaktionen. Im natürlichen Kreislauf wird der in den Pflanzen und Tieren enthaltene Stickstoff post mortem durch Denitrifikation als N_2 in die Atmosphäre freigesetzt. Bei elektrischen Entladungen, wie sie bei Gewittern vorkommen, wird der Stickstoff zu Stickoxiden oxidiert und steht dadurch den Pflanzen erneut zur Verfügung. Es gibt jedoch auch Mikroorganismen, die mit Hilfe von Nitrogenasen in der Lage sind, Stickstoff aus der Luft zu fixieren und für die Wirtspflanze nutzbar zu machen. In der modernen Landwirtschaft reichen diese natürlichen Prozesse bei weitem nicht aus, um die Ernährung der Menschen sicher zu stellen, weswegen der Mensch zusätzlichen Stickstoff in den Boden eintragen muss. Lange Zeit geschah dies durch die Verwendung von Gülle und Dung, aber auch durch NO_3 -Mineralien, die jedoch selten und begrenzt sind. Anfang des letzten Jahrhunderts entwickelten Haber^[26] und Bosch^[27] ein Verfahren, bei dem N_2 aus der Atmosphäre bei hohem Druck und hohen Temperaturen unter Verwendung eines Mischkatalysators aus Fe_3O_4 , K_2O , CaO , Al_2O_3 und SiO_2 mit Wasserstoff zur Reaktion gebracht wird, wobei Ammoniak entsteht. Die Bedeutung der Herstellung von Ammoniak lässt sich daran erkennen, dass für die Entwicklung und Aufklärung des Verfahrens drei Nobelpreise (Haber^[26] 1919, Bosch^[27] 1931 und Ertl^[28] 2007) verliehen wurden und die Produktionsmenge von Ammoniak bei 160 Millionen Tonnen pro Jahr liegt. Ammoniak dient als Edukt für die Herstellung von Düngemitteln zur Sicherstellung des Pflanzenwachstums, aber auch für die Herstellung von Stickstoffverbindungen, die technisch genutzt werden^[1].

Die Bedeutung der Fixierung von Distickstoff erklärt das große Interesse an derartigen Reaktionen, insbesondere an der Reaktion zwischen Stickstoff und Wasserstoff zur Synthese von Ammoniak. Seit Allen und Senoff^[29] im Jahr 1965 über den ersten Distickstoff-Komplex berichteten, werden besondere Anstrengungen darauf verwendet, einen Katalysator zu entwickeln, der bei Raumtemperatur und Normaldruck die Reaktion zwischen Stickstoff und Wasserstoff katalysiert. Dabei wurden eine Reihe von Übergangsmetallkomplexen synthetisiert, die alle mehr oder weniger katalytisch aktiv waren. Genauere Beachtung sollen hier aufgrund der Thematik nur die Komplexe finden, die als katalytisch aktives Zentrum ein Eisenion enthalten.

Leigh^[30] et al. und Tyler^[31] et al. verwendeten Eisen(II)chlorid-Komplexe mit zwei substituierten Bisphosphinoethan-Liganden in äquatorialer Anordnung, um bei Raumtemperatur und Normaldruck Wasserstoff und Stickstoff zu Ammoniak und Hydrazin umzusetzen. Dabei wurde von Leigh^[30] folgender Zyklus der Reduktion des Distickstoffs beschrieben:

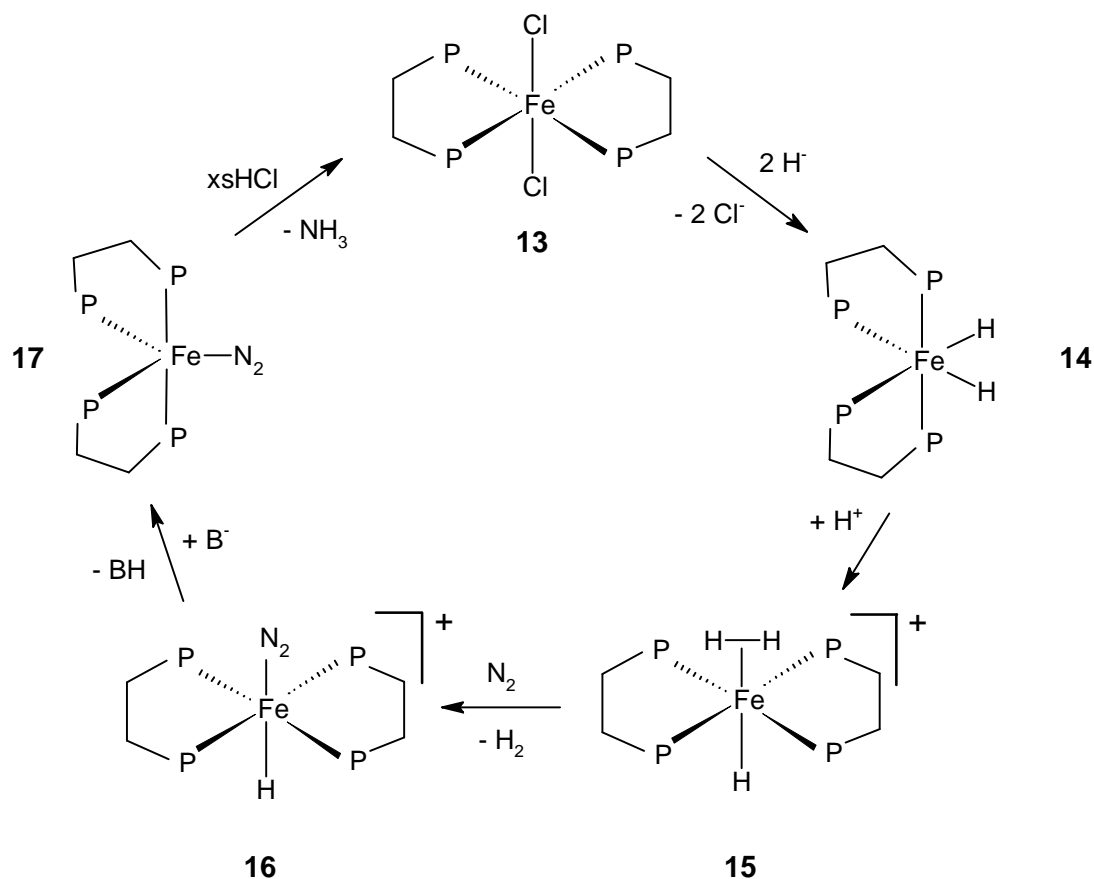


Abbildung 13: Von Leigh^[30] et al. beschriebener Zyklus der Reduktion von Distickstoff.

Der Dichlorokomplex **13** wird durch den Austausch von zwei Chloro- gegen Hydrido-Liganden durch entsprechende Reagenzien (z.B. $NaBH_4$) in den Dihydridokomplex **14** umgewandelt. Da in Alkoholen als Lösemittel gearbeitet wird, wird **14** sofort zum kationischen Komplex **15** protoniert. Dieser trägt sowohl ein Hydrid als auch ein koordiniertes Wasserstoffmolekül. Tyler et al. fanden heraus, dass ein solcher Komplex durch Variationen am Diphosphanligand auch in wässriger Lösung durch Reaktion von **13** mit Wasserstoff zugänglich ist^[31]. Dabei diente ein H_2 -Molekül als Reduktionsmittel, das als HCl aus dem Komplex freigesetzt wurde. Das Wasserstoffmolekül in **15** koordiniert nur schwach und wird leicht durch ein Stickstoffmolekül verdrängt. Der Distickstoffkomplex **16** lässt sich zum Neutralkomplex **17** deprotonieren. Dieser spaltet in einem Überschuss von Salzsäure Ammoniak ab und liegt danach wieder als Dichlorokomplex **13** vor.

2 Synthese von isopropylsubstituierten Cyclopentadieniden

Seit nunmehr 20 Jahren ist die Synthese sperriger, mehrfach isopropylsubstituierter Cyclopentadiene Gegenstand wissenschaftlicher Untersuchungen^[32,33,34]. Es geht dabei um die Entwicklung alternativer Synthesereaktionen oder um die Optimierung existierender Prozeduren auf der Suche nach einem möglichst effizienten Verfahren. Im Rahmen dieser Arbeit bestand die Problemstellung darin, die bekannten Synthesevorschriften gründlich zu evaluieren, für jede Stufe das am besten geeignete Verfahren zu identifizieren, dieses nach Möglichkeit noch weiter zu optimieren und einen möglichst effektiven Syntheseweg vom Cyclopentadien bis zum Penta-isopropylcyclopentadienid-Anion zu finden.

Die Einführung der ersten zwei bzw. drei Isopropylgruppen am Cyclopentadien gelingt recht einfach, weswegen die beiden generell praktikablen Methoden unter milden Bedingungen durchgeführt werden können. In der Literatur wird zum einen eine stufenweise Einführung von Isopropyl-Substituenten in flüssigem Ammoniak, zum anderen Reaktionen unter transferkatalytischen Bedingungen beschrieben^[8]. Beide Arbeitsweisen besitzen jedoch trotz ihrer Funktionalität einige Nachteile.

Ammoniak ist giftig und ätzend, das Arbeiten mit flüssigem Ammoniak bedarf besonderer Umsicht. Auch werden bei der Umsetzung in flüssigem Ammoniak drei Schritte bis zur Darstellung des Tetra-isopropylcyclopentadiens benötigt. Eine Destillation nach der Einführung der zweiten, dritten und vierten Isopropylgruppe bereitet einen recht großen Aufwand. Hinzu kommt, dass die Destillation vor allem bei kleinen Ansätzen erhebliche Ausbeuteverluste mit sich bringt. Diese Methode ist deshalb vor allem für Ansätze im größeren präparativen Maßstab (z.B. mit 2 - 4 mol Cyclopentadien) von Interesse.

Weniger Reaktionsschritte benötigt das von Bollmann^[35] et al. beschriebene Verfahren, bei der man mittels Phasentransferkatalysator in einem Ansatz vier Isopropylgruppen einführen kann. Damit dies zur beschriebenen Ausbeute von 70% führt, muss man jedoch 10% des recht teuren Kronenethers Dibenzo-18-krone-6 als Phasentransferkatalysator verwenden. Als weiterer Nachteil erweist sich, dass die erhaltenen 70% Tetra-isopropylcyclopentadien-Isomere zu 81% die geminal dialkylierten Isomere 1,3,5,5- und 2,3,5,5-Tetra-isopropylcyclopentadien enthalten (Abbildung 19). Diese können nicht metalliert werden und schmälern so die Ausbeute an Natriumtetra-isopropylcyclopentadienid erheblich.

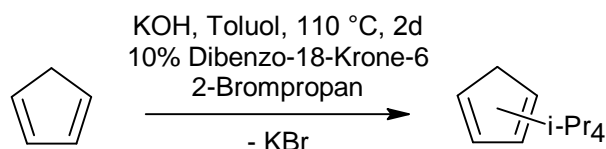
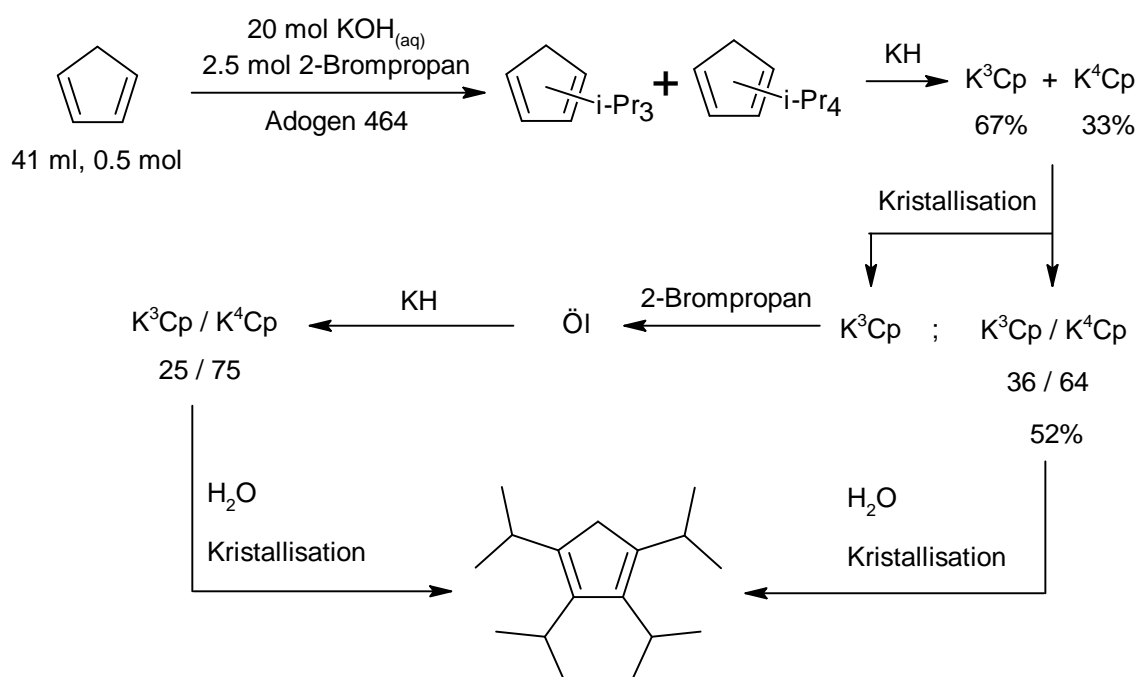


Abbildung 14: Synthese von Tetraisopropylcyclopentadienen nach Bollmann et al..

Die Gesamtausbeute an metallierbarem Tetraisopropylcyclopentadien beträgt am Ende lediglich 19%. Nach der von uns im Folgenden vorgeschlagenen Methode liegt die Ausbeute bis zu dieser Stufe bei 43%.

1989 beschrieben Venier und Casserly^[36] ein Verfahren zur Pentaalkylierung von Cyclopentadien in Gegenwart von quartären Ammoniumsalzen als Phasentransferkatalysatoren. Diese Methode wurde von Hanusa für die Herstellung von Tri- und Tetraisopropylcyclopentadien adaptiert. Die Aufarbeitung des Rohproduktes erfolgt durch Metallierung und fraktionierende Kristallisation. Der Reaktionsweg zum Kaliumtetraisopropylcyclopentadienid wird im nachfolgenden Diagramm beschrieben:


 Abbildung 15: Reaktionsschema der Synthese von H^4Cp nach Hanusa^[37].

Der mehrfache Einsatz der fraktionierenden Kristallisation macht die Prozedur von Hanusa langwierig und arbeitsintensiv, außerdem erfordert die Prozedur Erfahrung und Fingerspitzengefühl.

Eine vorteilhafte Syntheseroute zum Natriumtetrakispropylcyclopentadienid sollte kostengünstig und in größeren Ansätzen realisierbar sein und von Studenten im Fortgeschrittenenpraktikum durchgeführt werden können. Der vierte Alkylierungsschritt sollte nicht durch Phasentransferkatalyse erfolgen, weil bei diesem Verfahren hauptsächlich die unerwünschten geminal dialkylierten Isomeren gebildet werden.

Eine deutliche Verbesserung der Methode von Hanusa gelingt durch langsame und stufenweise Zugabe von 2-Brompropan, wodurch überwiegend Triisopropylcyclopentadien-Isomere entstehen. Durch Destillation wird ein Gemisch von Triisopropylcyclopentadien-Isomeren in hoher Ausbeute gewonnen. Die Reinheit liegt laut GC bei über 95%.

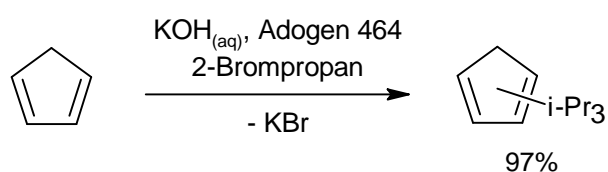


Abbildung 16: Herstellung der Triisopropylcyclopentadien-Isomere und -Tautomere.

Man erhält ein Gemisch von Triisopropylcyclopentadien-Isomeren und -Tautomeren in sehr guter Ausbeute. Eine anschließende Aufreinigung mittels fraktionierender Destillation ist leicht zu realisieren, da nur wenige Verunreinigungen in Form von Diisopropyl-, bzw. Tetrakispropylcyclopentadien-Isomeren enthalten sind.

Durch die Metallierung mit NaNH_2 erhält man ein Isomerengemisch von zwei Natriumtriisopropylcyclopentadieniden in unterschiedlichen Verhältnissen. Diese beiden Isomeren reagieren auf verschiedene Weisen mit 2-Brompropan, womit die Zusammensetzung des Produkts erklärt werden kann.

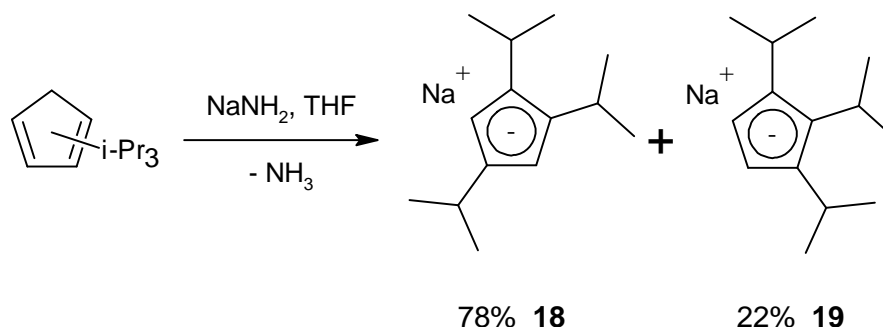


Abbildung 17: Metallierung der Triisopropylcyclopentadien-Isomeren mit Natriumamid.

Die Synthese von Tetrakispropylcyclopentadien-Isomeren aus Triisopropylcyclopentadien-Isomeren gelingt problemlos wie in der Literatur beschrieben durch Metallierung mit Natriumamid in THF und anschließende Alkylierung mit 2-Brompropan^[8].

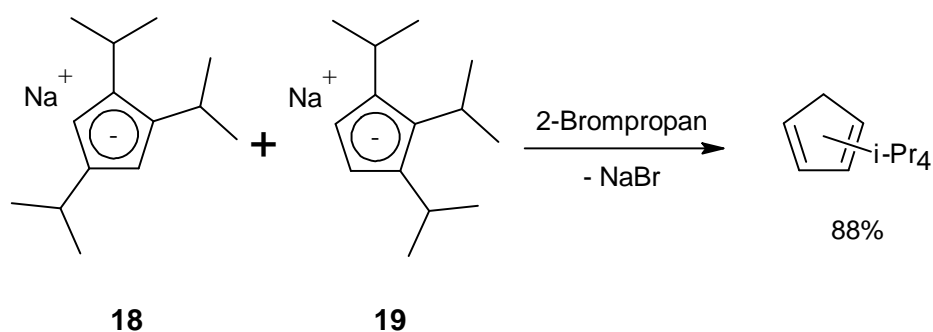


Abbildung 18: Synthese von Tetraisopropylcyclopentadien-Isomeren.

Die Ausbeute dieser Stufe ist mit im Schnitt 88% hoch und durch fraktionierende Destillation kann auch hier das erhaltene Tetraisopropylcyclopentadien leicht gereinigt werden. Eine Betrachtung der Anteile der gebildeten Tetraisopropylcyclopentadien-Isomeren lässt interessante Rückschlüsse auf die Reaktivität der beiden Natriumtriisopropylcyclopentadienide zu^[38]. Da man im Produkt keines der beiden geminal dialkylierten Cyclopentadiene aus Abbildung 21 findet, wird **19** nur an einem noch nicht substituierten Kohlenstoffatom des Fünfrings alkyliert. Dabei entsteht das 1,2,3,4-Tetraisopropylcyclopentadien oder ein Tautomeres (siehe Abbildung 20). Die beiden geminal dialkylierten Tetraisopropylcyclopentadiene aus Abbildung 19 können nur aus dem 1,2,4-Triisopropylcyclopentadienid **18** entstanden sein, womit dieses zu über 60% in unerwünschte Nebenprodukte übergeführt wird. Die C,H-aziden Tetraisopropylcyclopentadiene aus Abb. 20 können hingegen aus **18** oder **19** entstanden sein. Da geminale Alkylierungsprodukte von **19** (Abbildung 21) im Produktgemisch nicht gefunden wurden, muss 1,2,3-Natriumtriisopropylcyclopentadienid bei der Alkylierung praktisch vollständig zu den erwünschten Tetraisopropylcyclopentadien-Isomeren aus Abbildung 20 alkyliert worden sein.



2,3,5,5-Tetraisopropylcyclopentadien 1,3,5,5- Tetraisopropylcyclopentadien

Abbildung 19: Nicht metallierbare Tetraisopropylcyclopentadien-Isomere im Produkt.

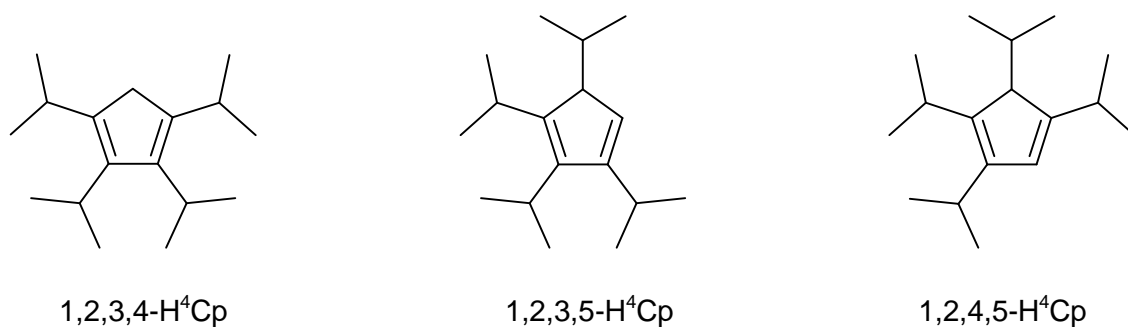


Abbildung 20: Metallierbare Tetraisopropylcyclopentadien-Isomere im Produkt.



Abbildung 21: Diese beiden Isomere werden im Reaktionsprodukt nicht gefunden.

Bei der sich anschließenden Umsetzung mit Natriumamid sind nur die ca. 50% der Tetraisopropylcyclopentadien-Isomere metallierbar, die wenigstens ein H-Atom am C5 tragen. Die geminal dialkylierten Isomere sind unter den vorherrschenden Reaktionsbedingungen nicht deprotonierbar. Mit ca. 50% C-H-aciden Tetraisopropylcyclopentadien-Isomeren liefert diese zweistufige Prozedur eine mehr als doppelt so hohe prozentuale Ausbeute an dem gewünschten Reaktionsprodukt als das Verfahren von Hanusa. Die Aufreinigung durch Destillation ist weit weniger aufwändig als die fraktionierende Kristallisation der extrem luft- und hydrolyseempfindlichen Kaliumsalze.

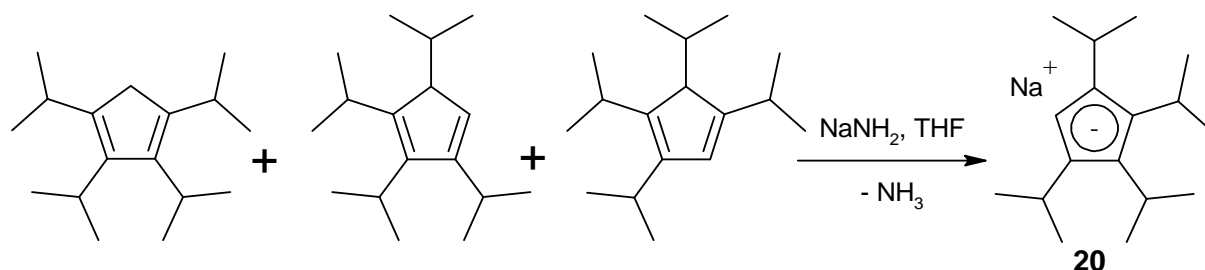


Abbildung 22: Synthese von Natriumtetraisopropylcyclopentadienid.

Die Trennung des Natriumsalzes von den nicht metallierbaren Derivaten ist nicht schwierig, da man durch Waschen mit Petrolether die geminal dialkylierten Isomere aus dem

Natriumsalz entfernen kann. Dieses Herstellungsverfahren ist von Studenten im Fortgeschrittenenpraktikum ohne Probleme durchzuführen.

Während die ersten vier Isopropylgruppen relativ einfach direkt eingeführt werden können, ist die Einführung der fünften Isopropylgruppe am C5 durch einen weiteren Alkylierungsschritt nur mit Ausbeuten unter 11% möglich^[34]. Die Abtrennung des gewünschten Produkts von den übrigen Isomeren erfolgt durch Metallierung des C-H-aciden Isomers mit Natriumamid im Ultraschallbad und anschließendes waschen mit Petrolether.

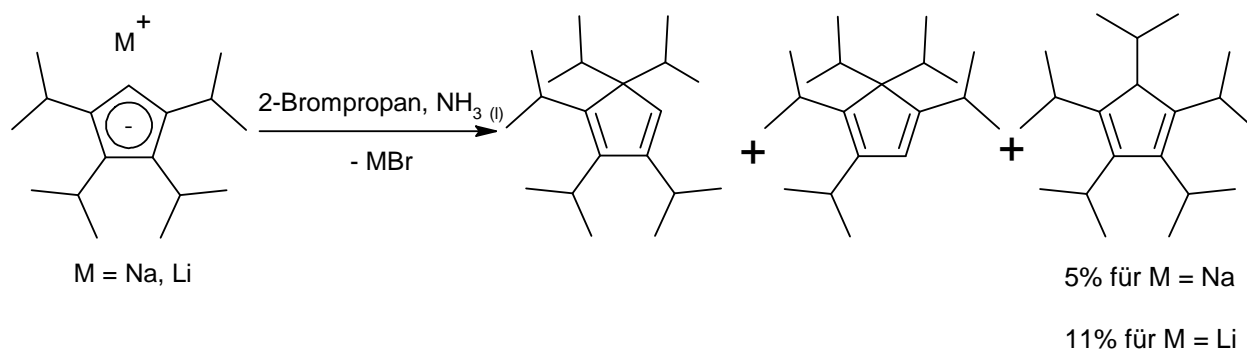


Abbildung 23: Reaktion von Alkalitetraisopropylcyclopentadienid mit 2-Bromopropan.

Angesichts des hohen Aufwands bei der Synthese von Natriumtetraisopropylcyclopentadienid und der Abtrennung des metallierbaren 1,2,3,4,5-Pentaisopropylcyclopentadiens aus der Menge der geminal dialkylierten und damit unbrauchbaren Spezies, ist die direkte Einführung der fünften Isopropylgruppe nicht die Methode der Wahl.

Thomas Dezember, ein ehemaliger Doktorand im Arbeitskreis Sitzmann, beschäftigte sich in seiner Dissertation 1996^[5,9] mit der Suche nach einer neuen Syntheseroute zum 1,2,3,4,5-Pentaisopropylcyclopentadien. Dabei synthetisierte er zunächst ausgehend von Na⁴Cp das entsprechende Diazoderivat **21**, bzw. das Hydroxylaminderivat **22**. Diese wollte er in das Keton überführen und anschließend mit Isopropylmagnesiumbromid die fünfte Isopropylgruppe einführen.

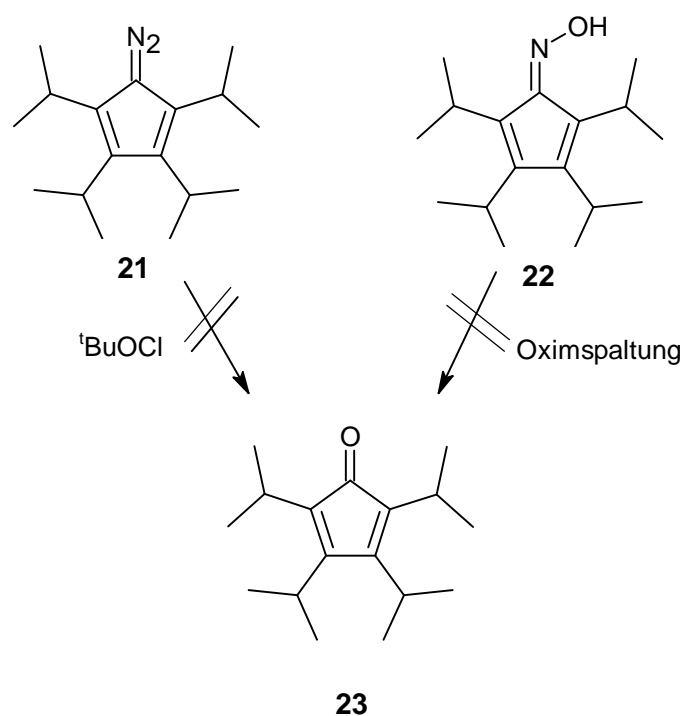


Abbildung 24: Versuche von T. Dezember, das Keton **23** herzustellen.

Alle Bemühungen waren jedoch vergebens, da sich die Verbindungen **21** und **22** nicht in das Keton **23** überführen ließen. So blieb zum Schluss nur die Möglichkeit, die fünfte Isopropylgruppe stufenweise aufzubauen (Abbildung 25).

Im ersten Schritt reagiert Natriumtetraisopropylcyclopentadienid **20** mit Dimethylamino-methoxy-carbeniummethylsulfat zu 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven **24**. Dieses setzt sich nach Addition von Methyllithium mit Dimethylchlorsilan zu 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylfulven **25** um, welches durch die Addition eines weiteren Äquivalents Methyllithium zum Lithiumpentaisopropylcyclopentadienid **26** reagiert.

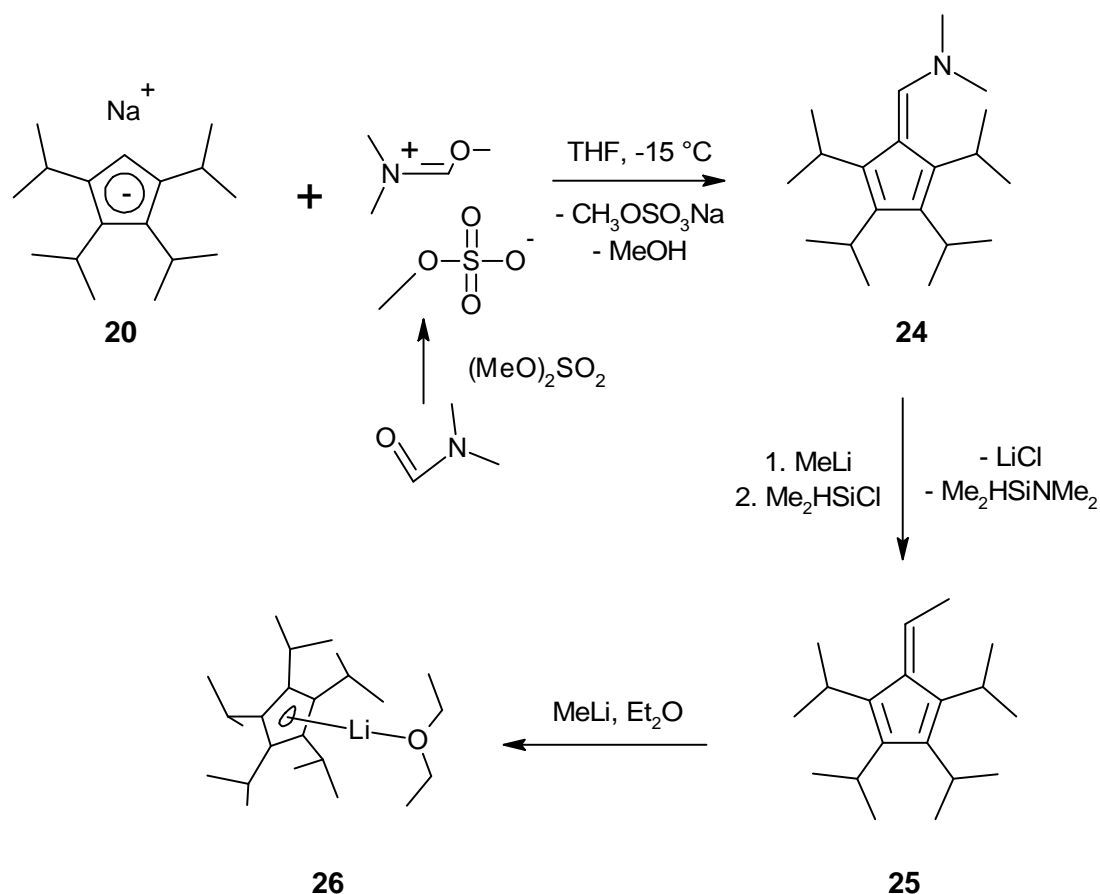


Abbildung 25: Reaktionskaskade zur Synthese von Lithiumpenta-isopropylcyclopentadienid.

Während die meisten Schritte dieser Reaktionskaskade glatt ablaufen, bereitet der erste Schritt, die Reaktion von Natriumtetrakis(isopropyl)cyclopentadienid **20** mit Dimethylamino-methoxy-carbeniummethylsulfat, einige Probleme.

In der Originalliteratur von Hafner^[39] gelingt die Umsetzung des unsubstituierten Natriumcyclopentadienids mit dem Carbeniumion glatt in guten Ausbeuten.

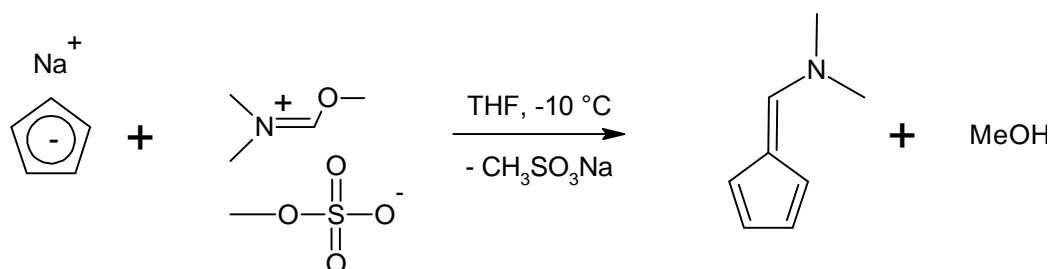


Abbildung 26: Umsetzung von NaCp mit dem Carbeniumion nach Hafner.

Bei der entsprechenden Reaktion mit Natriumtetrakis(isopropyl)cyclopentadienid zeigt die gaschromatographische Untersuchung, dass höchstens 50% des eingesetzten Na⁴Cps zum gewünschten Fulven **24** umgesetzt werden. Es liegt in allen untersuchten Fällen ein

Gemisch aus Tetraisopropylcyclopentadien (Retentionszeit: 7.9 und 8.0 min) und **24** (Retentionszeit: 11.7 min) in etwa äquimolaren Verhältnis vor. Bei der Umkristallisation von **24** findet man auch im kristallisierten Produkt einen erheblichen Anteil an Tetraisopropylcyclopentadien, dessen Abtrennung sehr schwierig ist. Eine Trennung der beiden Komponenten durch eine Sublimation oder eine Feststoffdestillation kommt aufgrund der thermischen Labilität des Fulvens **24** nicht in Betracht. Auch eine säulenchromatographische Aufreinigung scheidet aus, da in mehreren Versuchen keine Auftrennung zu beobachten war. So bleibt nur mehrmaliges Umkristallisieren aus Ethanol, wobei bei jeder Kristallisation mehr als 50% des Rohprodukts verloren gehen.

Betrachtet man die pK_a -Werte der an der Reaktion beteiligten Spezies, findet man Gründe für die glatte Reaktion im Falle des unsubstituierten Cyclopentadiens (Abbildung **26**) und für die Probleme mit dem vierfach substituierten Cyclopentadien.

In der Literatur^[40] findet man für den pK_a -Wert von Methanol lösungsmittelabhängig Werte von 15.5 in Wasser, bzw. 27.9 in DMSO. Für das Cyclopentadien findet man für beide Lösungsmittel niedrigere Werte von 15.0 in Wasser, bzw. 18.0 in DMSO. Diese Verhältnisse lassen erwarten, dass im Falle der Reaktion des unsubstituierten Cyclopentadiens mit dem Carbeniumion (Abbildung **26**), das gebildete Methanol nicht vom noch in der Reaktionsmischung vorhandenen Cyclopentadienid deprotoniert wird.

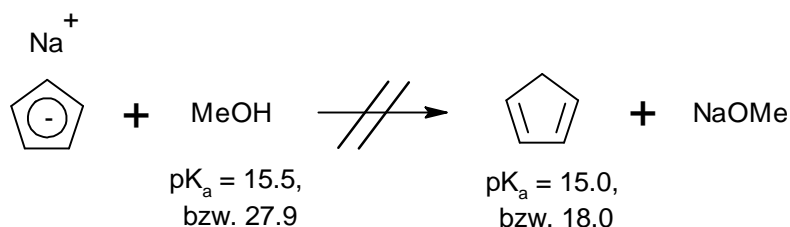


Abbildung **27**: Eine Deprotonierung von Methanol mit Natriumcyclopentadienid findet nicht statt.

Im Fall des substituierten Cyclopentadiens sind die Verhältnisse anders. Obwohl in der Literatur unseres Wissens keine experimentelle Bestimmung des pK_a -Wertes von 1,2,3,4-Tetraisopropyl-cyclopentadien beschrieben wurde, kann davon ausgegangen werden, dass dieser größer ist als der des Methanols.

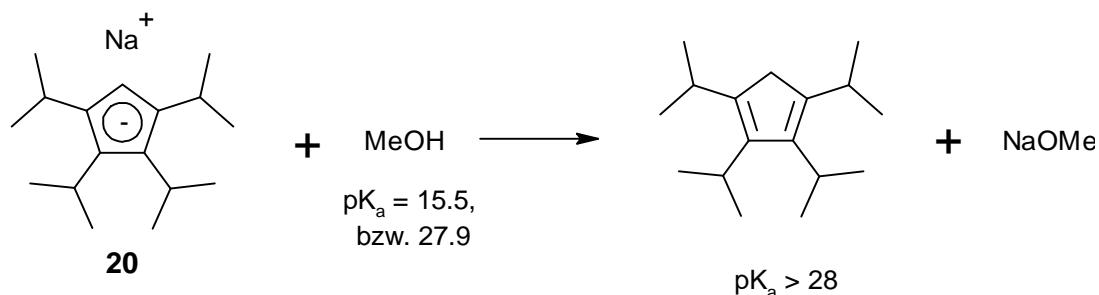


Abbildung 28: Natriumtetrakispropylcyclopentadienid ist in der Lage, Methanol zu deprotonieren.

Einige pK_a -abhängige Versuche mit Erdalkalimetallen^[41] lassen die Vermutung zu, dass der Wert wohl deutlich über 28 liegt. In jedem Fall lassen sich die Verhältnisse experimentell verdeutlichen. Methanol ist schon mit KOH deprotonierbar, was im Falle des 1,2,3,4-Tetrakispropylcyclopentadiens unter gleichen Bedingungen nicht gelingt. Daher ist der schlechte Umsatz bei der Reaktion des Natriumtetrakispropylcyclopentadienids mit dem Carbeniumion (Abbildung 25 oben) schlüssig: Das gebildete Methanol wird von in der Reaktionsmischung vorhandenem Tetrakispropylcyclopentadienid deprotoniert. Das dabei gebildete Tetrakispropylcyclopentadien ist nicht in der Lage, mit dem Carbeniumion die gewünschte Reaktion einzugehen und liegt bis zum Ende der Reaktion unverändert vor. Das so erhaltene Gemisch aus dem Produkt 24 und Tetrakispropylcyclopentadien ist nur schwer aufzutrennen, zumal 24 temperatur- und feuchtigkeitsempfindlich ist und von H^4Cp durch eine Kristallisation nicht leicht getrennt werden kann.

Die Problemstellung lag nun darin, das Nebenprodukt Methanol abzufangen, um die Ausbeute zu verbessern. Ein Agens für diese Aufgabe muss jedoch gegenüber THF stabil sein und darf nicht mit dem Natriumtetrakispropylcyclopentadienid reagieren. Des Weiteren muss es in homogener flüssiger Phase vorliegen, damit es das gebildete Methanol möglichst schnell durch Deprotonierung abfangen kann. Zudem sollte das Abfangprodukt aus der flüssigen Phase entweichen, damit auch dies nicht mit dem Tetrakispropylcyclopentadienid reagieren kann.

Unter solchen Voraussetzungen scheint das Trimethylaluminium ein geeigneter Kandidat zu sein. Es ist löslich und stabil in THF, reagiert nicht mit Natriumtetrakispropylcyclopentadienid und nach der Deprotonierung des Methanols entweicht Methan, das als Reaktionspartner nicht in Frage kommt. Zudem ist ein Überschuss durch Hydrolyse leicht aus der Reaktionsmischung zu entfernen.

Führt man die beschriebene Reaktion unter Verwendung eines Äquivalents Trimethylaluminium durch (Abbildung 29), kann man während des Zutropfens der Carbenium-Komponente eine Gasentwicklung beobachten.

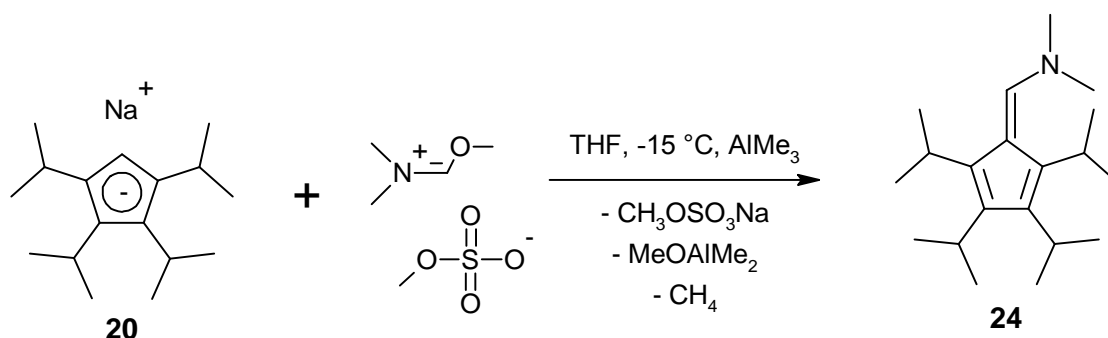


Abbildung 29: Herstellungsmethode für 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven.

Durch gaschromatographische Untersuchungen nach Beendigung der Reaktion stellt man fest, dass in der Reaktionsmischung keinerlei Tetraisopropylcyclopentadien vorhanden ist, vielmehr ist eine nahezu vollständige Umsetzung zur gewünschten Zielverbindung **24** gelungen. Die Aufarbeitung erfolgt durch Extraktion mit Diethylether, wobei aufgrund des hohen Umsatzes auf weitere Reinigungsschritte verzichtet werden kann. Die Vermutung liegt nahe, dass Teile der resultierenden Aluminiumkomponente koordinativ am N-Atom des 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulvens gebunden sind. Bei den Folgereaktionen konnten jedoch keinerlei negative Einflüsse dahingehend ausgemacht werden. Im folgenden Reaktionsschritt wurde jedoch zur sicheren Entfernung von Aluminiumkomponenten vor der Sublimation des 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylfulvens, nach der Zugabe des Dimethylchlorsilans Wasser zur Hydrolyse möglicher Aluminiumverbindungen zugegeben.

Da aufgrund des hohen Umsatzes bei der Synthese des 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulvens aus bekannten Gründen auf eine Reinigung verzichtet wird, sollte auf der Stufe des 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylfulvens eine gründliche Aufreinigung durchgeführt werden. Diese erfolgt durch Sublimation, wobei mit einer Badtemperatur von 70 °C und einem Druck von $4 \cdot 10^{-2}$ mbar gearbeitet wird. An der kälteren Stelle des Sublimationsrohrs schlägt sich das Fulven dabei als leuchtend orangeroter kristalliner Feststoff ab, wobei die Kristalle je nach Bedingungen eine Größe von mehreren Millimetern erreichen können.

Vom gereinigten 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylfulven führt ein einfacher Schritt auf dem von Dezembervorgegebenen Weg, die Addition von Methyllithium, zum Lithium-pentaisopropylcyclopentadienid. Eine weitere Aufreinigung kann hier durch Umkristallisation

aus Pentan erfolgen, das Salz ist jedoch nach vorhergehender Reinigung des Fulvens mit ca. 95% genügend rein für Folgereaktionen.

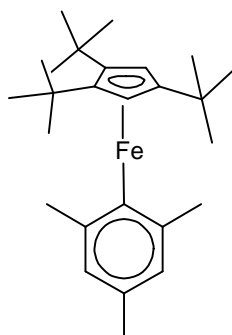
Durch die verbesserte Reaktionsführung kann die Ausbeute an Li^5Cp , bezogen auf Natriumtetrakispropylcyclopentadienid von 55% auf 76% gesteigert werden. Zudem erleichtert die Methode mit Trimethylaluminium die erforderlichen Reinigungsprozeduren auf der Stufe des 1,2,3,4-Tetrakispropyl-6-(dimethylamino)pentafulvens erheblich. Über alle sechs Stufen ausgehend vom Cyclopentadien konnte mit dieser neu erarbeiteten Synthese eine über 32%ige Ausbeute erreicht werden.

Der modulare Aufbau der Pentaisopropylcyclopentadiensynthese erlaubt es dem Experimentator, die einzelnen Schritte seinen Vorstellungen anzupassen. Wer nur ausprobieren möchte, ob Tetrakispropylcyclopentadienid für seine synthetische Fragestellung eine Lösung bietet, findet in der Phasentransferkatalyse im Eintopfverfahren nach Bollmann und Dehmlow eine schnelle Lösung. Wer eine größere Menge Tetra- oder Pentaisopropylcyclopentadien benötigt, kann sich überlegen, ob er in flüssigem Ammoniak arbeiten oder im großen Stil Phasentransferkatalyse betreiben möchte. Der derzeit beste Weg vom Tri- zum Tetrakispropylcyclopentadien verläuft über die Alkylierung von Natriumtriisopropylcyclopentadienid in Tetrahydrofuran. Die Einführung der fünften Isopropylgruppe wurde in dieser Arbeit beschrieben und gelingt in sehr guter Ausbeute.

3 Eisenkomplexe sperriger Cyclopentadienide

3.1 σ -Aryl-Cyclopentadienyleisen-Komplexe und deren Reaktivität

Eisenkomplexe, die neben einem sperrig substituierten Cyclopentadienid lediglich einen σ -gebundenen Phenylliganden tragen, sind seit der Arbeit von Wallasch^[4] aus dem Jahr 2002 in unserer Arbeitsgruppe Gegenstand wissenschaftlicher Untersuchungen. Das Problem, das Wallasch mit Mesitylkomplex **8** hatte, lag in dessen geringer Stabilität, wodurch eine exakte Charakterisierung der Verbindung unmöglich war.



8

Abbildung 30: [(Mesityl(tri(*tert*-butyl)cyclopentadienyl)-eisen(II)].

Diese Problematik sollte in dieser Arbeit durch Variation der einzelnen Liganden näher untersucht werden.

Durch die Verwendung des Penta-isopropylcyclopentadienylliganden auf der einen und eines in 2- und 6-Position sperrig substituierten Arylliganden auf der anderen Seite sollte es möglich sein, das Eisenzentrum stärker abzuschirmen und die Stabilität der resultierenden Verbindungen im Vergleich zu denen von Wallasch zu steigern. Als Arylkomponente schien uns der 2,6-Diisopropylphenyl-Substituent geeignet zu sein. Er ist aus dem käuflich zu erwerbenden 2,6-Diisopropylanilin leicht zugänglich. Die Isopropylgruppen schirmen das Zentralatom stärker ab als die Methylgruppen des Mesityl-Substituenten, können sich dabei aber so ausrichten, dass sich der Arylligand dem Eisen-Zentralatom mit dem sperrigen ⁵Cp-Liganden nähern kann. Als mögliche Ausgangsverbindung ist 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol nicht kommerziell erhältlich, jedoch durch die Entwicklung eines eigenen Verfahrens aus dem kommerziell erhältlichen 2,6-Diisopropylanilin zugänglich.

3.1.1 Synthese von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol

Versucht man ausgehend von 2,6-Diisopropylanilin, das durch Diazotierung gewonnene Diazoniumsalz **27** mit Kupfer(I)bromid nach einer standardisierten Sandmeyer-Reaktion^[42] in 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol zu überführen, ist dies wenig erfolgreich. Die zwei *ortho*-ständigen Isopropylgruppen aktivieren den Aromaten und verhindern aus sterischen Gründen einen Angriff in den benachbarten Positionen, so dass eine Substitution an der *para*-Position erfolgt. Man erhält ein Gemisch aus 1,3-Diisopropyl-2-brom-5-nitrobenzol und 1,3-Diisopropyl-2,5-dibrombenzol. Um diese zu vermeiden wurde die Standardprozedur soweit geändert, dass die Reaktion unter milden Bedingungen glatt abläuft.

Das 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol **28** ist aus 2,6-Diisopropylanilin durch Reaktion bei tiefer Temperatur (-50 °C) mit Natriumnitrit in 48%iger Bromwasserstoffsäure relativ einfach zugänglich.

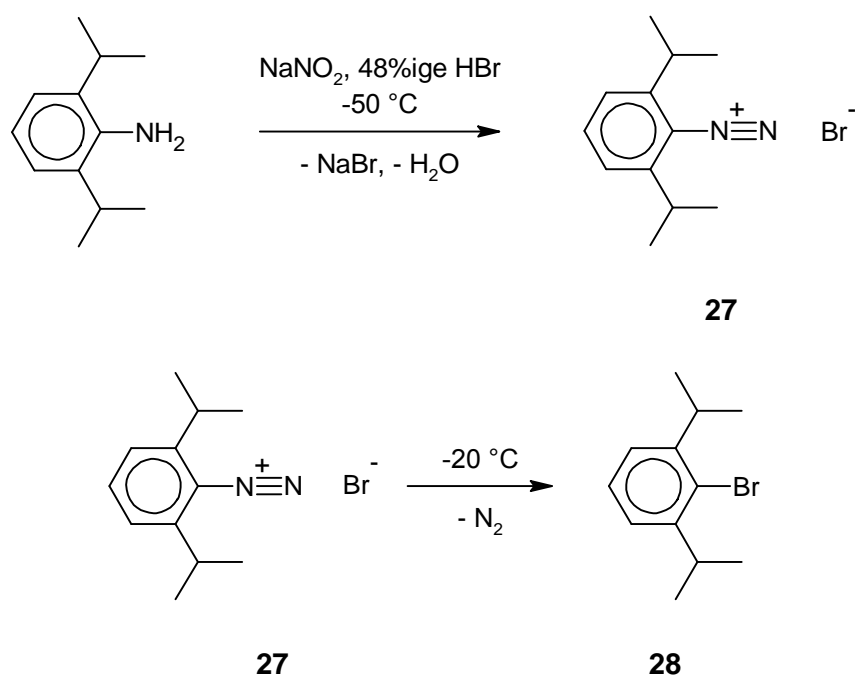


Abbildung 31: Synthese von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol.

Dabei verläuft die Reaktion über eine intermediär gebildete Diazonium-Zwischenstufe, die bei tiefer Temperatur stabil ist, sich jedoch beim Erwärmen auf -20 °C durch einen nukleophilen Angriff des Bromids in **28** umwandelt.

In unserem Fall kann aufgrund des aktivierenden Substitutionsmusters auf die Verwendung eines Katalysators verzichtet werden. Dieses bedingt jedoch auch, dass bei der Erwärmung auf Raumtemperatur eine Substitution in 4-Position als Nebenreaktion auftritt. Um dies zu

vermeiden, wurde schon bei etwa $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit einer wässrigen Natriumcarbonat-Lösung neutralisiert. Das nach Standardmethoden aufgearbeitete Produkt wurde durch Destillation gereinigt.

$^1\text{H-NMR}$ -Daten von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
1.14	d	12 H	6.8	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
3.58	sep.	2 H	6.8	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
6.96	d	2 H	7.6	meta-Ring H
7.05	t	1 H	7.6	para-Ring H

Tabelle 1: $^1\text{H-NMR}$ -Daten von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

$^{13}\text{C-NMR}$ -Daten von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol.

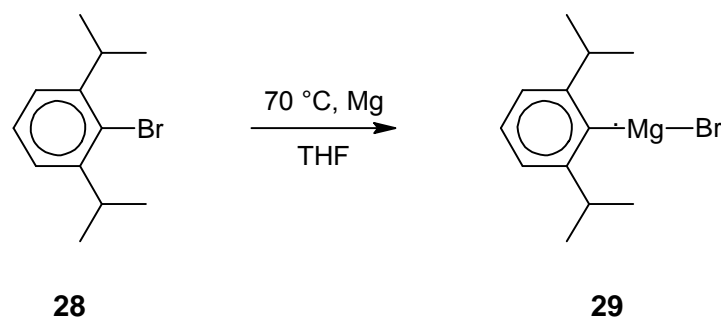
δ [ppm]	Zuordnung
22.9	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
33.7	$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
124.4	meta- C
126.7	para- C
127.6	C-Br
147.8	C-ⁱPr

Tabelle 2: $^{13}\text{C-NMR}$ -Daten von 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Sowohl das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum als auch das $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektrum von **28** zeigen die erwarteten Signale.

3.1.2 Synthese von (2,6-Diisopropylaryl)magnesiumbromid

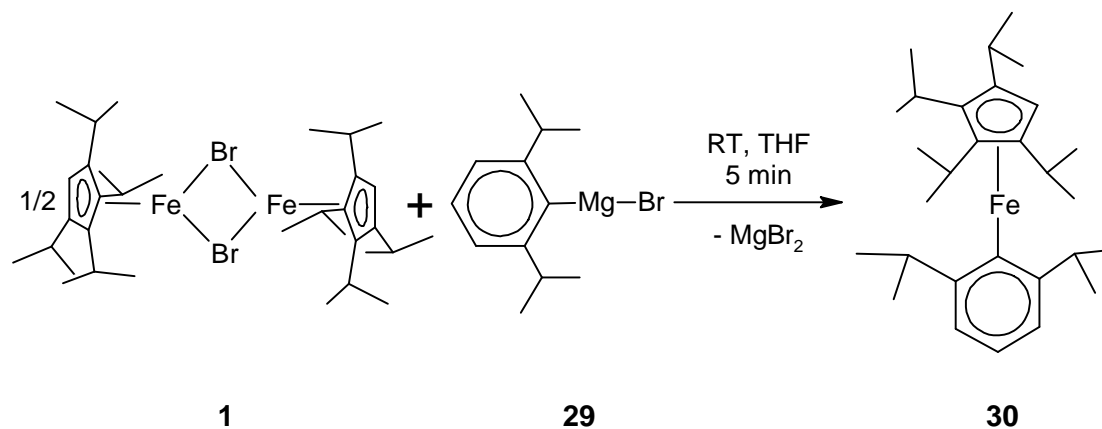
Der folgende Schritt beinhaltet die Umwandlung des 1,3-Diisopropyl-2-brombenzols **28** in die Grignard-Verbindung. Dazu wird **28** mit der äquimolaren Menge an Magnesiumspänen in THF bei $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ im Druckschlenkrohr zur Reaktion gebracht. Die Auflösung der Magnesiumspäne und eine graue Färbung zeigen nach wenigen Stunden das Ende der Reaktion an.

Abbildung 32: Reaktion von **28** mit Magnesium.

Die Grignardverbindung **29** wird nach Zentrifugation und Entfernen des Lösungsmittels als farbloses Pulver in nahezu quantitativer Ausbeute isoliert. Die Elementaranalyse ergibt, dass pro Formeleinheit ein Molekül THF gebunden ist. Nach der Hydrolyse einer kleinen Menge Grignard kann mittels gaschromatographischer Untersuchung überprüft werden, ob die gesamte Menge des eingesetzten **28** umgesetzt ist. Auf weitere Charakterisierungen der Grignardverbindung kann verzichtet werden, da das eingesetzte 1,3-Diisopropyl-2-brombenzol von hoher Reinheit war und Nebenreaktionen aufgrund der sterischen Beschaffenheit auszuschließen sind.

3.1.3 Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropylcyclopentadienyl-eisen(II)

Für eine erste Testreaktion verwenden wir den im Vergleich zum Penta-isopropylcyclopentadienyl-Derivat sterisch weniger aufwändigen Bis[μ -Bromo-(tetra-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)]-Komplex **1** als Reaktand. Bei der Umsetzung von **1** mit **29** bei RT in THF hellt sich die moosgrüne Lösung direkt nach Zugabe der Grignard-Verbindung nach blassgelb auf.

Abbildung 33: Reaktion von **1** mit (2,6-Diisopropylphenyl)magnesiumbromid.

Danach wird unverzüglich das Lösungsmittel im Vakuum entfernt und der trockene Rückstand mit Pentan extrahiert. Das σ -2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropylcyclopentadienyleisen(II) **30** wird nach dem Entfernen des Pentans als gelber kristalliner Feststoff erhalten, der im festen Zustand stabil ist, sich jedoch in Lösung langsam zersetzt. Beim Erwärmen einer Toluollösung oder des Feststoffes über 50 °C erfolgt die Zersetzung rasch.

¹H-NMR-Daten von **30**

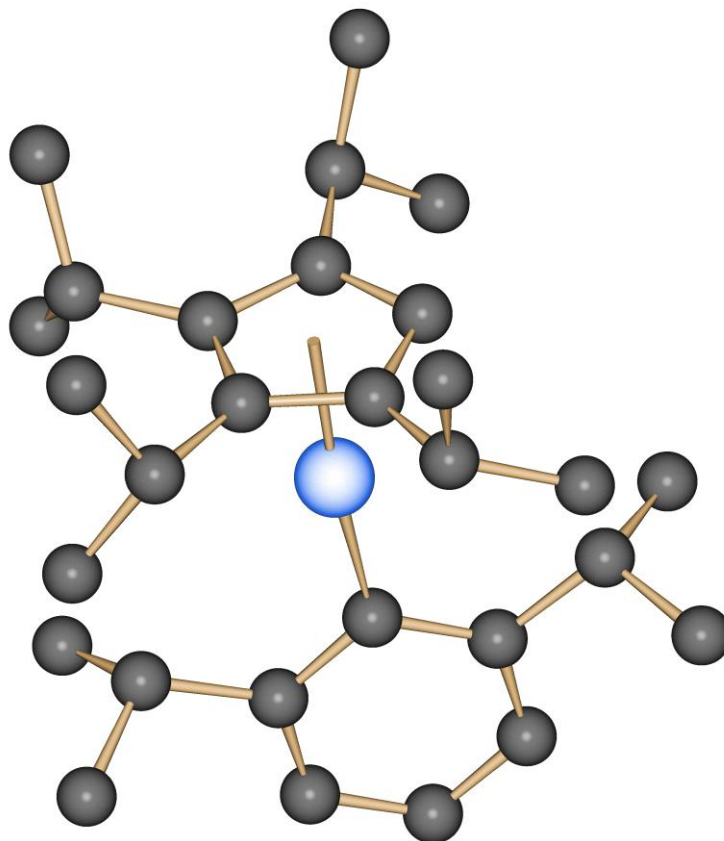
δ	Integral	Halbwertsbreite	Zuordnung
[ppm]		[Hz]	
-118.1	15 H	2100	⁴ Cp-CH(CH ₃) ₂
-28.5	2H	140	meta Aryl-H
-19.3	5 H	1400	⁴ Cp-CH(CH ₃) ₂
13.7	12 H	560	Aryl-CH(CH ₃) ₂
72.2	15 H	2400	⁴ Cp-CH(CH ₃) ₂
188.0	2 H	770	Aryl-CH(CH ₃) ₂

Tabelle 3: ¹H-NMR-Daten von **30** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Die Signale im Protonenspektrum von Verbindung **30** erstrecken sich über einen Bereich von 310 ppm. Aufgrund der Integrale und unter der Annahme, dass die Signale von Protonen in der Nähe des paramagnetischen Eisenzentrum eine größere Halbwertsbreite aufweisen als weiter entfernte Protonen, wurden folgende Zuordnungen getroffen. Die drei Signale bei -118.1 ppm, -19.3 ppm und 72.2 ppm können aufgrund der Signalintensität den Isopropylgruppen des Tetraisopropylcyclopentadienids zugeordnet werden. Dabei wurde aufgrund der Halbwertsbreite das Signal bei 72.2 ppm den metallnahen Methylprotonen (HWB = 2400 Hz) und das Signal bei -118.1 ppm den metallfernen Methylprotonen (HWB = 2100 Hz) zugeordnet. Das Signal des Protons direkt am Fünfring wurde nicht gefunden, da es aufgrund der Nähe zum Metallzentrum wohl bei geringer Fläche sehr breit ist. Die drei Signale bei -28,5 ppm, 13,7 ppm und 188,0 ppm können dem σ -gebundenen Phenylrest der Verbindung zugeordnet werden. Die Zuordnung kann hier nur auf Grundlage der Integrale erfolgen. Das Proton in para-Position des Phenylrestes liegt möglicherweise zufällig im diamagnetischen Bereich des Spektrums und kann nicht exakt zugeordnet werden.

Röntgenstrukturanalyse von **30**

Durch langsames Eindampfen einer konzentrierten Pentanlösung von **30** wurden hellgelbe rautenförmige Kristalle erhalten, die für eine kristallographische Untersuchung geeignet waren.



SCHAKAL

Abbildung **34**: Schakalplot der Struktur von **30**

Die Röntgenstrukturanalyse zeigt wie erwartet das Vorliegen eines σ -Aryl-Cyclopentadienyl-Eisen-Komplexes. Damit liegt ein 14 VE-Komplex vor, der sich folgendermaßen berechnet: Je 6 VE liefern das zweiwertige Eisen und der Cp-Ring, 2 VE der Phenylrest. Die Bindung zwischen Eisen und dem *ipso*-Kohlenstoffatom des Sechsrings ist mit 2,03 Å deutlich länger als der sich aus der Summe der Kovalenz- bzw. Ionenradien ergebende Abstand von 1,69 Å^[1]. Die Bindung ist jedoch kürzer als die Kohlenstoff-Eisen-Bindung im $[\text{LiO}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]_2[\text{Fe}(\text{C}_{10}\text{H}_7)_4]$ mit 2,104 Å, wobei C_{10}H_7 identisch mit dem 1-Naphtylrest ist^[43]. Ein treffender Vergleich kann jedoch nicht erfolgen, weil hier der erste kristallographisch sehr gut charakterisierte Fe(II) high-spin-Komplex mit Cyclopentadienid und einem σ -gebundenen Arylrest vorliegt.

Der Abstand zwischen dem Eisenzentrum und dem Cp-Ring liegt mit 1,92 Å im üblichen Bereich einer solchen Bindung in einem high-spin Eisen(II)-Komplex^[44]. Das Wasserstoffatom am Fünfring des Cyclopentadienids steht aus sterischen Gründen direkt über einer Isopropylgruppe des Arylrestes. Der Winkel zwischen dem *ipso*-Kohlenstoffatom des Phenyls, dem Eisen und dem Zentroid des Cyclopentadienids beträgt 175°. Damit ist die Bindung annähernd linear, neigt sich jedoch nur ganz leicht aus sterischen Gründen in Richtung des Protons des Fünfring-Protons. Die Isopropylgruppen in *ortho*-Position des Sechsrings neigen die Methylgruppen vom Eisenzentrum weg.

Die Anordnung der Isopropylgruppen zeigt einen Scheitel zwischen den Isopropylgruppen in 1- und 2-Position, was in Komplexen mit dem Tetraisopropylcyclopentadienyl-Liganden häufig zu beobachten ist. Das hat sterische Gründe, da die Isopropylgruppen in Nachbarschaft zum unsubstituierten Ring-Kohlenstoffatom ihre Methylgruppen auf die vorhandene Lücke richten^[4,12]. Dadurch können nicht alle Isopropylgruppen in eine Richtung zeigen und es entsteht ein Scheitel zwischen der ersten und zweiten Isopropylgruppe. Bei dimeren Komplexen, deren verbrückende Liganden die Lücke am C5 des Rings beanspruchen, wie z. B. bei $[\text{}^4\text{CpNiCO}]_2$, findet einen Scheitel zwischen der zweiten und der dritten Isopropylgruppe^[12].

3.1.4 Reaktivität von σ -2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropylcyclopentadienyl-eisen(II)

3.1.4.1 Reaktion von 26 mit Kupfer(I)chlorid und Kupfer(I)bromid

Versetzt man eine THF-Lösung von 2,6-Diisopropylphenyl-tetraisopropyl-cyclopentadienyl-eisen(II) mit einem Äquivalent Kupfer(I)chlorid oder Kupfer(I)bromid, so tritt nach kurzer Zeit eine Farbveränderung auf. Die Anfangs blassgelbe Lösung färbt sich intensiv rot, wobei sich der Bodensatz des Kupfer(I)halogenids auflöst.

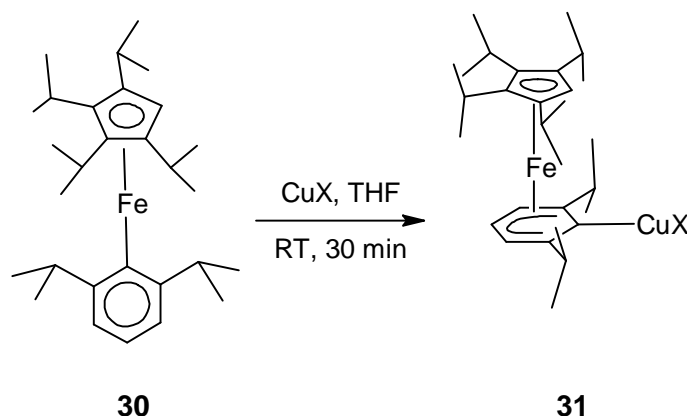


Abbildung 35: Addition von **30** an Kupfer(I)halogenide (X = Cl oder Br)

Nach der Aufarbeitung erhält man einen roten kristallinen Feststoff, der als Additionsprodukt von **30** mit dem Kupfer(I)halogenid identifiziert werden kann. Dieser ist in unpolaren Lösemitteln fast gar nicht, in polaren Lösemitteln besser löslich. Als Feststoff ist er an Luft unbegrenzt lagerfähig, während in Lösung die Stabilität geringer ist und nach kurzer Zeit merkliche Zersetzung auftritt. Bei 110 °C und 10^{-2} mbar lässt sich der Komplex problemlos sublimieren. Bei Temperaturen darüber ist eine Sublimation ohne Zersetzungsprodukte nicht mehr möglich.

Bei diesen Reaktionen zeigt sich die Eigenschaft der Phenyl-Cyclopentadienyl-Eisen-Komplexe, unter Umlagerung des Phenylrings an koordinativ ungesättigte Metallzentren zu koordinieren. Im vorliegenden Fall gelingt dies glatt unter Bildung eines dinuklearen Komplexes, der ein Eisen(II)- und ein Kupfer(I)ion enthält, die über einen Phenylligand miteinander verbrückt sind. Dabei ist das Eisen side on mit einer π -Bindung, das Kupfer mit einer σ -Bindung an das ipso-Kohlenstoffatom des Sechsrings gebunden. Während der Reaktion ändert das Eisen seine Konfiguration der d-Elektronen. Aus einer d^6 high-spin wird eine d^6 low-spin Konfiguration. Dadurch sind am Eisen keine ungepaarten Elektronen mehr vorhanden. Da das Kupfer(I)ion eine d^{10} -Elektronenkonfiguration aufweist, ist der Komplex

insgesamt diamagnetisch, wodurch eine Untersuchung mittels ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektroskopie möglich ist.

^1H - und ^{13}C -NMR-spektroskopische Daten des Additionsproduktes

Die NMR-Spektren des Bromid- und des Chlorid-Derivates unterscheiden sich im Rahmen der Messgenauigkeit in der Verschiebung der Peaks nicht. Durch eine nicht genau verstandene Ursache ist es auch nach mehreren Aufreinigungsschritten nicht möglich, ein ^1H -NMR-Spektrum aufzunehmen, bei dem die Aufspaltung der einzelnen Resonanzen aufgelöst ist. Trotzdem konnte anhand der vorliegenden Messdaten der Komplex vollständig und eindeutig charakterisiert werden.

δ [ppm]	Integral	Zuordnung
0.91	6 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
1.02	6 H	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
1.14	6 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
1.28	6 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
1.44	6 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
1.78	6 H	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
2.78	2 H	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
3.15	2 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
3.49	2 H	$^4\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
4.19	1 H	Cp Ring H
5.54	2 H	<i>meta</i> - H
5.69	1 H	<i>para</i> - H

Tabelle 4: ^1H -NMR-Daten der Additionsprodukte **31** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Im ^1H -NMR-Spektrum treten von 0.9 ppm bis 1.8 ppm sechs Signale gleicher Fläche in Resonanz. Diese lassen sich den Methylgruppen der sechs Isopropylreste des Komplexes zuordnen, wobei eine genauere Zuordnung aus diesem NMR-Experiment nicht möglich ist. Die Differenzierung in der Tabelle erfolgt durch den Vergleich mit ähnlichen Eisenkomplexen^[4] mit Tetraisopropylcyclopentadienylligand und deren Verschiebungen der Isopropylgruppen im Protonenspektrum. Zwischen 2.6 ppm und 3.5 ppm kann man drei Signale den Methinprotonen, das bei höchstem Feld den beiden Methinprotonen der Isopropylgruppen des Aryl-Liganden zuordnen. Die beiden übrigen Signale des Arylrings treten bei 5.54 ppm für die *ortho*-Protonen und bei 5.69 ppm für das *para*-Proton auf.

δ [ppm]	Zuordnung
19.7	Phenyl CH(CH ₃) ₂
22.1	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
22.5	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
22.7	Phenyl CH(CH ₃) ₂
24.1	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
25.6	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
26.2	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
26.5	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
28.8	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
34.2	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
37.7	Phenyl CH(CH ₃) ₂
62.8	Cp-Ring CH
79.4	Cp-Ring C CH(CH ₃) ₂
80.4	Cp-Ring C CH(CH ₃) ₂
95.0	<i>meta</i> -Phenyl C
98.7	<i>para</i> -Phenyl C
123.4	<i>ortho</i> -Phenyl C
128.6	<i>ipso</i> -Phenyl C

Tabelle 5: ¹³C-NMR-Daten der Additionsprodukte **31** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Im ¹³C-NMR-Spektrum findet man elf Signale zwischen 19 ppm und 38 ppm, die den Kohlenstoffatomen der Isopropylgruppen zuzuordnen sich. Die Differenzierung in der Tabelle erfolgt durch den Vergleich mit ähnlichen Eisenkomplexen^[4] mit Tetraisopropylcyclopentadienylligand und deren Verschiebungen der Isopropylgruppen im ¹³C-NMR-Spektrum. Die übrigen Signale entsprechen den Kohlenstoffatomen der beiden Ringe. Die genaue Zuordnung kann der Tabelle entnommen werden.

3.1.5 Synthese von Penta-isopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromid

Setzt man bei Raumtemperatur Eisen(II)bromid-DME-Komplex mit dem Diethyletheraddukt von Lithiumpenta-isopropylcyclopentadienid in DME um, so erkennt man lediglich einen schwachen Farbumschlag von farblos nach blass grünlich gelb.

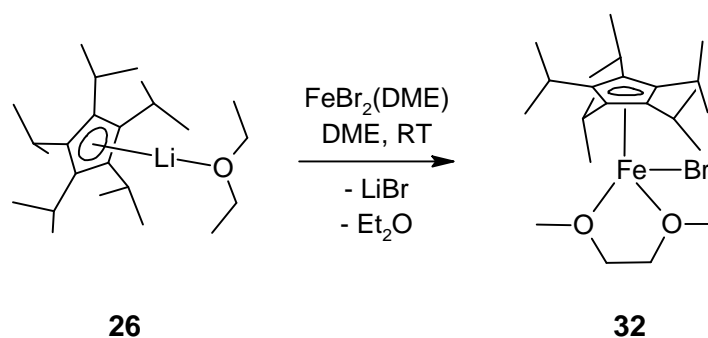


Abbildung 36: Synthese von **32**.

Nach dem Entfernen des Lösungsmittels und Extraktion mit Pentan erhält man **32** als kristallinen grünlich gelben Feststoff. Dieser ist in THF, Diethylether und DME gut löslich, in Pentan nur mäßig, woraus er sich jedoch hervorragend umkristallisieren lässt. Er ist als Feststoff unter Inertgasbedingungen beliebig lange haltbar und auch als Lösung in allen erwähnten Lösemitteln unbegrenzt stabil. Thermisch ist der Komplex als Feststoff weit weniger stabil, eine Zersetzung tritt bereits bei Temperaturen über 50 °C ein.

Dieser durch Koordination von DME stabilisierte Eisen-Halbsandwichkomplex ist strukturell analog zu dem vom Jonas et al.^[45] beschriebenen Pentamethylcyclopentadienyl-Derivat, an welches zur weiteren Stabilisierung ein Molekül TMEDA koordinierte. In beiden Fällen handelt es sich um diamagnetische 18 VE-Komplexe.

Analoge Komplexe mit Tetraisopropylcyclopentadienid oder 1,2,4-Tri-*tert*-butylcyclopentadienid sind bisher noch nicht bekannt. Bei deren Synthese führt spätestens die Extraktion mit Pentan zu einer Intensivierung der Farbe hin zu dunklen Rottönen. Dies ist ein eindeutiges Indiz für die Bildung eines bromoverbrückten Dimerkomplexes, der bei diesen Synthesen später auch aus der Reaktionslösung isoliert werden kann.

^1H und ^{13}C -NMR-Spektren von **32**

Das ^1H -NMR-Spektrum zeigt uns wie schon erwähnt das Vorliegen eines diamagnetischen 18 VE-Komplexes. Die 18 Valenzelektronen ergeben sich folgendermaßen: 6 VE liefert das Eisen(II)zentrum, 6 VE steuert das Cyclopentadienyl bei, 4 VE das DME und 2 VE das Bromid.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
1.52	d	15 H	7.2	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
1.71	d	15 H	7.2	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
2.99	s	6 H	-	DME CH_3
3.02	br.	4 H	-	DME CH_2
3.59	sept.	5 H	7.2	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 6: ^1H -NMR-Daten von **32** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Die Signale bei 1,52 ppm und 1,71 ppm lassen sich den metallnahen bzw. metallfernen Protonen der Methylgruppen des Penta-isopropylcyclopentadienids zuordnen, während sich bei 3,59 ppm dessen Methinprotonen zeigen. Der DME-Ligand lässt sich durch die zwei Signale bei 2,99 ppm und 3,02 ppm identifizieren, die im passenden Verhältnis von 4 zu 6 stehen.

Das ^{13}C -NMR-Spektrum zeigt folgende Signale:

δ [ppm]	Multiplizität ($^1J_{\text{C,H}}$)	Kopplungskonst. $^1J_{\text{C,H}}$ [Hz]	Zuordnung
23.9	q	123	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
25.9	q	123	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
27.0	d	123	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
58.7	q	140	DME CH_3
71.0	t	140	DME CH_2
117.8	s	-	Cp-Ring C

Tabelle 7: ^{13}C -NMR-Daten von **32** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Drei Signale findet man für die Isopropylgruppen des Penta-isopropylcyclopentadienids. Bei 23,9 ppm und 25,9 ppm wird zwischen metallnahen und metallfernen Kohlenstoffatomen der Methylgruppen unterschieden, bei 27,0 ppm findet sich das Signal für die Methinkohlenstoffe. Im protonengekoppelten ^{13}C -NMR-Spektrum spalten die Signale entsprechend auf, jedoch lassen sich die metallnahen bzw. metallfernen Kohlenstoffatome nicht einem bestimmten Signal zuordnen. Auf das DME entfallen die zwei Signale bei 58,7 ppm und 71,0 ppm, wobei durch die Betrachtung der Aufspaltung als Triplett bei

71,0 ppm das Signal der Methylen-Kohlenstoffatome und als Quartett bei 58,7 ppm das Signal der Methyl-Kohlenstoffatome in Resonanz tritt. Für die Kohlenstoffatome des Fünfrings findet man eine chemische Verschiebung von 117,8 ppm.

Trotz intensiver Bemühungen war es nicht möglich, Kristalle zu erhalten, die eine röntgenkristallographische Untersuchung zuließen.

3.1.6 Synthese von Bis[μ -bromo-(penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)]

Benutzt man für die Reaktion von Eisen(II)bromid mit dem Diethyletheraddukt des Lithiumpenta-isopropylcyclopentadienids anstelle von DME Pentan als Lösungsmittel, so zeigt sich ein anderer Reaktionsverlauf.

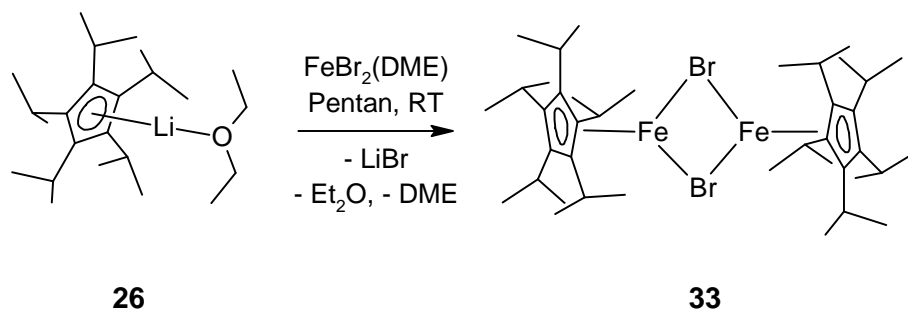


Abbildung 37: Synthese von **33**.

An Stelle einer nur geringen Änderung der Farbe tritt nach wenigen Stunden ein Farbumschlag von blassgelb nach intensiv rot auf. Nach zwei Tagen wird aufgearbeitet und man erhält **33** als intensiv roten kristallinen Feststoff. Dieser ist im Gegensatz zu **32** paramagnetisch und in Pentan wesentlich besser löslich. Im Gegensatz zu den analogen Verbindungen mit Tetraisopropylcyclopentadienid oder 1,2,4-Tri-*tert*-butylcyclopentadienid ist der erhaltene donorfremie Halbsandwichkomplex wesentlich stabiler. In gängigen donorfremien Lösemitteln ist seine Lösung lange Zeit ohne erkennbare Zersetzung haltbar. Die thermische Stabilität erlaubt bei einer Temperatur von 70 °C und einem Druck von 10^{-2} mbar eine Sublimation ohne Zersetzung. Diese Beobachtung kann als Hinweis auf eine bereitwillige Dissoziation in Monomere des Typs [$^5\text{CpFeBr}$] gedeutet werden.

^1H -NMR-Spektrum von **33**

Das paramagnetische Protonenspektrum von Verbindung **33** zeigt nicht die erwarteten drei Signale, sondern ist komplexer. Auch mehrmals sublimierte Proben zeigen die untenstehenden Befunde, sodass eine Verunreinigung als Ursache für die Vielzahl der

Signale ausgeschlossen werden kann. Vielmehr kommt man zu dem Schluss, dass es sich um Isomere handeln muss, die in Lösung in einem dynamischen Gleichgewicht stehen.

Betrachtet man das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum genauer, lässt sich aus der Anzahl und der Verschiebung der Signale erkennen, dass es sich um zwei Spezies handeln muss. Dabei ist eine, die den größten Teil der Integralfläche ausmacht, der dimere donorfreie Halbsandwichkomplex **33**. Dieser steht im Gleichgewicht mit einem Monomeren, bei dem eine Isopropylgruppe des Penta-isopropylcyclopentadienids über eines ihrer Methylprotonen einen Metallafünfring mit dem Eisen bildet.

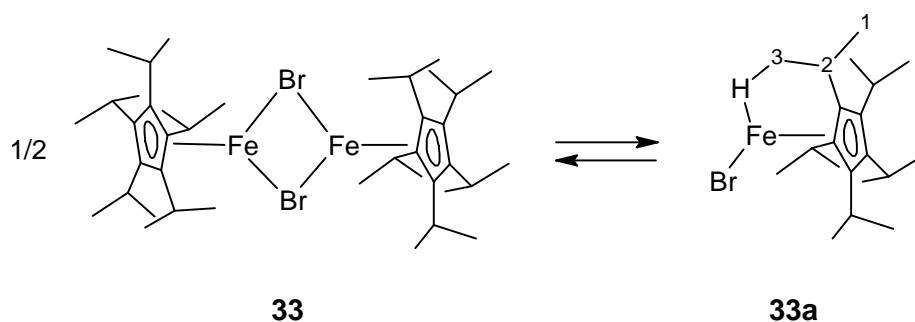


Abbildung 38: Gleichgewicht in einer Lösung von **33**.

Das Verhältnis von Dimeren zum Monomer beträgt 1.5 zu 1, wobei sich dem Dimeren die nachstehenden Signale zuordnen lassen.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
-117.3	15 H	970	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
11.3	5 H	420	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
95.7	15 H	980	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 8: $^1\text{H-NMR}$ -Daten von **33** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Man findet bei -117.3 ppm und 95.7 ppm die Signale der metallnahen und metallfernen Methylprotonen, sowie bei 11.3 ppm die Methinprotonen der Isopropylgruppen.

Die Signale des Monomeren sind aufgrund der niedrigeren Symmetrie zahlreicher.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
-82.1	12 H	500	${}^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
25.9	4 H	240	${}^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
28.5	3 H	210	3 H an C^1
35.4	2 H	210	2 H an C^3
77.1	1 H	160	Methin-H an C^2
79.8	12 H	280	${}^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 9: ${}^1\text{H-NMR}$ -Daten von **33a** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Die C^1 -Methylgruppe der an der Koordination beteiligten Isopropylgruppe findet sich bei einer Verschiebung 28.5 ppm, das Methinproton von C^2 hat eine Verschiebung von 77.1 ppm und die Methylgruppe C^3 in der Nähe des Eisens tritt bei 35.4 ppm in Resonanz. Bei -82.1 ppm und 79.8 ppm findet man die Signale der metallnahen und metallfernen Methylprotonen, sowie bei 25.9 ppm die Methinprotonen der vier Isopropylgruppen, die nicht an der Bildung des Metallacyclus beteiligt sind. Das Proton, das direkt an das Eisen koordiniert, findet man im Spektrum, wahrscheinlich wegen der großen Halbwertsbreite im Vergleich zur geringen Signalhöhe nicht.

Trotz intensiver Bemühungen war es nicht möglich, Kristalle zu erhalten, die eine röntgenkristallographische Untersuchung zuließen.

3.1.6.1 Vergleich der beiden Halbsandwichverbindungen **32** und **33**

Die Vor- und Nachteile der beiden Eisenhalbsandwichkomplexe **32** und **33** des sperrigen Penta-isopropylcyclopentadienids sollen an dieser Stelle noch einmal verglichen werden. Der donorfreie Komplex **33** ist nach der Umsetzung einfacher aufzuarbeiten, da die Reaktion direkt in Pentan durchgeführt wird und lediglich suspendiertes Lithiumbromid durch Zentrifugation entfernt werden muss. Aufgrund seiner relativ guten Löslichkeit in Pentan ist eine Aufreinigung durch Kristallisation zwar möglich, aber nicht sonderlich praktikabel. Eine Sublimation ist auch möglich, bei größeren Mengen jedoch zeitraubend. Setzt man reine Reaktanden ein, so kann man auf eine Reinigung verzichten und die erhaltene Verbindung **33** direkt weiter einsetzen.

Der Halbsandwichkomplex **32** mit einem DME als Donor ist bei der Synthese ein wenig aufwändiger. Nach der Umsetzung der Reaktanden in THF erfolgt eine Extraktion mit

Pentan. Die mäßige Löslichkeit erfordert zwar größere Mengen an Pentan, begünstigt jedoch auch die Umkristallisation. Ein präparativer Vorteil ergibt sich daraus, dass auch früher hergestellten Li^5Cp -Chargen mit signifikanter Verunreinigung durch Li^4Cp problemlos eingesetzt werden können und reines $[\text{}^5\text{CpFeBr}(\text{DME})]$ ergeben.

In der Reaktivität unterscheiden sich die beiden Komplexe auch signifikant, wie noch gezeigt werden wird. Während der donorfrem Komplex erwartungsgemäß reaktiver ist, ist das DME-Addukt reaktionsträger, was in manchen Fällen von Vorteil sein kann. Bei manchen Umsetzungen stört jedoch das DME in der Reaktionsmischung, was zu erheblichen Ausbeuteverlusten führen kann. Je nach Anforderung durch die geplante Umsetzung kann man entscheiden, welchen Halbsandwichkomplex man verwendet, wodurch man bei der Syntheseplanung eine hohe Flexibilität gewinnt.

Die Überführung von einem in den anderen Halbsandwichkomplex ist prinzipiell möglich, jedoch nicht immer ohne Probleme. Der donorfrem Komplex lässt sich sehr einfach durch Zugabe von DME zu seiner Lösung in das entsprechende DME-Addukt umwandeln. Die Umsetzung erkennt man daran, dass sich die Farbe der Reaktionslösung nach Zugabe von DME binnen kurzer Zeit von intensiv rot nach blassgelb ändert. Der umgekehrte Schritt ist wesentlich schwieriger. Thermisch im Vakuum lässt sich das DME nicht entfernen, es tritt Zersetzung des Komplexes ein. Die einzige bis dato gefundene Möglichkeit besteht im Zusatz eines Akzeptors, der das DME stärker bindet als der Halbsandwichkomplex. Durch die Zugabe von Aluminiumbromid zu einer Lösung des DME-Addukts in Pentan tritt nach einiger Zeit eine Farbintensivierung von blass gelb nach intensiv rot ein. Nach mehreren Tagen des Rührens bei Raumtemperatur kann man aus der Reaktionsmischung in geringer Ausbeute donorfrem Halbsandwichkomplex isolieren und charakterisieren.

Dies zeigt, dass das Entfernen des DMEs mit Aluminiumbromid möglich, jedoch schwierig und wenig praktikabel ist. Da durch die Wahl des Lösungsmittels bei der Synthese das Reaktionsprodukt nach Wunsch hergestellt werden kann, ist dies bei entsprechender Planung auch nicht notwendig.

3.1.7 Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)

Die Synthese von **34** wurde sowohl mit dem donorfreien als auch mit dem DME-Addukt des Pentaisopropylcyclopentadienyleisen(II)bromids durchgeführt. Hierbei konnten sehr gut die Unterschiede in der Reaktivität der beiden Komplexe studiert werden.

3.1.7.1 Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) unter Verwendung von **32**

Vereinigt man eine Lösung von (2,6-Diisopropylphenyl)magnesiumbromid in THF mit einer THF-Lösung von **32** und erhitzt anschließend für wenige Stunden auf 75 °C, so ändert die klare Reaktionslösung der anfänglich farblosen Edukte die Farbe beim Erhitzen langsam nach orangerot und wird trüb.

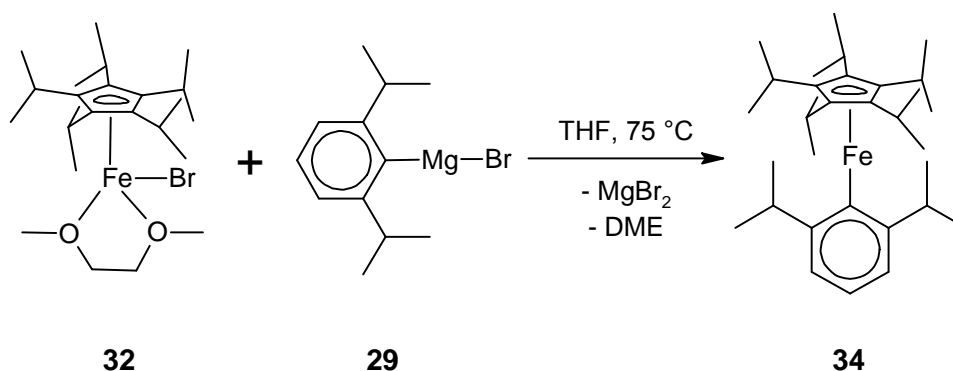
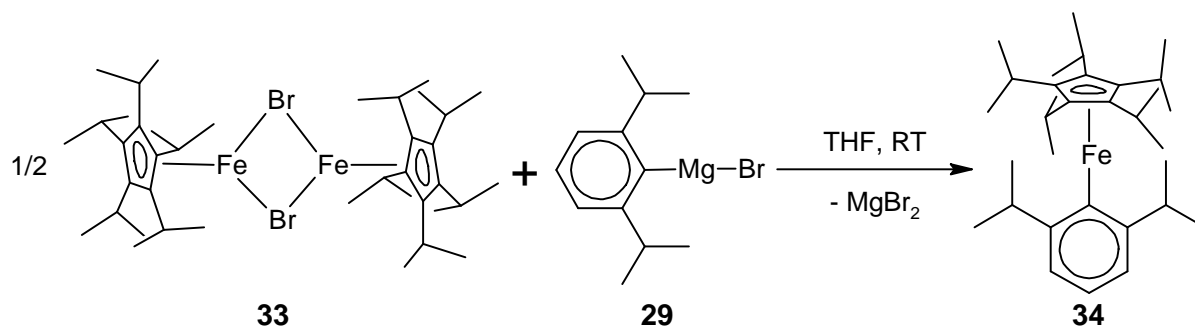


Abbildung 39: Synthese von **34** unter Verwendung von **32**.

Nach der Aufarbeitung durch Extraktion mit Pentan erhält man **34** in guter Ausbeute.

3.1.7.2 Synthese von σ -2,6-Diisopropylphenyl(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) unter Verwendung von **33**

Setzt man an Stelle des DME-Addukts der Halbsandwichverbindung die donorfreie Komponente ein, so reagiert diese unter milderen Bedingungen mit dem (2,6-Diisopropylphenyl)magnesiumbromid. Es wird erneut THF als Lösemittel verwendet, jedoch wird nur bei Raumtemperatur gerührt. Nach einer ähnlichen Zeitspanne wie in der vorherigen Reaktionsführung ist die Umsetzung komplett, wobei man dies optisch aufgrund der intensiven Färbung von **33** nur an einer leichten Aufhellung der Reaktionsmischung erkennt.

Abbildung 40: Synthese von **34** unter Verwendung von **33**.

Nach der Aufarbeitung durch Extraktion mit Pentan erhält man **34** in ebenfalls guter Ausbeute.

In beiden Fällen erhält man **34** als roten kristallinen Feststoff. An Luft ist er sehr instabil und verfärbt sich augenblicklich schwarz. Unter Argon ist er unbegrenzt haltbar. Als Lösung in allen gängigen Lösungsmitteln zeigt er im Gegensatz zum Tetrakispropylcyclopentadienyl-Derivat keinerlei Zersetzung. Auch thermisch ist er unerwartet stabil. Er sublimiert im evakuierten abgeschmolzenen Glasrohr bei ca. 10^{-2} mbar und 110 °C ohne Zersetzung und scheidet sich im kälteren Bereich als rotorangefarbene Quader ab. Erhöht man die Temperatur auf über 120 °C, tritt jedoch merkliche Zersetzung auf.

$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **34**

Die NMR-Signale des paramagnetischen Komplexes **34** erstrecken sich auf der δ -Skala über einen Spektralbereich von 310 ppm. Die Zuordnung der Signale erfolgt zum einen über die Integration, zum anderen über deren Halbwertsbreite. Bei der Berücksichtigung der Halbwertsbreite wird angenommen, dass Protonen, die näher am paramagnetischen Eisenzentrum sitzen, eine größere Halbwertsbreite aufweisen.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
-126.9	15 H	1707	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
-26.9	1 H	249	<i>para</i> -Phenyl-H
-12.9	5 H	1903	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
17.3	6 H	516	Aryl- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
16.2	6 H	516	Aryl- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
78.5	15 H	914	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
175.2	2 H	929	<i>meta</i> -Phenyl-H

Tabelle 10: $^1\text{H-NMR}$ -Daten von **34** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Den Isopropylgruppen des Penta-isopropylcyclopentadienids werden die Signale bei -126.9 ppm, -12.9 ppm und 78.5 ppm zugeordnet, wobei zwischen metallnahen und metallfernen Methylgruppen unterschieden wird. Berücksichtigt man das Integral, so treten die Methylgruppen bei -126.9 ppm und 78.5 ppm in Resonanz, das Signal bei -12.9 ppm kann den Methinprotonen zugeordnet werden. Wird auch die Halbwertsbreite für die Zuordnung herangezogen, so lassen sich die Methylgruppen weiter spezifizieren. Man kann dem Signal bei -126.9 ppm die Protonen der metallnahen Methylgruppen zuordnen, da sie näher am paramagnetischen Zentrum liegen und dadurch eine größere Halbwertsbreite aufweisen als die Protonen mit dem Signal bei 78.5 ppm, die weiter entfernt liegen und damit auf die metallfernen Methylgruppen hinweisen.

Die Isopropylgruppen des Phenylrestes zeigen drei Signale bei 17.3 ppm, 16.2 ppm und 175.2 ppm. Die sich in ihrer Verschiebung nur wenig unterscheidenden Signale werden den Methylprotonen zugeordnet, das bei 175.2 ppm den beiden Methinprotonen. Auch die Betrachtung der Halbwertsbreiten lässt eine solche Zuordnung plausibel erscheinen. Die Methinprotonen haben aufgrund ihrer Nähe zum Eisenzentrum eine größere Halbwertsbreite als die Methylprotonen. Die unterschiedlichen Verschiebungen der ansonsten äquivalenten Methylprotonen der orthoständigen Isopropylgruppen liegt in der axialen Chiralität des Penta-isopropylcyclopentadienids begründet. Dessen Isopropylgruppen können vom Metall aus gesehen zwei mögliche Stellungen einnehmen, bei denen die Methylgruppen entweder mit oder gegen den Uhrzeigersinn gerichtet sind. Aus diesem Grund sind die Methylgruppen des Arylrestes diastereotop und zeigen daher zwei Signale. Die metallnahen und metallfernen Methylgruppen sind jeweils untereinander symmetrieäquivalent und zeigen daher außer der Aufspaltung in die inneren und äußeren Positionen keine weitere Aufspaltung. Die Signale bei -33.3 ppm und -26.9 ppm konnten den drei Phenylprotonen in *para*- bzw. *meta*-Stellung zugeordnet werden. Da diese Protonen am weitesten vom Metallzentrum entfernt sind, zeigen sich hier auch die geringsten Halbwertsbreiten.

Röntgenstrukturanalyse von **34**

Durch Sublimation im evakuierten (10^{-2} mbar) und abgeschmolzenen Glasrohr konnten bei einer Temperatur von $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ innerhalb weniger Tage Kristalle erhalten werden, die sich für eine kristallographische Untersuchung eignen.

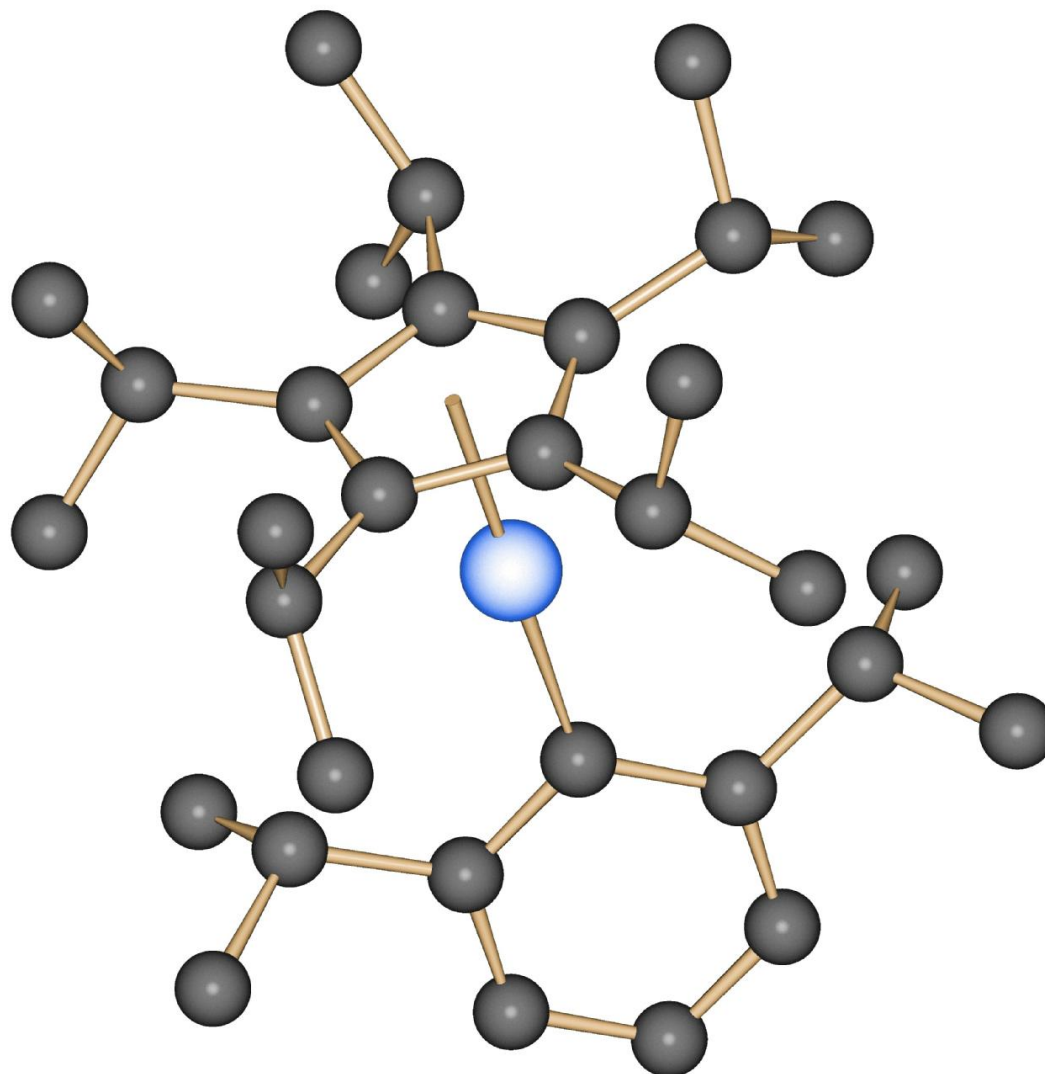


Abbildung 41: Schakalplot der Struktur von **34**.

Die Kristallstruktur von **34** zeigt eine große Ähnlichkeit mit der vom Tetraisopropylcyclopentadienyl-Derivat **30**. Der Abstand zwischen dem Zentroid des Cyclopentadienids und dem Eisen beträgt 1.93 \AA . Die Distanz zwischen den *ipso*-Kohlenstoffatom und dem Eisenzentrum beträgt 2.04 \AA . Damit sind beide Abstände fast identisch mit denjenigen, die bei Verbindung **30** gefunden wurden. Ein Unterschied findet sich jedoch beim Winkel zwischen Centroid des Cyclopentadiens, Eisen und dem *ipso*-Kohlenstoff. Er ist mit 177° noch etwas näher an der Linearität als beim

Tetraisopropylcyclopentadienyl-Derivat. Dies kann damit erklärt werden, dass beim Pentaisopropylcyclopentadienid keine Lücke am Fünfring vorhanden ist, zu der sich der Aryl-Ligand neigen könnte, um die gegenüberliegende Seite sterisch zu entlasten. Das Fehlen dieser Lücke wiederum kann erklären wieso dieser Komplex **34** so außerordentlich stabil ist, während das Tetraisopropylcyclopentadienyl-Derivat, dem nur eine Isopropylgruppe am Fünfring fehlt, sich schon bei Raumtemperatur merklich zersetzt.

Aufgrund zweier möglicher Stellungen der Isopropylgruppen tritt am Fünfring axiale Chiralität auf. In der Kristallstruktur lässt sich das dadurch erkennen, dass die Positionen der Methylgruppen in beiden Enantiomeren identisch sind, man jedoch für jedes Methin-Kohlenstoffatom zwei Positionen findet. Diese axiale Chiralität tritt bei allen Strukturen, die ein an ein Metallzentrum koordinierten Pentaisopropylcyclopentadienylrest enthalten, auf. Dabei liegt das Verhältnis beider Isomere bei 1:1. Das besondere im vorliegenden Fall ist, dass die beiden Enantiomere nicht im statistischen Verhältnis auftreten, sondern in einem Verhältnis von 1:9 zugunsten des Isomers, dessen Methylgruppen des ⁵Cps vom Eisenzentrum aus gesehen in Richtung des Uhrzeigersinns zeigen (Abbildung **41**). Die Ursache hierfür kann nicht zweifelsfrei geklärt werden und liegt noch im dunkeln.

Die axiale Chiralität hat auch Auswirkungen auf das ¹H-NMR-Spektrum. Die fünf metallnahen bzw. fünf metallfernen Methylgruppen des ⁵Cps befinden sich bedingt durch die freie Rotation in der gleichen chemischen Umgebung, sie sind homotop und zeigen deshalb keine Aufspaltung. Es wird lediglich zwischen metallnah und metallfern unterschieden. Anders sind die Verhältnisse bei den Methylgruppen des Arylrestes. Diese besitzen aufgrund der axialen Chiralität des ⁵Cps diastereotope Positionen und spalten in zwei Signale auf.

3.1.8 Vergleich der Stabilität von **30** und **34**

Bei einem Vergleich der beiden Komplexe **30** und **34**, die sich lediglich durch eine Isopropylgruppe am Cyclopentadienid unterscheiden, fällt auf, dass trotz des gleichen strukturellen Aufbaus die Stabilität stark variiert. So zerfällt **30** in Lösung nach etwa zwei Wochen vollständig, während **34** über lange Zeit keine Zersetzung zeigt. Auch thermisch zerfällt **30** sehr rasch (ab 50 °C), während eine Zersetzung von **34** erst bei über 120 °C einsetzt. Der mögliche Grund für diese Diskrepanz liegt darin, dass durch die unvollständige Substitution des Fünfrings bei Komplex **30** das Eisenzentrum weniger stark abgeschirmt ist

als in Komplex **34**, diese begünstigt sowohl einen intermolekularen wie auch intramolekularen Zerfall.

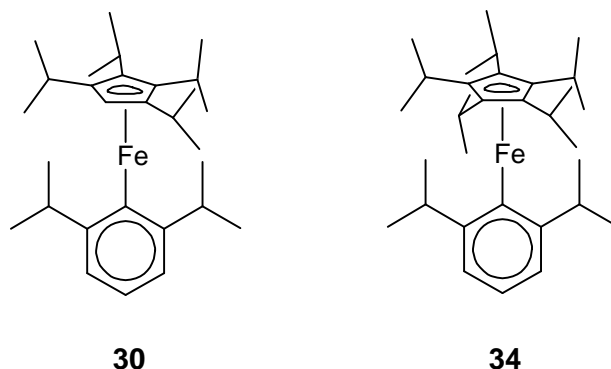


Abbildung **42**: Trotz der strukturellen Ähnlichkeit ist der Unterschied in der Stabilität groß.

Dieses Beispiel zeigt, dass sich der Mehraufwand bei der Synthese von Penta-isopropylcyclopentadien aus 1,2,3,4-Tetra-isopropylcyclopentadien in jedem Fall lohnt, da sich die Stabilität der Komplexe mit einer weiteren Isopropylgruppe drastisch erhöht.

3.1.9 **34** als molekularer Magnet

Die magnetischen Eigenschaften von Verbindung **34** wurden von Frau Dr. Lan^[46] in der AG von Frau Prof. Powell am KIT (Karlsruher Institut für Technologie) untersucht.

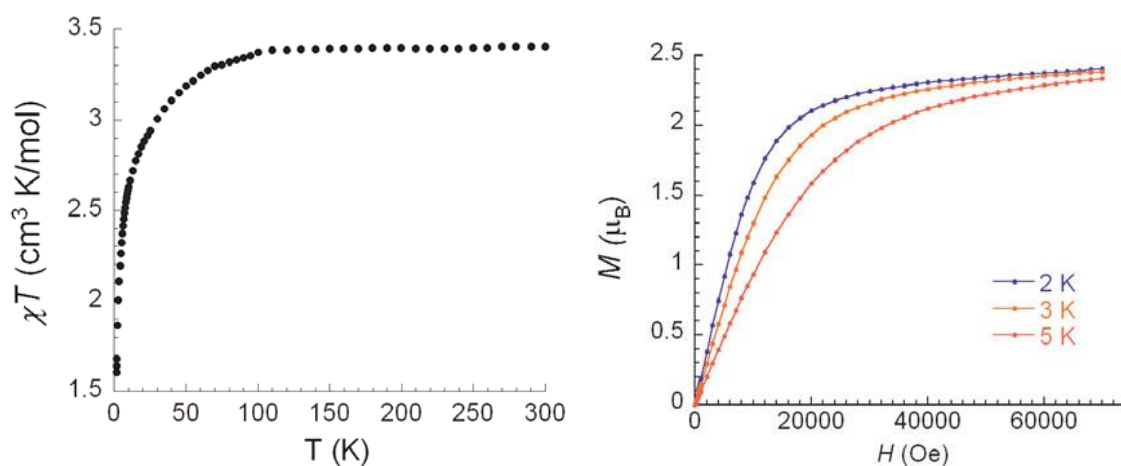


Abbildung **43**: Temperaturabhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität (links) und Abhängigkeit des Feldes von der Magnetisierung (rechts).

Dabei zeigt sich ein Abfall der magnetischen Suszeptibilität von $3.41 \text{ cm}^3 \text{mol}^{-1} \text{K}$ bei Raumtemperatur auf $1.60 \text{ cm}^3 \text{mol}^{-1} \text{K}$ bei 1.8 K, wobei der Wert bei Raumtemperatur den

Erwartungen an einen high-spin Eisen(II)-Komplex mit einem g-Wert von 2.13 entspricht. Bei 2 K und 7 T erreicht die Magnetisierung einen Wert von $2.4 \mu_B$, wobei keine komplette Sättigung erreicht wird. Diese Daten zeigen das Vorliegen einer magnetischen Anisotropie (Abbildung 43). Die Relaxationsbarriere ergibt sich nach der Gleichung $U = S^2|D|$ aus dem Spin des Grundzustandes (S) und der uniaxialen magnetischen Anisotropie (D), mit $S = 2$ und $D = -51.36 \text{ cm}^{-1}$ zu $U = 205 \text{ cm}^{-1}$. Dieser signifikante Wert für die Barriere der Spinumkehr sollte es möglich machen, langsame magnetische Relaxation zu beobachten^[46].

Um die Dynamik der Magnetisierung näher zu untersuchen, wurde die magnetische Suszeptibilität in einem magnetischen Wechselfeld bei verschiedenen Frequenzen und gleichzeitigem Anlegen eines schwachen statischen Magnetfeldes gemessen. Das statische Magnetfeld dient dazu, quantenmechanisches Tunneln zu unterdrücken und hatte in den Untersuchungen eine Feldstärke von 750 Oe, bzw. 2500 Oe. Die Ergebnisse zeigen, dass die gegenphasige Suszeptibilität sich stark vergrößert und eine ähnliche Intensität erreicht wie die gleichphasige Komponente (Abbildung 44). Hinzu kommt, dass sowohl die gleichphasigen als auch die gegenphasigen Komponenten stark vom Feld abhängig sind, was dem typischen Verhalten von molekularen Magneten entspricht^[21].

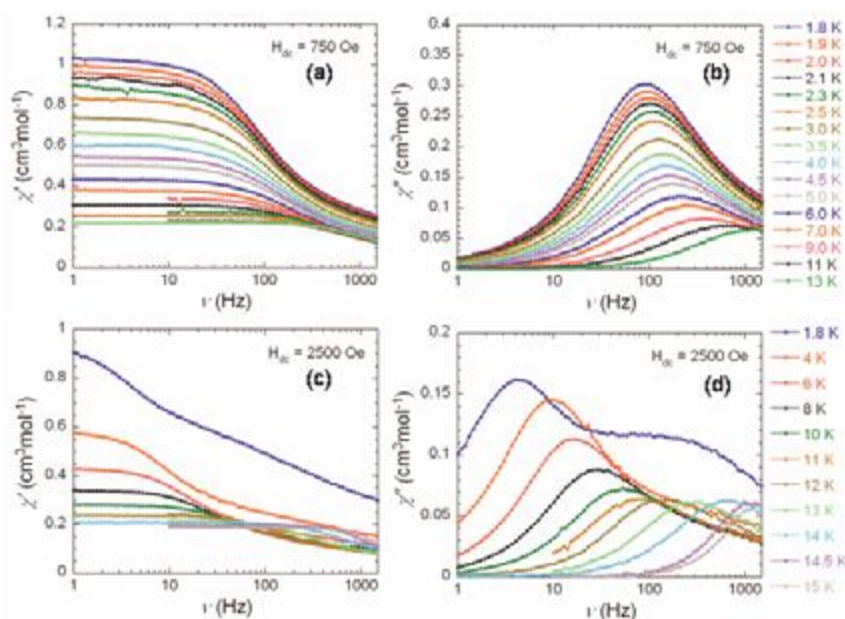


Abbildung 44: Frequenzabhängigkeit der gleichphasigen (a und c) und gegenphasigen (b und d) Komponenten der magnetischen Suszeptibilität im Wechselfeld bei einem statischen Feld von 750 und 2500 Oe.

Trägt man die aus der Frequenzabhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität ermittelten Relaxationszeiten τ gegen die reziproke Temperatur auf, erhält man das Diagramm in Abbildung 45.

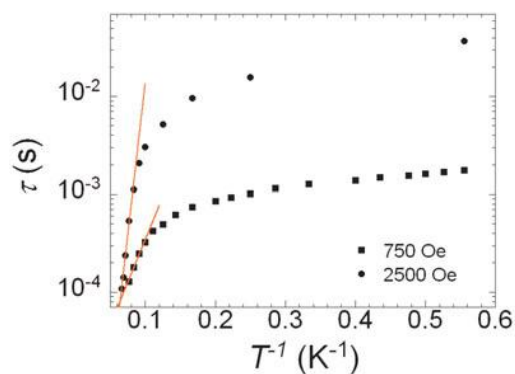


Abbildung **45**: Auftragung der Relaxationszeit τ gegen die reziproke Temperatur bei 750 Oe und 2500 Oe. Das Arrheniusgesetz (rote Linien) fittet die erhaltenen Werte im Bereich von 10 bis 13 K (750 Oe) und 12 bis 15 K (2500 Oe).

Für 750 Oe folgt der lineare Bereich in der Auftragung (Abbildung **45**) von 10 bis 13 K dem Arrheniusgesetz $\tau = \tau_0 \exp(U_{\text{eff}}/k_B T)$. Aus der Steigung lässt sich eine effektive Relaxationsbarriere von $U_{\text{eff}} = 40.3$ K ermitteln, wobei sich für die Relaxationszeit τ_0 ein Wert von 6.0×10^{-6} s ergibt. In einem Temperaturbereich von 12 bis 15 K zeigt die Auftragung mit einem statischen Magnetfeld von 2500 Oe Linearität. Aus dem Arrheniusgesetz folgt hierfür eine effektive Relaxationsbarriere von $U_{\text{eff}} = 143.4$ K und eine Relaxationszeit τ_0 von 7.8×10^{-9} s ^[46]. Bei Temperaturen unter 5 K steigt die Relaxationszeit auf mehr als 10^{-3} s bei 750 Oe und 10^{-2} s bei 2500 Oe.

3.1.10 Reaktivität von σ -2,6-Diisopropylarylato(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)

Wie schon Wallasch für [Mesityl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen] und [Mesityl(tri(*tert*-butyl)cyclopentadienyl)-eisen] gezeigt hat, addieren sich σ -Aryl-Cyclopentadienyl-Komplexe des Eisens leicht an koordinativ ungesättigte Metallzentren. Dabei lagert der vormals σ -gebundene Phenylrest um und geht eine π -Koordination zum Eisen ein. Eine σ -Bindung wird zum koordinativ ungesättigten Metallzentrum ausgebildet^[4].

3.1.10.1 mit Trimethylaluminium

Eine Lösung von **34** in Pentan wird mit einem Äquivalent Trimethylaluminium bei Raumtemperatur umgesetzt. Die anfangs klare orangerote Lösung färbt sich bei Zugabe des AlMe_3 violett und trübt sich. Lässt man die Reaktionslösung einen Tag ohne Rühren stehen, scheiden sich am Glasrand violette Kristalle von **35** ab, wobei sich die Lösung komplett entfärbt.

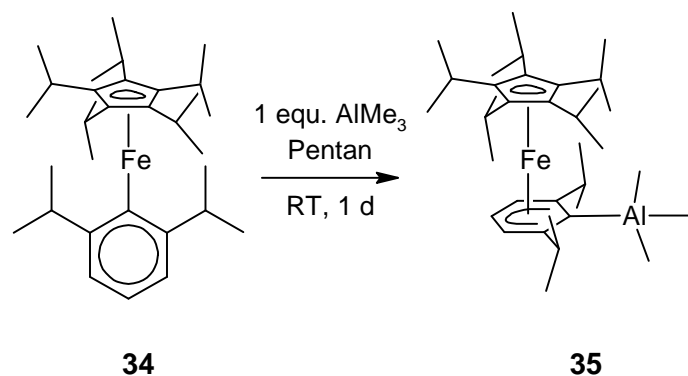
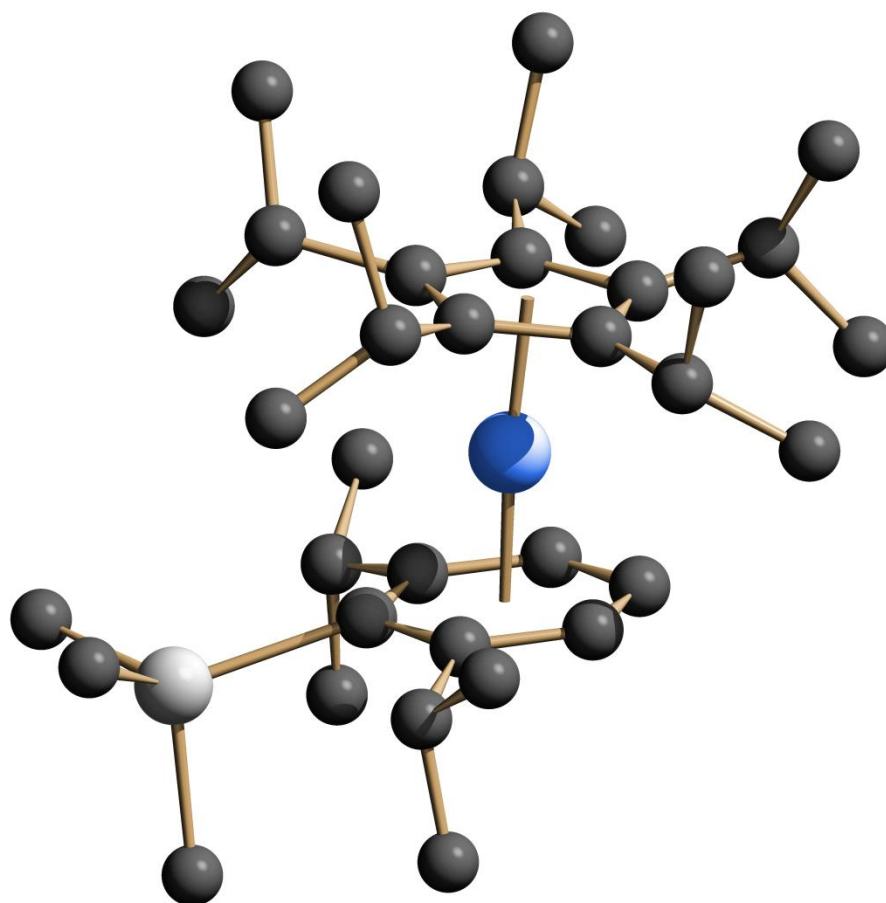


Abbildung 46: Reaktion von AlMe_3 mit **34**.

Der kristalline Feststoff **35** ist in den gängigen unpolaren Lösungsmitteln so gut wie nicht löslich. In Donorlösungsmitteln und halogenhaltigen Lösungsmitteln löst er sich besser, jedoch tritt hier binnen kurzer Zeit Zersetzung auf. An der Luft ist er genau so wenig stabil wie beim Erhitzen auf Temperaturen über $60\text{ }^\circ\text{C}$.

Röntgenstrukturanalyse von **35**

Durch Versetzen einer verdünnten Lösung von **34** in Pentan mit einem Tropfen AlMe_3 wurden beim Stehen an einem ruhigen Ort nach zwei Tagen Kristalle erhalten, die für eine Kristallstrukturanalyse geeignet waren.



SCHAKAL

Abbildung 47: Schakalplot der Struktur von **35**

Das Ergebnis der Kristallstrukturanalyse zeigt, dass sich der 2,6-Diisopropylphenylligand durch die Reaktion mit AlMe_3 umgelagert hat. Das *ipso*-Kohlenstoffatom des Phenylrestes, das in Verbindung **34** noch an das Fe-Zentralatom koordiniert war, bindet nun an das Aluminium. Das Eisen ist jetzt mit einer π -Koordination an den Sechsring gebunden. Zusammen mit dem Fünfring des Pentaisopropylcyclopentadienids ist das Eisen in diesem Komplex von einer ähnlichen Ligandenstruktur umgeben, wie das beim Ferrocen der Fall ist. Daraus resultieren entsprechende Bindungsverhältnisse, sodass wir hier einen d^6 *low-spin* Komplex vorliegen haben. Die Umlagerung bewirkt also eine Änderung des Spinzustandes am Eisen, aus einem paramagnetischen 14 VE-Komplex wird ein diamagnetischer 18 VE-Komplex. Die Valenzelektronen (VE) können folgendermaßen gezählt werden: 6 VE liefert das Eisen, 6 VE der Cyclopentadienylrest und 6 VE der η^6 gebundene Phenylligand. Aufgrund der Änderung des Spinzustandes verkleinert sich auch der Abstand zwischen dem Zentroids des Cyclopentadienids und dem Eisen auf 1.72 Å, das sind ungefähr 0.2 Å weniger als im Komplex **34**. Die Ringebene des Phenylliganden hat

einen Abstand von 1.65 Å zum Eisen, dieser ist aufgrund der geringeren Substitution etwas näher am Eisenzentrum als der Fünfring. Der von den beiden Ebenen der Ringsysteme und dem Eisen aufgespannte Winkel ist mit 175.5° annähernd linear und lediglich leicht auf die Seite der nicht substituierten *para*-Position des Phenylrestes geneigt.

Der Abstand zwischen dem *ipso*-Kohlenstoffatom des Sechsrings und dem Aluminiumatom beträgt 2.14 Å. Wie bei Verbindung **41** sitzt das Eisenatom nicht exakt zentrisch auf dem Sechsring. Wohl aus sterischen und elektronischen Gründen ist es dem *para*-Kohlenstoffatom 0.22 Å näher als dem gegenüberliegenden *ipso*-Kohlenstoff.

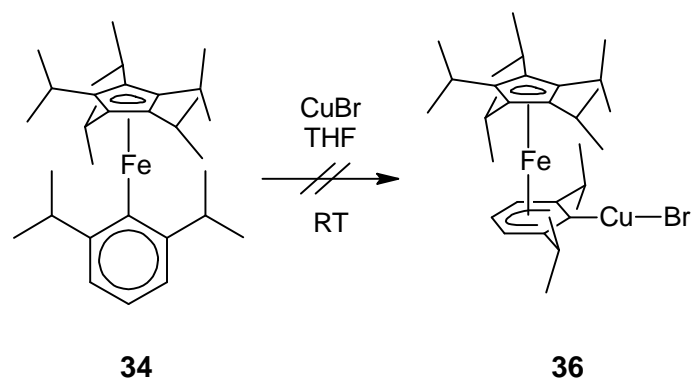
Die Kohlenstoffatome der Methylgruppen sind vom Aluminium zwischen 2.00 Å und 2.02 Å entfernt. Der Kohlenstoff-Aluminium Abstand im dimeren Trimethylaluminium bei tiefer Temperatur beträgt zwischen 1.92 Å und 1.95 Å^[47], was einen Unterschied von maximal 0.1 Å ausmacht. Diese Differenz kann man dadurch erklären, dass durch einen Phenylsubstituent am Aluminium mehr negative Ladung auf das Aluminium übertragen wird als durch eine Methylgruppe. Diese Erhöhung der negativen Ladung geht mit einer Vergrößerung des Abstandes zwischen Methylgruppen und Aluminium einher.

NMR-Spektren

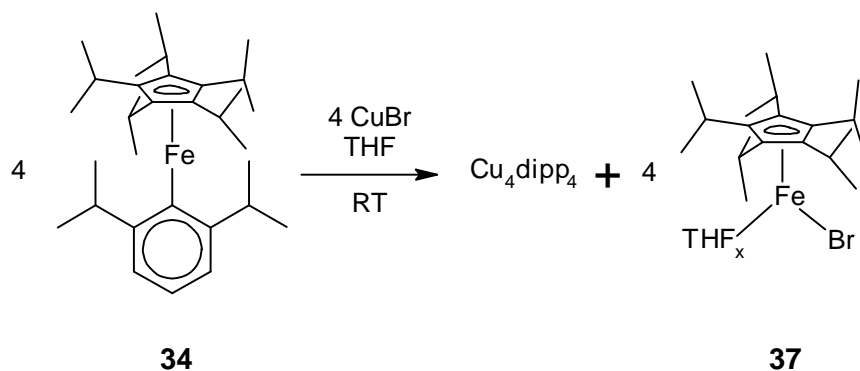
Aufgrund der schlechten Löslichkeit in aliphatischen und aromatischen Lösungsmitteln, sowie der Instabilität in etherischen und halogenierten Lösungsmitteln war es nicht möglich, ein ¹H-NMR Spektrum aufzunehmen.

3.1.10.2 mit Kupfer(I)bromid

Versetzt man den Komplex **34** in einer THF-Lösung mit Kupfer(I)bromid, so beobachtet man entgegen der unter **3.1.4.1** beschriebenden Reaktion keine Farbintensivierung nach dunkelrot, sondern eine Aufhellung der Farbe bis hin zu fast farblos. Arbeitet man die Reaktionmischung nach Standardmethoden auf, so findet man kein einheitliches Reaktionsprodukt.

Abbildung 48: Erwartete Reaktion von **34** mit Kupfer(I)bromid.

Wie schon die Farbänderung während der Reaktion verrät, entsteht nicht der durch Umlagerung und Addition unter 3.1.4.1 beschriebene Komplex **36**. Vielmehr findet ein Austausch des Arylrestes gegen Bromid statt.

Abbildung 49: Reaktion von **34** mit Kupfer(I)bromid.

Der Phenylrest bildet dabei mit dem Kupfer ein von Boere^[48] beschriebenes Tetramer, das Cu_4dipp_4 . Dieses ist diamagnetisch und lässt sich mit Hilfe von ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektroskopie eindeutig identifizieren. Bei der Substitution des Phenylrestes durch Bromid entsteht in THF der diamagnetische Komplex **37**. Dieser ist aus den NMR-Spektren der Produktmischung nicht eindeutig zu identifizieren, jedoch lässt sich das THF leicht entfernen.

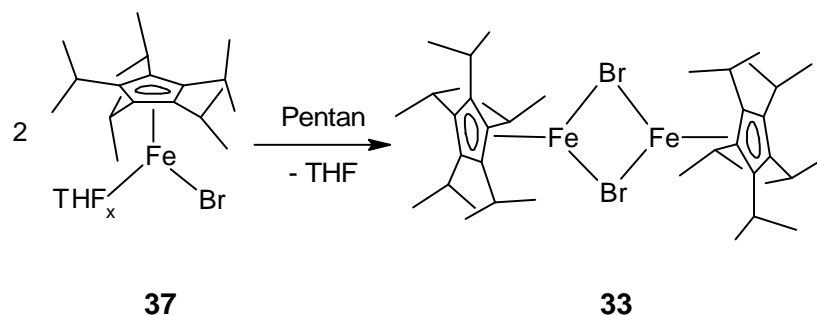


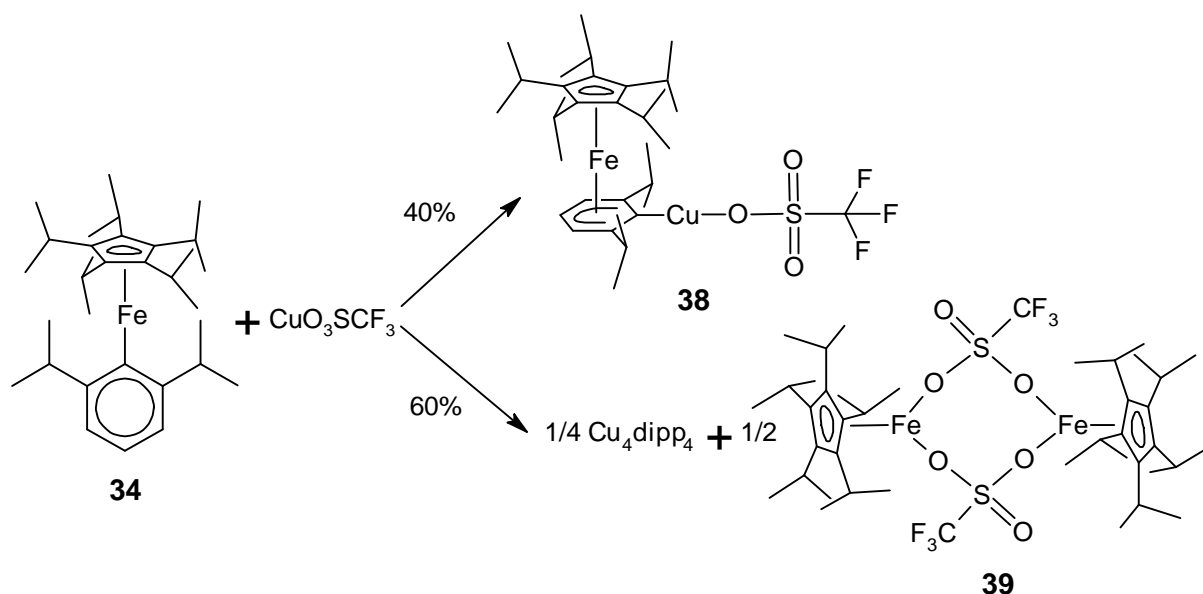
Abbildung 50: Weiterreaktion des Halbsandwichkomplexes **37** zum bekannten Produkt **33**.

Rührt man den Komplex **37** bei Raumtemperatur wenige Stunden mit einem Überschuss an Pentan, so erkennt man einen Farbumschlag von blassgelb nach dunkelrot. Entfernt man das Pentan zusammen mit den THF-Resten erhält man den Komplex **30** als dunkelroten kristallinen Feststoff. Dieser lässt sich durch Vergleich der paramagnetischen ¹H-NMR-Spektren eindeutig als Komplex **33** identifizieren, der auch unter **3.1.6** erhalten und charakterisiert wurde.

Das zeigt, dass Komplex **34** im vorliegendem Fall nicht wie erwartet unter Umlagerung und Addition reagiert, sondern unter Übertragung des 2,6-Diisopropylphenylrestes auf das Kupfer. Das zeigt, dass sich die beiden Komplexe **34** und **33** sehr ähnlich sind und sie sich leicht ineinander überführen lassen.

3.1.10.3 mit Kupfer(I)triflat

Im Gegensatz zu Kupfer(I)bromid ist das Kupfer(I)triflat eine Kupferverbindung, die in gängigen Lösemitteln wie Toluol oder THF recht gut löslich ist. Versetzt man eine Toluollösung von Komplex **34** mit der äquimolaren Menge einer Lösung von Kupfer(I)triflat, so erkennt man direkt nach der Vereinigung eine Intensivierung der Farbe.

Abbildung 51: Reaktion von **34** mit Kupfer(I)triflat.

Bei der Aufarbeitung nach Standardmethoden findet man keine einheitliche Produktbildung, sondern ein Gemisch verschiedener Produkte. Durch fraktionierende Kristallisation lassen sich aus der Reaktionsmischung die drei Hauptprodukte isolieren.

Entgegen der Reaktion von **34** mit Kupfer(I)bromid entsteht bei der Reaktion mit Kupfer(I)triflat das umgelagerte Additionsprodukt **38** mit einem Anteil von 40%. Mit einem Anteil von 60% läuft jedoch auch die Metathesereaktion ab, wie sie auch schon im vorherigen Abschnitt beschrieben wurde. Dabei entsteht das Tetramere Cu_4dipp_4 und die dimere Halbsandwichverbindung **39**.

^1H und ^{13}C -NMR-spektroskopische Daten von den Reaktionsprodukten

Die dimere Halbsandwichverbindung **39** ist paramagnetisch und zeigt aufgrund der Symmetrie ein einfaches Protonenspektrum.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
14.4	5 H	690	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
17.7	15 H	700	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
24.9	15 H	1100	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 11: ^1H -NMR-spektroskopische Daten von **39** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Die Methylprotonen des Pentaisopropylcyclopentadienids findet man bei 17.7 ppm und 24.9 ppm, wobei letzteres Signal aufgrund der größeren Halbwertsbreite den metallnahen zugeordnet werden kann. Die Methinprotonen treten bei 14.4 ppm in Resonanz.

Das umgelagerte Additionsprodukt ist diamagnetisch und zeigt die erwarteten Signale.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
0.97	d	6 H	6.7	Aryl CH(CH ₃) ₂
1.00	d	6 H	6.7	Aryl CH(CH ₃) ₂
1.20	d	15 H	7.0	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
1.25	d	15 H	7.0	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
2.81	br.	5H	-	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
3.51	sept.	2H	6.7	Aryl CH(CH ₃) ₂
5.26	d	2H	6.0	<i>meta</i> -Phenyl H
5.57	t	1H	6.0	<i>para</i> -Phenyl H

Tabelle 12: ¹H-NMR-spektroskopische Daten von **38** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Zwischen 0.95 ppm und 1.25 ppm finden sich insgesamt vier Dubletts, wobei zwei vom Arylrest und zwei vom Penta-isopropylcyclopentadienid stammen. Dementsprechend findet man auch zwei Signale für die Methinprotonen im Verhältnis zwei zu fünf. Komplettiert wird das Spektrum durch zwei Signale für die Protonen des Arylrings in *meta*- und *para*-Stellung.

Entsprechend den Signalen im ¹H-NMR-Spektrum findet man Resonanzen im ¹³C-NMR-Spektrum.

δ [ppm]	Zuordnung
20.2	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
22.8	Aryl CH(CH ₃) ₂
24.3	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
25.5	Aryl CH(CH ₃) ₂
29.6	⁵ Cp CH(CH ₃) ₂
34.6	Aryl CH(CH ₃) ₂
79.1	<i>meta</i> - C Aryl
80.2	Cp-Ring C
128.0	<i>para</i> - C Aryl
128.5	<i>ortho</i> - C Aryl

Tabelle 13: ¹³C-NMR-spektroskopische Daten von **38** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Zwischen 20 ppm und 35 ppm finden sich sechs Signale der Isopropylgruppen, wobei je drei auf den Phenylrest und drei auf das Penta-isopropylcyclopentadienid entfallen. Dabei unterscheidet man bei jedem Signalsatz metallnahe und metallferne Methyl-C-Atome, sowie die Methinkohlenstoffatome. Ein Signal bei 80.2 ppm kann den Kohlenstoffatomen des Fünfrings zugeordnet werden. Die restlichen Signale entfallen auf die Kohlenstoffatome des Sechsrings. Das Signal des *ipso*-Kohlenstoffatoms des Sechsrings ist wie üblich

intensitätsschwach und wird nicht gefunden. Ebenso findet man des Kohlenstoffatom des Triflats nicht, da es aufgrund der Kopplungen mit dem Fluor aufspaltet und bei der niedrigen Konzentration nicht zu erkennen ist.

Zur Vervollständigung der NMR-spektroskopischen Untersuchung wurde ein ^{19}F -NMR-Spektrum aufgenommen. Dabei findet man ein Singulett bei -76 ppm.

3.1.11 Reaktivität von Pentaisopropylcyclopentadienyleisen(II)- η^6 -2,6-Diisopropylphenyl-trimethylaluminat mit Aceton

Versetzt man das unter 3.1.10.1 erhaltene Produkt **35** mit Aceton in Gegenwart von Natrium- oder Kaliumbromid, so entsteht zunächst eine intensiv rote Lösung, die man bei Raumtemperatur für einige Tage rühren lässt.

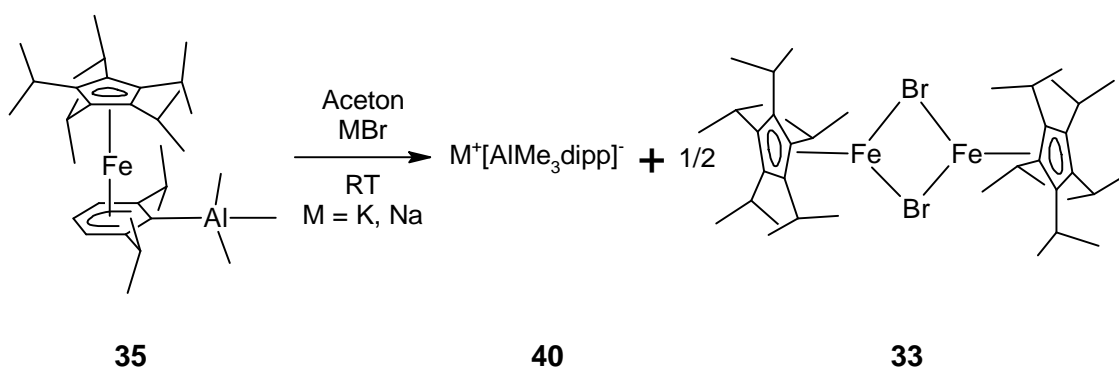


Abbildung 52: Reaktion von **35** in Aceton.

Entfernt man das Aceton im Vakuum, so kann man durch fraktionierende Kristallisation in Pentan zwei Produkte isolieren. Zum einen ist das der bereits beschriebene Halbsandwichkomplex **33**, der durch den Vergleich der ^1H -NMR-Spektren identifiziert wird, zum anderen findet sich als schwer lösliche Komponente ein Salz aus Alkalimetall und Aryltrimethylaluminat.

Die Charakterisierung der schwerlöslichen Komponente **40** erfolgt zum einen durch einen nasschemischen Nachweis von Aluminium durch quantitative Fällung als Aluminiumoxid, zum anderen durch quantitativen Nachweis des nach der Hydrolyse entstandenen 1,3-Diisopropylbenzols.

Diese Reaktivität und die schlechte Löslichkeit zeigen, dass man Verbindung **35** als ionisch betrachten kann, mit einem $^5\text{CpFe}$ -Kation und einem Aluminat-Anion. Dieses kann unter bestimmten Bedingungen gegen andere Anionen ausgetauscht werden.

3.2 Eisenhalbsandwichverbindungen mit Phenolen und Thiophenolen

3.2.1 Synthese von [2,6-Diisopropylloxocyclohexadienyl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)]

Versetzt man Bis[μ -Bromo(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] in THF mit der äquimolaren Menge an Natrium-2,6-diisopropylphenolat, so tritt augenblicklich eine Farbveränderung auf. Die anfangs moosgrüne Lösung ändert die Farbe nach kurzer Zeit in ein intensives Rot.

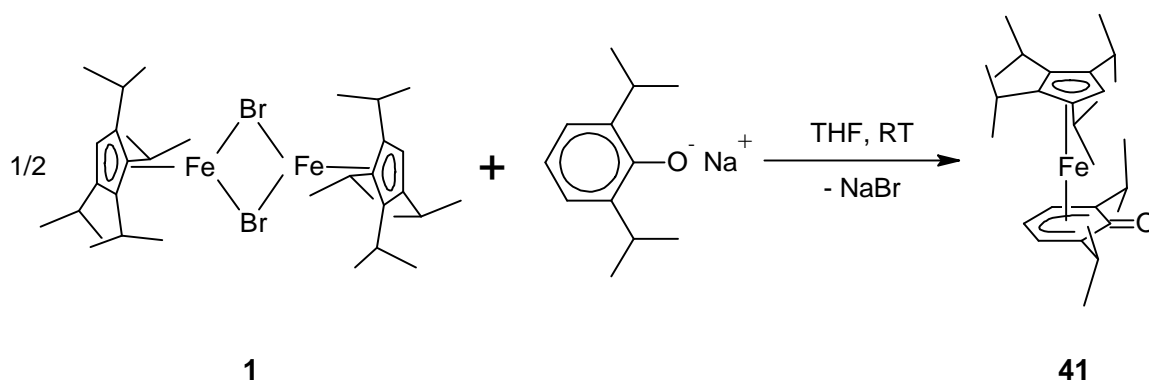


Abbildung 53: Synthese von **41**.

Nach kurzer Reaktionszeit ist der Umsatz vollständig und es kann unter atmosphärischen Bedingungen aufgearbeitet werden. Dazu wird zunächst das THF entfernt, da es die spätere Phasenseparation behindert. Der Komplex **41** lässt sich nun durch die Zugabe von verdünnter Salzsäure am Sauerstoff protonieren, wodurch er wasserlöslich wird und sich mit blassgelber Farbe in der Salzsäure löst.

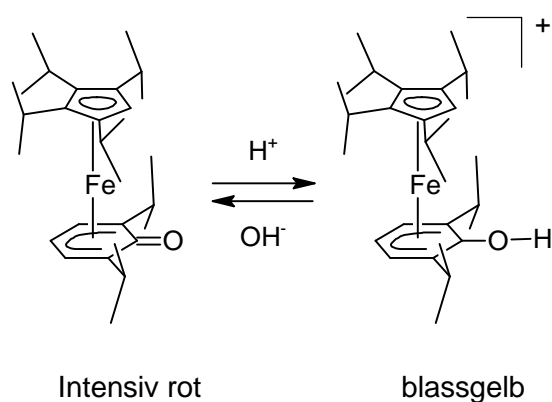


Abbildung 54: Verhalten von Komplex **41** bei verschiedenen pH-Werten.

Durch mehrmaliges Ausschütteln mit Diethylether entfernt man alle hydrophoben Nebenprodukte der Reaktion. Anschließend wird mit Base ein neutraler pH-Wert eingestellt, dabei wird der Komplex **41** wieder deprotoniert. Er ändert seine Farbe wieder nach rot und setzt sich auf der wässrigen Phase zunächst als Öl ab, diese beginnt jedoch nach wenigen Stunden zu kristallisieren. Durch diesen Prozess ist es möglich, **41** als reinen dunkelroten kristallinen Feststoff zu gewinnen.

Der erhaltene Komplex **41** ist sowohl an Luft als auch in verdünnten Säuren lange Zeit stabil, lediglich in konzentrierten starken Säuren und Laugen tritt Zersetzung auf. Die Löslichkeit ist in polaren Lösungsmitteln gut, nimmt aber zu unpolaren hin sehr stark ab. Die thermische Stabilität ist recht hoch, bis 100 °C ist ein Erhitzen möglich, oberhalb dieser Temperatur tritt Zersetzung auf. Eine Tendenz zur Sublimation ist nicht zu erkennen.

¹H und ¹³C-NMR-spektroskopische Daten von **41**

Die Daten der ¹H-NMR-spektroskopischen Untersuchungen liefern die erwarteten Werte.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
0.94	d	6 H	7.3	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
1.06	d	6 H	7.7	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
1.26	d	6 H	7.3	Aryl CH(CH ₃) ₂
1.33	d	6 H	7.3	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
1.36	d	6 H	7.7	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
1.51	d	6 H	7.3	Aryl CH(CH ₃) ₂
2.61	sept.	2 H	7.7	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
2.83	sept.	2 H	7.3	⁴ Cp CH(CH ₃) ₂
3.60	sept.	2 H	7.3	Aryl CH(CH ₃) ₂
3.93	s	1 H	-	Cp Ring H
4.82	t	1 H	7.5	<i>para</i> -H
5.15	d	2 H	6.6	<i>meta</i> -H

Tabelle 14: ¹H-NMR-Daten von Komplex **41** (600 MHz, 298 K, C₆D₅CD₃).

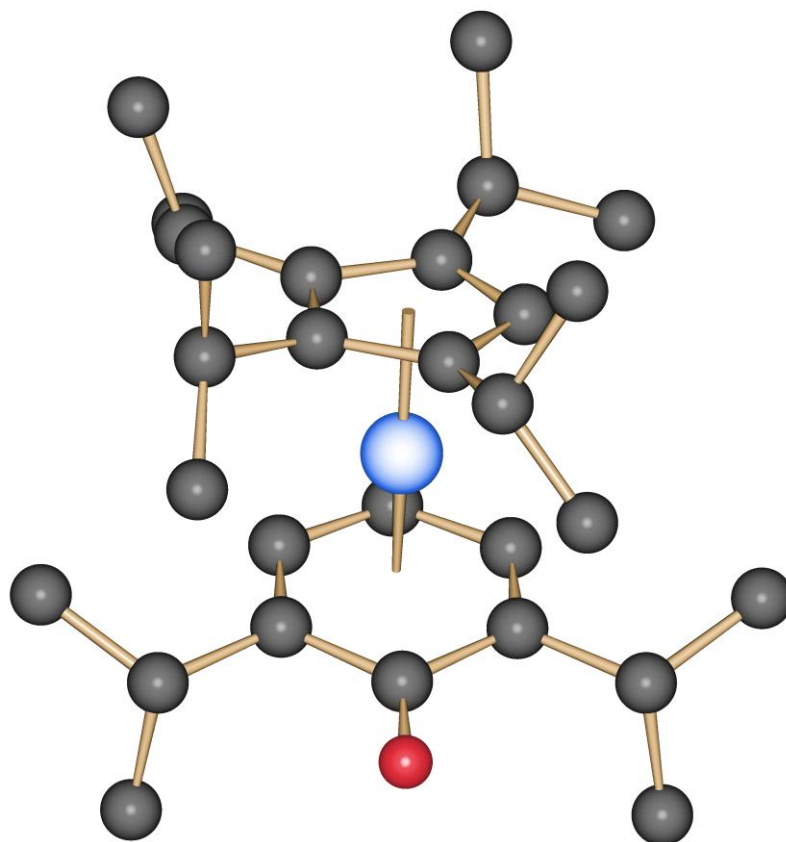
Im Bereich von 0.9 ppm bis 1.6 ppm treten sechs Dubletts auf, die den Signalen der Methylprotonen zugeordnet werden können. Zusammen mit drei Septetts von Methinprotonen bilden sie den Signalsatz der sechs Isopropylgruppen in Komplex **38**. Bei 3.93 ppm tritt das Proton des Fünfrings in Resonanz. Es findet sich bei einer Verschiebung von 4.82 ppm das Proton in *para*-Position des Sechsrings und bei 5.15 ppm die beiden Protonen in *meta*-Stellung.

Das ^{13}C -NMR-Spektrum entspricht den Erwartungen.

δ [ppm]	Multiplicität ($^1J_{\text{C,H}}$)	Kopplungskonst. $^1J_{\text{C,H}}$ [Hz]	Zuordnung
21.8	q	131	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
22.4	d	138	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
23.0	q	135	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
23.3	d	129	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
24.0	q	134	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
25.6	q	132	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
26.1	q	135	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
26.5	q	133	^4Cp $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
28.1	d	135	Phenyl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
62.0	d	170	Cp-Ring CH
68.0	d	170	<i>para</i> -Phenyl CH
81.9	d	161	<i>meta</i> -Phenyl CH
92.9	s	-	Cp-Ring CCH ($\text{CH}_3)_2$
95.5	s	-	Cp-Ring CCH ($\text{CH}_3)_2$
100.3	s	-	<i>ortho</i> -Phenyl C
150.4	s	-	C=O

Tabelle 15: ^{13}C -NMR-Daten von Komplex **41** (600 MHz, 298 K, $\text{C}_6\text{D}_5\text{CD}_3$).

Zwischen 21.8 ppm und 28.1 ppm findet man neun Signale, die den sechs Isopropylgruppen im Komplex zugeordnet werden können. Bei 62.0 ppm, 92.9 ppm und 95.5 ppm treten die Kohlenstoffatome des Fünfrings in Resonanz. Die restlichen vier Signale entfallen auf die Kohlenstoffatome des Sechsrings. Die höchste Verschiebung erfährt der Kohlenstoff, der den Sauerstoff trägt, jedoch ist dieser nicht soweit verschoben, wie man es von einer Carbonylfunktion erwarten würde.

Röntgenstrukturanalyse von **41**

SCHAKAL

Abbildung 55: Schakalplot der Struktur von **41**

Das Ergebnis der Röntgenstrukturanalyse zeigt das ^4Cp -Eisenfragment mit dem für die *low-spin*-Konfiguration des zweiwertigen Eisens typischen Abstand zum Centroid von 1.69 Å. Der Abstand zur Ringebene des π -gebundenen Phenylrestes ist dabei mit 1.62 Å nur unwesentlich kürzer. Das Eisenatom sitzt nicht mittig über dem Sechsring, sondern 0.34 Å weiter vom Carbonylkohlenstoff entfernt als vom *para*-Kohlenstoffatom. Man kann nicht genau sagen, ob dies sterische oder elektronische Ursachen hat, wahrscheinlich spielt beides eine Rolle. Die Länge der C-O-Bindung entspricht mit 1.26 Å nicht ganz der typischen Länge einer Doppelbindung, die in der Literatur^[1] mit 1.19 Å angegeben ist. Der Winkel zwischen beiden Centroiden und dem Eisenatom ist mit 167° nur leicht geneigt, was sterischer Ursache ist.

Wallasch^[4] beschreibt in seiner Dissertation von 2002 die Synthese eines strukturell ähnlichen Komplexes. Der Unterschied zu **41** besteht lediglich darin, dass er *tert*-Butylgruppen in 2,6-Position des Phenolats verwendet. Dieser nur relativ kleine Unterschied im Substitutionsmuster hat deutliche Auswirkungen auf die Stabilität. Während Komplex **41** wie

beschrieben unerwartet stabil ist, zersetzt sich der analoge Komplex **42** von Wallasch als Feststoff nach längerer Lagerung an Luft. Lösungen von **42** in Toluol oder Diethylether zersetzen sich rasch, wenn sie der Luft ausgesetzt sind.

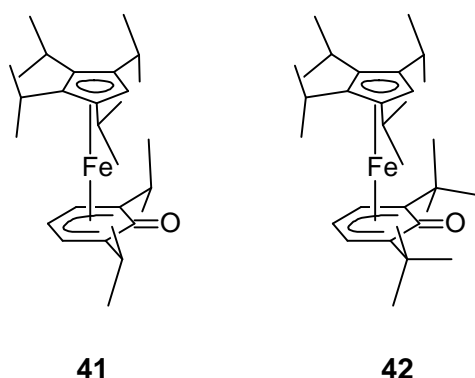


Abbildung 56: Der kleine Unterschied im Substitutionsmuster bewirkt deutliche Unterschiede in der Stabilität.

Beim Vergleich der beiden Strukturen von **41** und **42** fällt auf, dass sich die Abstände und Winkel nur wenig unterscheiden. Bei den Abständen sind maximale Abweichungen von 0.02 Å zu finden (Abstand Fe-Phenolatebene: 1.62 Å bei **41**, 1.64 Å bei **42**). Beim am Eisen aufgespannten Winkel zwischen den beiden Ringebenen ist eine Abweichung von 3° zu beobachten (167° bei **41**, 170° bei **42**). Diese geringen Unterschiede reichen jedoch aus, um die Reaktivität signifikant zu ändern.

Reaktivität der Carbonylgruppe

Die Bindung zwischen dem Sauerstoffatom und dem *ipso*-Kohlenstoffatom des Phenolats lässt sich formal als Doppelbindung beschreiben und kann somit als Carbonylgruppe betrachtet werden. Diese Funktion zeigt jedoch, wie schon die Bindungslänge und die Verschiebung im ^{13}C -NMR erwarten lassen, nicht die Reaktivität eines klassischen Ketons. So ist die Protonierung des Sauerstoffs wie gezeigt recht einfach zu realisieren, jedoch lässt sich das Kohlenstoffatom nicht leicht von einem Nucleophil angreifen.

Ketone bilden mit Hydrazin oder Hydrazinderivaten sehr leicht unter Abspaltung von Wasser Kondensationsprodukte^[49], die sogenannten Hydrazone. Diese Reaktion spielt in der präparativen Chemie eine große Rolle, aber auch in der Analytik von Ketonen kommt sie zum Einsatz. Der Versuch, den Komplex **41** mit Hydrazin oder Tosylhydrazin in Gegenwart einer Base zur Reaktion zu bringen, gelingt nicht. Es ist bei aller Anstrengung nicht gelungen, auch nur in geringen Umfang Produktbildung zu beobachten.

Die sechs π -Elektronen des Sechsrings und die zusätzliche negative Ladung übertragen so viel Elektronendichte auf den Kohlenstoff der Carbonylgruppe, dass der typische Angriff eines Nucleophils bei diesem Komplex **41** nicht auftritt.

3.2.2 Synthese von (2,6 Diisopropyl)thiophenyl-magnesiumbromid

Bei einem einfachen Zugang zu Thiophenolaten geht man von der entsprechenden Grignardverbindung aus und bringt diese mit einem Äquivalent Schwefel zur Reaktion^[50]. Dies gelingt auch sehr gut im vorliegenden Fall.

Zu einer THF-Lösung von 2,6 Diisopropylaryl-magnesiumbromid gibt man die äquimolare Menge Schwefel.

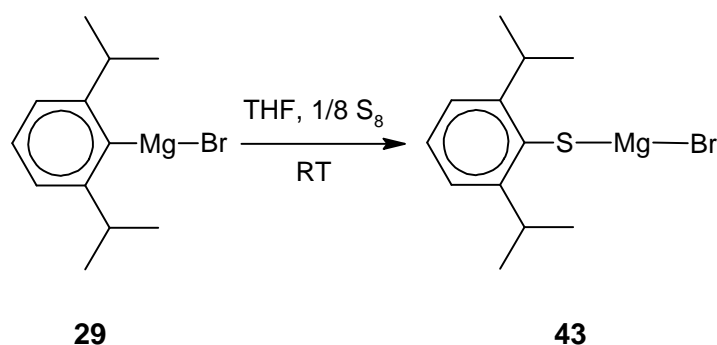
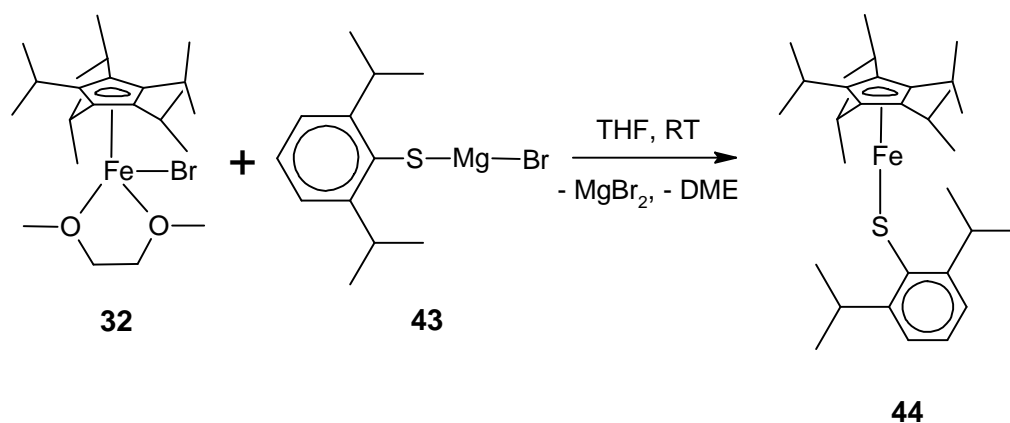


Abbildung 57: Reaktion des Grignards **29** mit Schwefel.

Der Schwefel löst sich innerhalb weniger Minuten auf, wobei eine klare blassgelbe Lösung zurückbleibt. Diese kann ohne weitere Aufreinigung für die Umsetzung eingesetzt werden. Eine Charakterisierung der isolierten Magnesiumverbindung **43** erfolgte mittels Elementaranalyse und Gaschromatographie.

3.2.3 Synthese von [2,6 Diisopropylthiophenolato(pentaisopropyl-cyclopentadienyl)-eisen(II)]

Gibt man zu einer THF-Lösung von Pentaisopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromid ein Äquivalent des unter **3.2.2** erhaltenen Magnesiumthiophenolats **43**, so färbt sich die Reaktionsmischung augenblicklich intensiv schwarz. Nach einiger Zeit hellt sich die Reaktionsmischung auf und erhält einen roten Farbton.

Abbildung 58: Synthese von **44**.

Die Aufarbeitung erfolgt nach Standardmethoden und man erhält nach Umkristallisation aus einem Gemisch von Diethylether und Acetonitril **44** als einen roten kristallinen Feststoff. Dieser ist unter Inertgasbedingungen lange Zeit stabil. Beim Erhitzen im Vakuum zersetzt er sich jedoch rasch bei Temperaturen über 60 °C.

^1H und ^{13}C -NMR-spektroskopische Daten von **44**

44 zeigt NMR-Spektren einer diamagnetischen Verbindung, die den Ergebnissen der später diskutierten RSA widersprechen. Dort liegt im Kristall ein paramagnetischer Komplex vor. Diese Befunde zeigen, dass der Komplex beim Auflösen in d_6 -Benzol den Thiolat-Liganden verliert und an dessen Stelle ein Benzolmolekül koordiniert. Aus diesem Ligandentausch resultiert ein diamagnetischer 18 VE Aromatenkomplex. Solche Komplexe sind schon lange bekannt und ähnliche Derivate wurden von Vollmer^[6] im Jahr 2003 beschrieben.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
1.15	d	15H	6.5	^5Cp CH(CH ₃) ₂
1.31	br.	15H	-	^5Cp CH(CH ₃) ₂
1.49	d	6H	7.1	Aryl CH(CH ₃) ₂
1.61	d	6H	7.1	Aryl CH(CH ₃) ₂
3.54	sept.	2H	7.1	Aryl CH(CH ₃) ₂
3.88	sept.	5H	6.5	^5Cp CH(CH ₃) ₂
7.11	d	2H	7.8	<i>meta</i> -Phenyl H
7.28	t	1H	7.8	<i>para</i> -Phenyl H

Tabelle 16: ^1H -NMR-Spektroskopische Daten von **44** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Das ^1H -NMR-Spektrum ist übersichtlich und zeigt die erwarteten Signale. Die Methylgruppen des Pentaisopropylcyclopentadienids zeigen zwei Signale für metallnahe und metallferne Methylgruppen bei einer Verschiebung von 1.15 ppm, bzw. 1.31 ppm. Letzteres lässt sich

den metallnahen Methylgruppen zuordnen. Die Breite des Signals rührt von der Nähe zum *d6*-Benzolmolekül, welches für geringfügige Veränderungen der Verschiebung der einzelnen Methylprotonen sorgt, da sich der Sechsring des Benzols und der Fünfring des Cyclopentadienids nicht auf eine Anordnung höherer Symmetrie bringen lassen. Die beiden Dubletts bei 1.49 ppm und 1.61 ppm lassen sich aufgrund des Integrals den Isopropylgruppen des Thiophenolats zuordnen. Komplettiert werden die Isopropylgruppen durch zwei Septetts. Bei 3.54 ppm treten die Methinprotonen des Thiophenolats in Resonanz, bei 3.88 ppm die des Penta-isopropylcyclopentadienids. Die restlichen Signale bei 7.11 ppm und 7.28 ppm lassen sich den *meta*-, bzw. *para*-Positionen der aromatischen Protonen des Thiophenolats zuordnen.

Die Erkenntnisse aus dem $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum decken sich mit denen, die im $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektrum gefunden werden.

δ [ppm]	Zuordnung
22.5	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
23.6	Aryl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
24.1	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
26.0	Aryl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
27.0	$^5\text{Cp CH}(\text{CH}_3)_2$
31.5	Aryl $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
70.0	C_6D_6 koord.
117.7	Cp-Ring C
123.9	<i>para</i> - C Aryl
130.4	<i>meta</i> - C Aryl
132.5	<i>ortho</i> - C Aryl
153.7	<i>ipso</i> - C Aryl

Tabelle 17: $^{13}\text{C-NMR}$ -spektroskopische Daten von **44** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

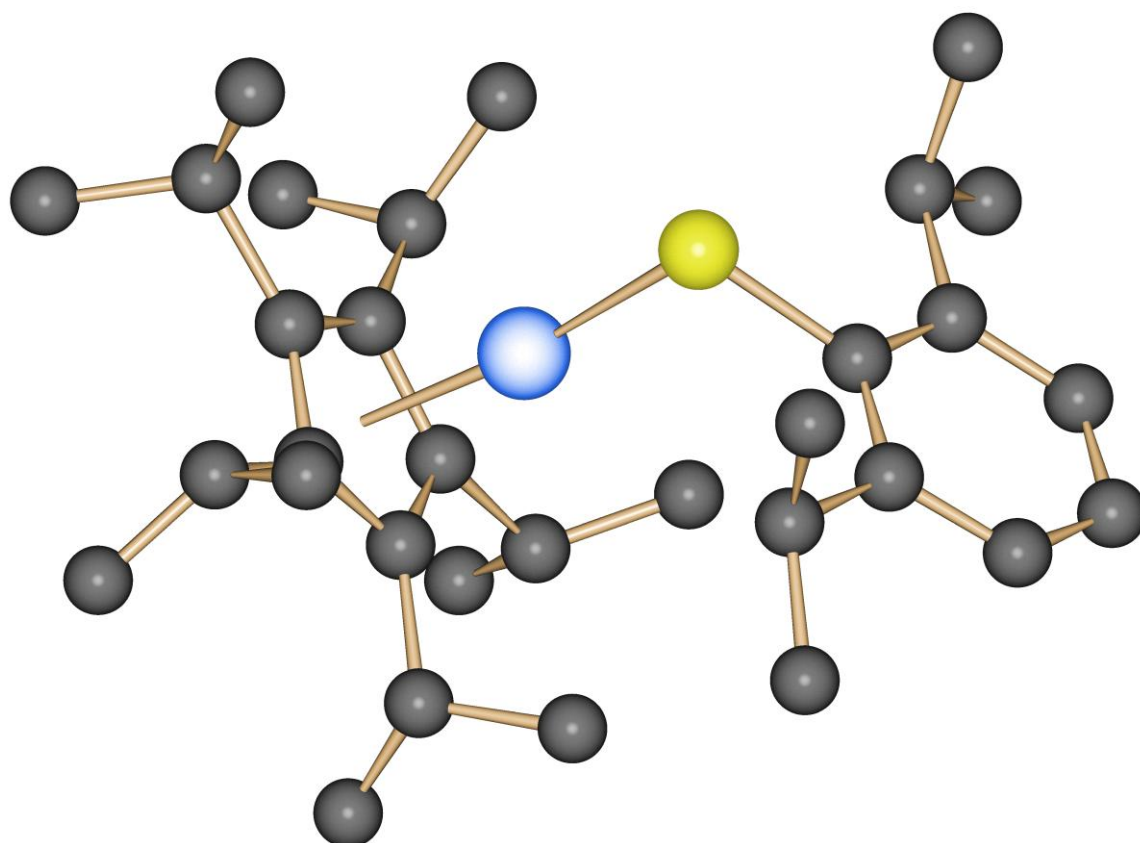
Zwischen 22.5 ppm und 31.5 ppm findet man zwei Signalsätze von je drei Signalen. Diesen entsprechen zum einen die Isopropylgruppen des Penta-isopropylcyclopentadienids, zum anderen die Isopropylgruppen des Thiophenolats (vgl. Tabelle 17). Bei einer Verschiebung von 70.0 ppm findet sich ein schwaches aufgespaltenes Signal, das sich dem koordinierten Deuterobenzol zuordnen lässt. Bei wesentlich tieferem Feld (117.1 ppm) treten die Kohlenstoffatome des Cyclopentadienids in Resonanz. Im aromatischen Bereich finden sich noch vier Signale, die dem Sechsring des Thiophenolats entsprechen.

Die Koordination von C_6D_6 ist vermutlich auch bei dem von Siemeling beschriebenen „Pogo-Stick-Komplex“ $[\text{Cp}^*\text{FeN}(\text{SiMe}_3)_2]^{[44b]}$ aufgetreten. Der scheinbare Widerspruch zwischen der

Kristallstruktur mit einem Abstand von 190.3 pm zwischen Fünfring und Eisen(II)-Zentrum (typisch für high spin-Fe(II)-Cyclopentadienylkomplexe) und dem diamagnetischen Verhalten im NMR-Experiment wird erst verständlich, wenn man auch dort von der Bildung eines Salzes $[\text{Cp}^*\text{Fe}(\text{C}_6\text{D}_6)]^+ [\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]^-$ bei der Zubereitung der NMR-Probe ausgeht.

Röntgenstrukturanalyse von **44**

Durch langsames Eindampfen einer gesättigten Lösung von **44** in einem Gemisch aus Acetonitril und Diethylether im Verhältnis von eins zu acht war es möglich, Kristalle zu erhalten, die für eine Röntgenstrukturanalyse geeignet sind.



SCHAKAL

Abbildung 59: Schakalplot der Struktur von **44**.

Die Auswertung der Röntgenstrukturanalyse zeigt ein $^5\text{Cp-Fe}$ -Fragment mit einem an das Eisenzentrum σ -koordinierten Thiophenolat. Der Abstand zwischen dem Centroid des Cyclopentadienids und dem Eisen beträgt 1.87 Å. Dieser zeigt deutlich das Vorliegen eines Eisenkomplexes der Oxidationsstufe zwei in einer high-spin Konfiguration^[44]. Die Diskrepanz

zwischen diesem Befund im festen Zustand und der diamagnetischen Lösung in Deuterobenzol wurde schon erwähnt und liegt im Ligandenaustausch des Thiophenolats gegen ein Benzolmolekül begründet. Der Abstand zwischen Eisen und Schwefel liegt bei 2.23 Å und entspricht damit der Summe der Kovalenzradien ($r(\text{Fe}) = 1.26 \text{ \AA}$, $r(\text{S}) = 1.04 \text{ \AA}$)^[1]. Der Fe-S-C-Winkel am Schwefel beträgt 105.5°. Eine lineare Koordination ist aufgrund der Geometrie der Orbitale am Schwefel nicht denkbar. Die übrigen Strukturparameter liegen im erwarteten Bereich.

4 Nickelkomplexe sperriger Cyclopentadienide

Wie in den Arbeiten von Schär (1995)^[10], Saurenz^[12] (2000) und Zimmer^[11] (2003) beschrieben, sind Halbsandwichverbindungen des Nickels relativ einfach zugänglich. Durch Salzmetathese erhält man aus einem Äquivalent eines Nickel(II)halogenids, üblicherweise dem Nickel(II)bromid als DME-Komplex, und einem Äquivalent eines sperrigen Natrium- oder Kaliumcyclopentadienids den entsprechenden Halbsandwichkomplex. Dabei wird die Reaktion in THF durchgeführt und nach dem Entfernen des Lösungsmittels mit Pentan oder Petrolether extrahiert, um das entstandene Alkalihalogenid abzutrennen.

Ausgehend von diesen Ergebnissen sollte versucht werden, auch den sperrigen Penta-isopropylcyclopentadienyl-Ligand an ein Nickel(II)-Ion zu koordinieren.

Lithiumsalze sperriger Cyclopentadiene sind im Vergleich zu den entsprechenden Natrium- bzw. Kaliumsalzen in unpolaren Lösungsmitteln wie Pentan oder Petrolether wesentlich besser löslich^[33]. Daraus ergibt sich die Möglichkeit, Lithiumsalze sperriger Cyclopentadiene in Pentan zur Reaktion zu bringen. Die Reaktionslösung ist bereits der Pentanextrakt, das Abziehen von THF entfällt, unbeabsichtigtes Verschleppen von THF in nachfolgende Reaktionen kann nicht vorkommen.

4.1.1 Synthese von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)]

Setzt man in Pentan eine blass lachsfarbene Suspension von (Dimethoxyethan)-nickel(II)bromid mit der äquimolaren Menge Lithiumpenta-isopropylcyclopentadienid bei Raumtemperatur um, so intensiviert sich die Farbe nach kurzer Zeit. Dieses intensive Rot der Reaktionsmischung lässt nur schwer erkennen, dass sich im Verlauf von wenigen Stunden der Bodensatz fast vollständig auflöst.

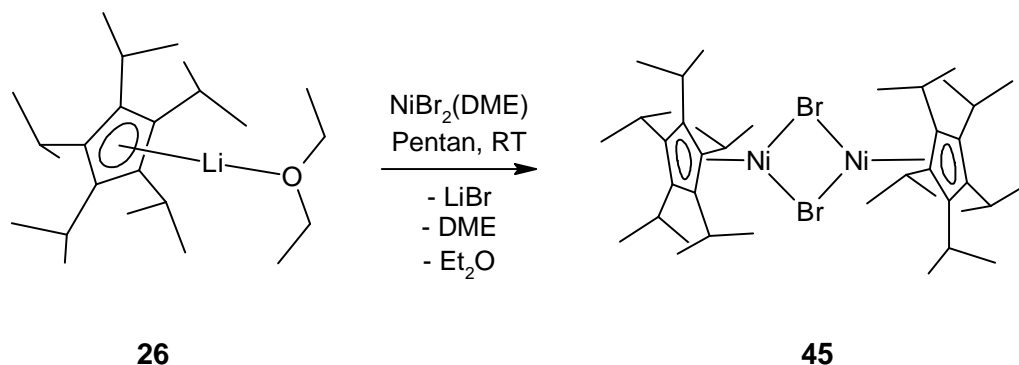


Abbildung 60: Synthese von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)].

Nach der Aufarbeitung bleibt die intensive rote Farbe auch beim Produkt bestehen, welches als kristalliner Feststoff erhalten wird. Dieses zersetzt sich rasch, wenn es Luft oder Feuchtigkeit ausgesetzt wird. Unter Inertgasbedingungen kann der Komplex jedoch lange Zeit ohne erkennbare Veränderung gelagert werden. Bei 70 °C und 10^{-2} mbar sublimiert **45**, wahrscheinlich als Monomer. Bei Temperaturen über 80 °C tritt Zersetzung auf. Sowohl durch Sublimation als auch durch Kristallisation aus verschiedensten Lösemitteln war es nicht möglich, Kristalle zu erhalten, die eine Untersuchung mittels einer Röntgenstrukturanalyse zuließen.

$^1\text{H-NMR}$ -spektroskopische Daten von **45**

Das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum des paramagnetischen Komplexes ist aufgrund der hohen Symmetrie des dimeren Komplexes recht übersichtlich. Zwei Signale bei 38.3 ppm und 34.5 ppm mit gleichem Integral können zwei Gruppen von je 15 Methylprotonen des Pentaäthyl-cyclopentadienid-Rings zugeordnet werden. Zum einen sind das die Protonen der Methylgruppen, die auf das Nickelzentrum gerichtet sind, zum anderen die Protonen der Methylgruppen, die von ihm wegzeigen. Bei 18.6 ppm findet man das Signal der Methinprotonen mit einem Drittel der Signalintensität.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
38.3	15 H	195	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
34.5	15 H	195	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
18.6	5 H	250	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 18: $^1\text{H-NMR}$ -Spektroskopische Daten von **45** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Durch die leichte Sublimierbarkeit der vorliegenden Verbindung könnte man annehmen, dass im gelösten Zustand möglicherweise eine Dissoziation in Einkernkomplexe erfolgt. Die breiten und stark verschobenen Signale des Komplexes **45** lassen jedoch darauf schließen, dass auch in Lösung ein Dimer vorliegt. An späterer Stelle wird ein monomeres Halbsandwichkomplex des Typs $[\text{CpNiBr}]$ beschrieben, der in Lösung diamagnetisches Verhalten zeigt. Paramagnetisches Verhalten wird jedoch bislang bei allen dimeren Alkylcyclopentadienylderivaten des Typs $[\text{CpNi}(\mu\text{-Br})_2]$ beobachtet. Ein gegenteiliger Bericht zu dem aus Brompentamethylcyclopentadien und Nickeltetracarbonyl hergestellten Pentamethylcyclopentadienylderivat $[\text{Cp}^*\text{Ni}(\mu\text{-Br})_2]$ ist vermutlich auf eine Verunreinigung mit dem diamagnetischen Carbonylkomplex $[\text{Cp}^*\text{Ni}(\text{CO})\text{Br}]$ zurückzuführen^[51]. Vor diesem Hintergrund lässt sich das Vorliegen eines Dimeren als sehr wahrscheinlich annehmen.

4.1.2 Synthese von Lithium-1,2,3,4-tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1-naphthyl)methyl-cyclopentadienid

An das zuvor beschriebene 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven **24** (siehe Kap. 2) lässt sich anstelle von Methyllithium auch 1-Naphthyllithium addieren.

Rührt man 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven in Diethylether bei Raumtemperatur mit der äquimolaren Menge 1-Naphthyllithium^[52], so erkennt man nach wenigen Stunden einen Farbumschlag von leuchtend rot nach blassgelb.

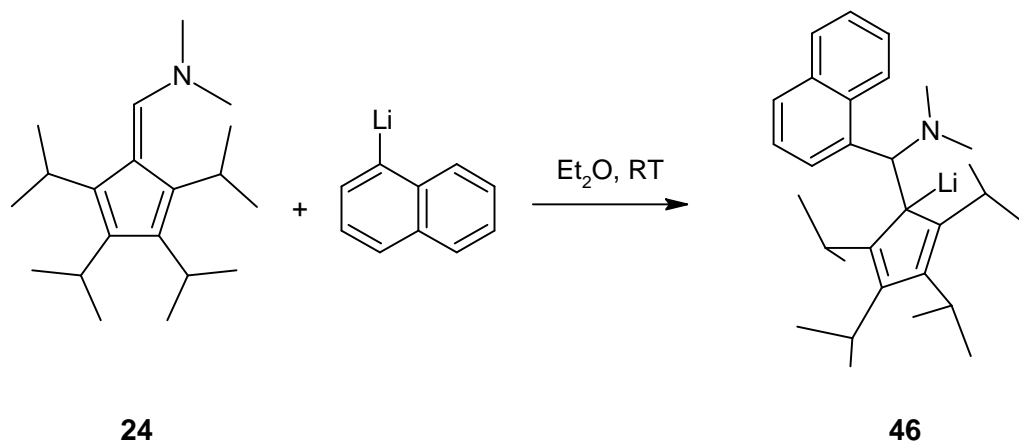


Abbildung 61: Synthese von Lithium-1,2,3,4-tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1-naphthyl)methyl-cyclopentadienid.

Nach dem Entfernen des Diethylethers im Vakuum erhält man ein orangefarbenes Öl, aus dem nach kurzer Zeit ein blassgelber Feststoff auskristallisiert. Dieser ist in allen gängigen Lösemitteln gut löslich und zeigt sich sowohl in Lösung als auch im festen Zustand unbegrenzt stabil. Erhitzt man **46** jedoch im Vakuum, so tritt bei Temperaturen oberhalb 60 °C Zersetzung auf.

Offenbar erleichtert der koordinative Einfluss der Dimethylaminogruppe die 1,2-Addition an das Fulven, denn im Gegensatz zur gezeigten Reaktion ist auf der Stufe des 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylpentafulvens eine solche Addition bisher noch nicht gelungen.

¹H-NMR-Spektroskopische Daten des Lithium-Salzes

Das ¹H-NMR-Spektrum der Verbindung **46** zeigt trotz der hohen Anzahl an Signalen nur den einfachen Signalsatz, was auf ein Enantiomerenpaar hindeutet. Das Spektrum enthält keine Hinweise auf Diastereomere. Alle vier Isopropylgruppen sowie die Dimethylaminogruppen befinden sich in einer chiralen Umgebung, aus der sich jeweils diastereotope Positionen für die entsprechenden Paare von Methylgruppen ergeben.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
0.99	d	3 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
1.03	d	3 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
1.38	d	3 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
1.40	d	6 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
1.50	d	6 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
1.62	d	3 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
1.3-1.5	br.	6 H	-	N(CH ₃) ₂
2.25	s	1 H	-	C*-H
2.74	sept.	1 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
3.22	sept.	1 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
3.42	sept.	1 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
3.61	sept.	1 H	7.33	Cp CH(CH ₃) ₂
7.35-7.55	br.	4 H	-	Naphthyl-H
7.65-7.85	br.	4 H	-	Naphthyl-H

Tabelle 19: ¹H-NMR-Spektroskopische Daten von **46** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Die zwischen 0.99 ppm und 1.62 ppm auftretenden Dubletts lassen sich ohne eine exakte Zuordnung zu treffen als die Signale der diastereotopen Methylgruppen identifizieren. Die zugehörigen Septetts der entsprechenden Methinprotonen treten zwischen 2.74 ppm und 3.61 ppm in Resonanz. Im Bereich um 1.4 ppm findet man ein unsymmetrisches und breites Signal, welches der Dimethylaminogruppe zugeordnet werden kann. Die geringe Schärfe und Symmetrie geht mit der gehinderten Rotation einher; zu dieser tragen sowohl die benachbarte Isopropylgruppe, als auch der Naphthylrest bei. Das Proton am chiralen, dreifach substituierten Kohlenstoffatom tritt bei 4.42 ppm in Resonanz. Die Signale des Naphthyl-Restes finden sich erwartungsgemäß in zwei Gruppen, bei 7.35 ppm bis 7.55 ppm und 7.65 ppm bis 7.85 ppm.

¹³C-NMR-spektroskopische Daten von **46**

Auch das ¹³C-NMR-Spektrum belegt das Fehlen jeglicher Symmetrie und zeigt für fast alle Kohlenstoffatome ein separates Signal. Ungewöhnlich ist hier, dass für den Naphthylrest ein doppelter Signalsatz vorliegt, während man für die Kohlenstoffatome des restlichen Moleküls nur einen einfachen Signalsatz findet. Dieses Phänomen kann letztendlich nicht zweifelsfrei geklärt werden. Wie schon im Protonenspektrum ist auch hier eine exakte Zuordnung aller Signale zu den entsprechenden Kohlenstoffatomen nicht möglich.

δ [ppm]	Zuordnung	δ [ppm]	Zuordnung
2.3	Li-C	126.3	Naphthyl C
14.4	CH(CH ₃) ₂	126.5	Naphthyl C
21.0	CH(CH ₃) ₂	126.7	Naphthyl C
21.8	CH(CH ₃) ₂	127.1	Naphthyl C
22.9	CH(CH ₃) ₂	128.4	Naphthyl C
22.9	CH(CH ₃) ₂	128.5	Naphthyl C
23.3	CH(CH ₃) ₂	129.3	Naphthyl C
24.5	N(CH ₃) ₂	129.5	Naphthyl C
25.0	N(CH ₃) ₂	130.6	Naphthyl C
27.1	CH(CH ₃) ₂	132.3	Naphthyl C
27.5	CH(CH ₃) ₂	134.0	Naphthyl C
27.6	CH(CH ₃) ₂	134.2	Naphthyl C
33.3	CH(CH ₃) ₂	134.7	Naphthyl C
33.4	CH(CH ₃) ₂	136.7	Naphthyl C
34.6	CH(CH ₃) ₂	137.8	Naphthyl C
124.4	Naphthyl C	139.3	Naphthyl C
125.4	Naphthyl C	146.9	Cp-Ring C 2
125.8	Naphthyl C	147.1	Cp-Ring C 2
126.2	Naphthyl C	150.9	Cp-Ring C 3

Tabelle 20: ¹³C-NMR-Spektroskopische Daten von **46** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Das allylische Ring-C-Atom tritt bedingt durch die weitgehend lokalisierte negative Ladung bei hohem Feld in Resonanz. Eine Aufspaltung des Signals, bedingt durch eine Koordination an das Lithiumion, lässt sich aufgrund der geringen Intensität nicht erkennen. Bei tieferem Feld findet man zwischen 14 ppm und 24 ppm die Signale der Kohlenstoffatome der Methylgruppen, zwischen 27 ppm und 28 ppm die der entsprechenden Methin-Kohlenstoffatome. Eine weitere Gruppe von drei Signalen zwischen 33 ppm und 35 ppm zeigt Isopropylgruppen bei ungewöhnlich tiefem Feld (siehe Tabelle 20). Die Signale für die Dimethylaminogruppe sind wegen der negativen Ladung in der Nachbarschaft deutlich zu hohem Feld verschoben und können bei 24.5 ppm und 25.0 ppm zugeordnet werden. Die 20 Signale zwischen 124 ppm und 140 ppm zeigen den doppelten Signalsatz des Naphthylrestes. Für diese Verdoppelung wurde bislang keine Erklärung gefunden. Bei tiefstem Feld finden sich die vinyllischen Kohlenstoffatome des Fünfrings. Diese treten bei 146.9 ppm und 147.1 ppm für die 2-Position, bzw. bei 150.9 ppm für die 3-Position des Fünfrings in Resonanz. Das bei dieser Aufzählung fehlende Kohlenstoff-Chiralitätszentrum findet sich mit hoher Wahrscheinlichkeit im Bereich der 20 Signale des Naphthylrestes, wodurch es sich nicht eindeutig identifizieren lässt.

4.1.3 Synthese von 1,2,3,4-Tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1-naphtyl)methyl-cyclopentadienyl-nickel(II)bromid

In Analogie zur unter 4.1.1 beschriebenen Reaktion von Lithiumpentaisopropyl-cyclopentadienid mit $\text{NiBr}_2(\text{DME})$ wird mit dem Liganden **46** verfahren. In Pentan wird eine Suspension von (Dimethoxyethan)-nickel(II)bromid mit der äquimolaren Menge an **46** zur Reaktion gebracht. Die blass lachsfarbene Suspension färbt sich nach kurzer Zeit intensiv rot, wobei sich der Bodensatz innerhalb weniger Stunden auflöst.

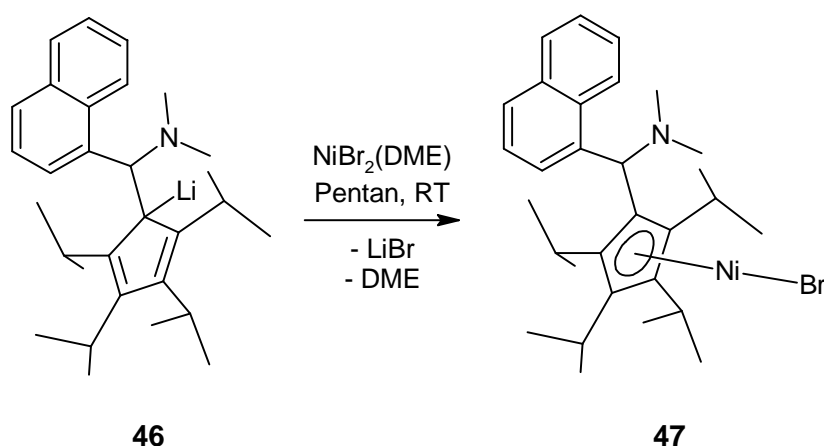


Abbildung 62: Synthese von 1,2,3,4-tetraisopropyl-5-(dimethylamino-1-naphtyl)methyl-cyclopentadienyl-nickel(II)bromid.

Nach der Aufarbeitung erhält man den Nickelkomplex **47** als intensiv roten kristallinen Feststoff. Dieser zersetzt sich rasch, wenn er Luft oder Feuchtigkeit ausgesetzt wird, unter Inertgasbedingungen kann er lange Zeit ohne erkennbare Veränderung gelagert werden. Erhitzen im Vakuum bei 10^{-2} mbar führt ab 85 °C zu merklicher Zersetzung, Anzeichen für eine Sublimation wurden nicht beobachtet.

Aufgrund der höheren Sperrigkeit beim Liganden **46** im Vergleich zum Liganden **26** liegt der Nickelkomplex **47** als Monomer vor. Im Gegensatz zum paramagnetischen Dimer **45** mit 18 Valenzelektronen am Nickel zeigt der einkernige 16 Valenzelektronen-Komplex **47** diamagnetisches Verhalten.

Eine mögliche Erklärung hierfür könnte sein, dass durch die annähernd lineare Geometrie von Cyclopentadienid, Eisen und Bromid das d_{z^2} -Orbital in seiner Energie deutlich angehoben wird. Dadurch wird eine Besetzung dieses Orbitals energetisch sehr ungünstig, wodurch ein tieferliegendes Orbital doppelt besetzt wird. Dies führt zu einem diamagnetischen Nickel(II)komplex.

¹H-NMR-Spektroskopische Daten von **47**

Das diamagnetische ¹H-NMR-Spektrum des Komplexes **47** zeigt einen doppelten Signalsatz, was mit dem Vorhandensein von Diastereomeren zu erklären ist. Durch die sperrigen Substituenten am chiralen Kohlenstoffatom ist die Bindung zwischen diesem und dem *ipso*-Kohlenstoffatom des Fünfrings nicht frei drehbar. Der Fünfring dieses Liganden bietet daher einem eintretenden Metallatom zwei unterschiedliche Seiten zur Koordination. Auf einer Seite begibt sich das Metallatom in die Nachbarschaft einer Dimethylaminogruppe, auf der anderen Seite ragt der Naphthylrest in die Nähe des koordinierten Metallatoms. In Kombination mit einem Chiralitätszentrum am α -C-Atom des betreffenden Substituenten können so vier Diastereomere in Form von zwei Enantiomerenpaaren auftreten, die in den NMR-Spektren einen doppelten Signalsatz erwarten lassen.

Die Bereiche der Verschiebungen der einzelnen Gruppen stimmen in der Näherung mit denen der Lithiumverbindung **46** überein, trotzdem gibt es bei einigen Gruppen signifikante Unterschiede. Dies zeigt deutlich, dass eine Änderung des Bindungsmodus stattgefunden hat. Aus der σ -Bindung des Lithiumkomplexes ist eine π -Bindung im entsprechenden Nickelkomplex geworden.

δ [ppm]	Multiplizität	Integral	Kopplungskonst. [Hz]	Zuordnung
0.94	d	3 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
0.97	d	3 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
0.98	d	3 H	7.38	Cp CH(CH ₃) ₂
1.00	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.22	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.26	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.30	d	3 H	6.70	Cp CH(CH ₃) ₂
1.31	d	3 H	6.35	Cp CH(CH ₃) ₂
1.37	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.38	d	3 H	6.60	Cp CH(CH ₃) ₂
1.39	d	3 H	7.32	Cp CH(CH ₃) ₂
1.40	d	3 H	7.32	Cp CH(CH ₃) ₂
1.42	d	3 H	7.56	Cp CH(CH ₃) ₂
1.46	d	3 H	7.14	Cp CH(CH ₃) ₂
1.55	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.56	d	3 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
1.72	sept.	2 H	7.56	Cp CH(CH ₃) ₂
2.46	s	6 H	-	N(CH ₃) ₂
3.44	s	3 H	-	N(CH ₃) ₂
2.55	br.	4 H	-	Cp CH(CH ₃) ₂
3.32	s	3 H	-	N(CH ₃) ₂
3.52	sept.	1 H	7.32	Cp CH(CH ₃) ₂
3.69	sept.	1 H	7.00	Cp CH(CH ₃) ₂
5.13	s	1 H	-	C*H
5.18	s	1 H	-	C*H
7.35-7.55	br.	7 H	-	Naphthyl-H
7.65-7.85	br.	7 H	-	Naphthyl-H

Tabelle 21: ¹H-NMR-Spektroskopische Daten von **47** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Zwischen 0.94 ppm und 1.56 ppm tritt für jede Methylgruppe der Diastereomerenpaare ein Dublett auf, wodurch sich insgesamt 16 Dubletts zeigen. Zusammen mit drei Septetts und einem breiten Signal im Bereich zwischen 1.7 ppm und 3.7 ppm lassen sich diese Signale den Isopropylgruppen zuordnen. Für die Dimethylaminogruppen der Diastereomeren findet man drei Signale im Integralverhältnis 6 : 3 : 3. Diese treten im Bereich zwischen 2.4 ppm und 3.4 ppm auf. Zwei weitere Singulets bei tieferem Feld (um 5.2 ppm) und wesentlich kleinerem Integral deuten auf die Protonen des chiralen Kohlenstoffatoms in jeweils unterschiedlichen Diastereomeren hin. Die restlichen Signale bei tiefem Feld lassen sich dem Naphthylrest zuordnen.

¹³C-NMR-Spektroskopische Daten von **47**

Im ¹³C-NMR-Spektrum zeigt sich wie schon vorher im ¹H-NMR-Spektrum eine Verdoppelung der Signale im Vergleich zur entsprechenden Lithiumverbindung.

δ [ppm]	Zuordnung	δ [ppm]	Zuordnung
13.9	CH(CH ₃) ₂	58.2	Cp-Ring C 1
14.0	CH(CH ₃) ₂	58.5	Cp-Ring C 1
20.8	CH(CH ₃) ₂	64.1	Cp-Ring C 2
21.2	CH(CH ₃) ₂	72.0	Cp-Ring C 3
21.9	CH(CH ₃) ₂	124.0	Naphthyl C
22.1	CH(CH ₃) ₂	124.9	Naphthyl C
22.5	CH(CH ₃) ₂	125.0	Naphthyl C
22.6	CH(CH ₃) ₂	125.1	Naphthyl C
22.7	CH(CH ₃) ₂	125.4	Naphthyl C
22.8	CH(CH ₃) ₂	125.4	Naphthyl C
22.9	CH(CH ₃) ₂	125.5	Naphthyl C
23.7	CH(CH ₃) ₂	125.6	Naphthyl C
26.2	CH(CH ₃) ₂	125.7	Naphthyl C
26.6	CH(CH ₃) ₂	125.8	Naphthyl C
26.9	CH(CH ₃) ₂	126.0	Naphthyl C
27.0	C*H	126.7	Naphthyl C
27.6	CH(CH ₃) ₂	127.0	Naphthyl C
27.7	CH(CH ₃) ₂	128.9	Naphthyl C
28.0	CH(CH ₃) ₂	129.0	Naphthyl C
32.9	CH(CH ₃) ₂	132.8	Naphthyl C
33.0	CH(CH ₃) ₂	133.8	Naphthyl C
34.2	CH(CH ₃) ₂	134.2	Naphthyl C
44.6	N(CH ₃) ₂	134.4	Naphthyl C
44.9	N(CH ₃) ₂	138.9	Naphthyl C

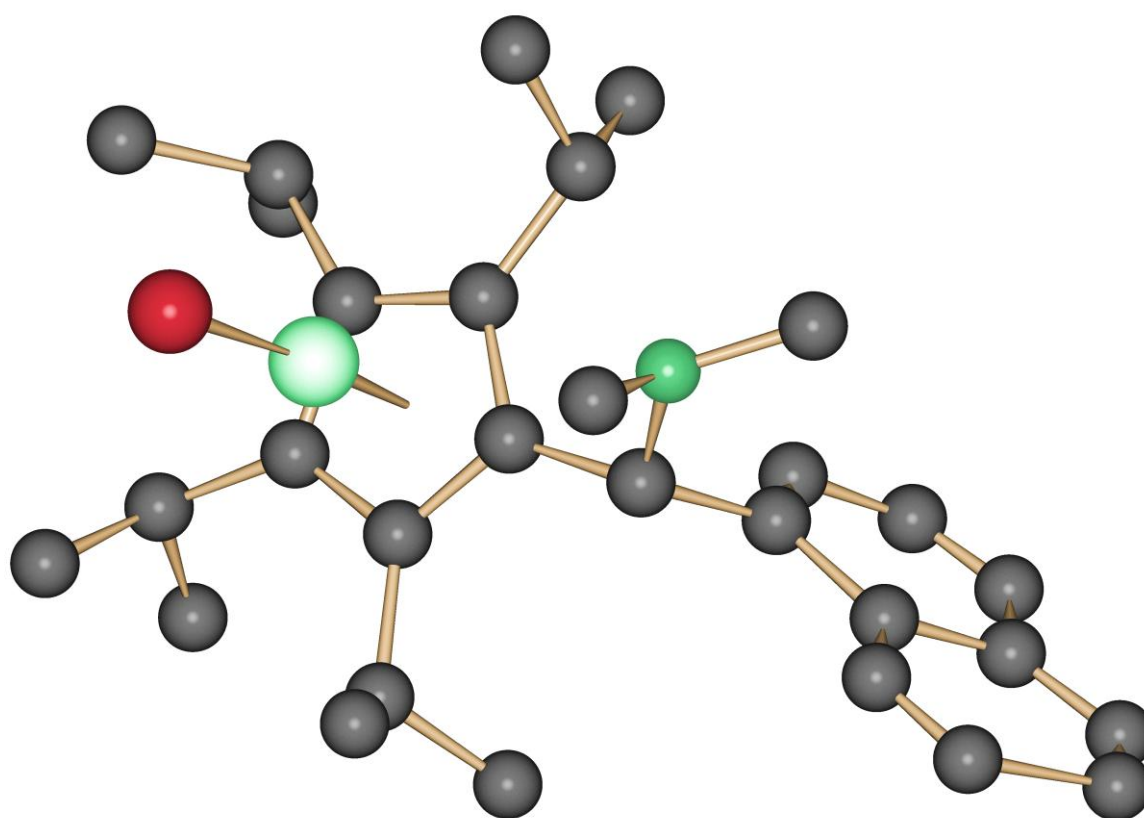
Tabelle **22**: ¹³C-NMR-Spektroskopische Daten von **47** (600 MHz, 298 K, C₆D₆).

Zwischen 13.9 ppm und 23.7 ppm treten 12 Signale von Methylgruppen auf, diese zeigen zusammen mit sechs Signalen für Methinkohlenstoffatome im Bereich von 26.2 ppm bis 28.0 ppm das Vorhandensein von sechs unterschiedlichen Isopropylgruppen. Das chirale Kohlenstoffatom tritt bei 27.0 ppm in Resonanz. Bei etwas tieferem Feld findet man einen weiteren Satz von Signalen, der auf Isopropylgruppen schließen lässt. Es finden sich bei 32.9 ppm und 33.0 ppm zwei Signale für Methyl-Kohlenstoffatome, sowie bei 34.2 ppm ein Signal für ein Methin-Kohlenstoffatom. Um 45.5 ppm treten zwei Signale auf, die sich der Dimethylaminogruppe zuordnen lassen. Die Signale der Kohlenstoffatome des Fünfrings finden sich wie erwartet im mittleren Bereich des Spektrums. Dabei zeigt lediglich das

Kohlenstoffatom, das den chiralen Rest trägt, bei hohem Feld eine Aufspaltung aufgrund der Nähe zum chiralen Zentrum. Die Kohlenstoffe in 2- und 3-Position zeigen nur ein Signal. Dies lässt sich damit erklären, dass die Seite von der die Koordination des Nickelbromid-Fragments erfolgt, zwar die Signalverdoppelung in den meisten Fällen bedingt, aber keinen Einfluss auf die chemische Verschiebung der Kohlenstoffatome in 2- und 3-Position hat. Der Naphthylrest zeigt wie erwartet 20 Signale im Bereich von 124 ppm bis 140 ppm.

Röntgenkristallographische Untersuchung von **47**

Aus einer Pentanlösung war es möglich, durch langsames Eindampfen Kristalle zu erhalten, die für eine röntgenkristallographische Untersuchung geeignet waren. Diese zeigt in der Elementarzelle der Raumgruppe Cc vier unabhängige Moleküle. Es finden sich jedoch nur die beiden Diastereomeren, bei denen das Nickelbromid-Fragment von der Seite der Dimethylaminogruppe koordiniert. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass durch die Stellung des Naphthylrestes das gefundene Diastereomerenpaar besser kristallisiert als das Diastereomerenpaar, bei dem das Nickelbromid-Fragment von der Seite des Naphthylrestes koordiniert.



SCHAKAL

Abbildung **63**: Schakalplot der Struktur von **47**.

Durch die Stellung der Dimethylaminogruppe, die dem Metallzentrum relativ nahe kommt, ist dieses Cyclopentadienid am Zentralatom noch sperriger als Penta-isopropyl-cyclopentadienid, was sich hier am Beispiel des Nickelhalbsandwichkomplexes direkt bemerkbar macht. Während Komplex **45** deutlich Paramagnetismus zeigt, was auf das Vorhandensein eines Dimeren schliessen lässt, ist der hier gezeigte Nickelkomplex monomer und diamagnetisch. Nicht nur das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum zeigt das Vorliegen eines diamagnetischen Komplexes in Lösung, auch die Kristallstruktur zeigt durch den Cyclopentadien-Ring-Nickel Abstand, der 1.73 Å beträgt, deutlich, dass auch im Kristall diese elektronische Konfiguration vorliegt. (Zum Vergleich: 1.77 Å für $[\text{}^4\text{CpNi}(\mu\text{-Br})_2]^{[10]}$, 1.79 Å für $[\text{Cp}'''\text{Ni}(\mu\text{-Br})_2]^{[11]}$). Nach einem Vergleich mit der Literatur kann man behaupten, dass der hier vorgestellte Ligand in der unmittelbaren Umgebung des zentralen Metallatoms den größten sterischen Aufwand verursacht, der bislang in einem Cyclopentadienylkomplex verwirklicht werden konnte.

Das Bromatom weicht durch den sterischen Aufwand der Dimethylaminogruppe um 6.5° von der linearen Geometrie ab. Diese Abweichung ist nicht mit einer schwachen Bindung zwischen Stickstoff und Nickel zu erklären, da sich das dafür nötige Orbital am Stickstoff nicht auf das Nickelzentrum richtet. Alle anderen geometrischen Parameter liegen innerhalb der erwarteten Bereiche.

Es wurde versucht, wie von Zimmer^[11] beschrieben, Komplex **47** in Pentan mit Na_3Sb_7 zu reduzieren, jedoch konnte keine reduzierte Spezies isoliert werden. Vielmehr wurde das Edukt wieder unverändert zurückgewonnen, was ein Indiz für dessen hohe Stabilität ist. Für einen weiteren Versuch sollten stärkere Reduktionsmittel, wie beispielsweise Kalium verwendet werden.

5 Distickstoffaktivierung durch Cyclopentadienylkomplexe

Im vorliegenden Kapitel sollte die Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] und Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] unter Inertgas untersucht werden.

5.1 Aktivierung von Distickstoff mit Eisenkomplexen

5.1.1 Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] in Gegenwart von Distickstoff

Reduziert man die Halbsandwichverbindung **33** in einer Pentanlösung mit Na_3Sb_7 in Gegenwart von Distickstoff, so beobachtet man innerhalb von wenigen Minuten einen Farbumschlag von rot nach grün. Dabei kann man die Reduktion in einer Atmosphäre aus reinem Stickstoff oder in einem Gemisch von Argon und Stickstoff durchführen, wobei sich die Reaktionszeit entsprechend verlängert. Da die Reduktion wohl unabhängig vom N_2 -Angebot abläuft, müsste ein zumindest leidlich stabiles Intermediat existieren.

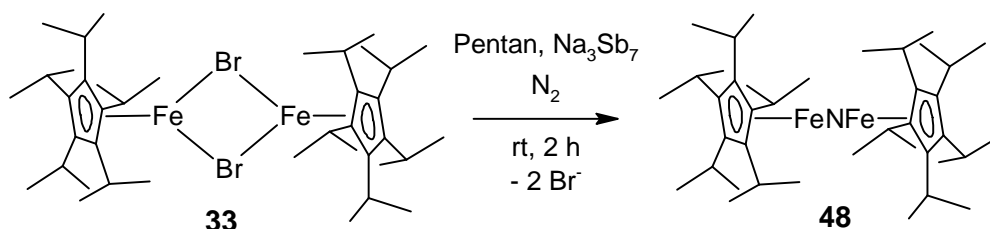


Abbildung 64: Reduktion von **33** in Gegenwart von Distickstoff.

Durch Aufarbeitung nach Standardmethoden erhält man einen dunkelgrünen kristallinen, unter Inertgasbedingungen unbegrenzt haltbaren Feststoff in guter Ausbeute. Dieser ist in Pentan und Toluol gut löslich und in Lösung stabil. Bei Kontakt mit Luft zersetzt er sich augenblicklich und färbt sich braun. Auch tritt beim Erhitzen auf Temperaturen über $60\text{ }^\circ\text{C}$ Zersetzung unter Braunfärbung auf.

Komplex **48** kann auch durch Umsetzung von **32** oder **33** mit Mesitylmagnesiumbromid hergestellt werden. Die Reaktion verläuft in diesem Fall noch glatter und ergibt das Produkt **48** in noch höherer Ausbeute. Wie dieses Ergebnis zustande kommt, ist zur Zeit noch nicht klar. Versuche, etwa durch oxidative Kupplung gebildetes Dimesityl gaschromatographisch nachzuweisen, verliefen negativ.

Das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum des paramagnetischen Komplexes **48** ist übersichtlich und zeigt lediglich drei Signale.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
-54.3	15 H	270	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
21.3	5 H	260	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
56.8	15 H	220	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 23: $^1\text{H-NMR}$ -Spektroskopische Daten von **48** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Bei -54.3 ppm und 56.8 ppm finden sich die Signale der Methylgruppen, wobei erstere aufgrund der größeren Halbwertsbreite den metallnahen Methylprotonen zugeordnet werden können. Bei 21.3 ppm tritt das Signal der Methinprotonen in Resonanz.

Da man aus den NMR-spektroskopischen Daten keinerlei Erkenntnisse über die verbrückenden Atome in Komplex **48** erhalten kann, wurde ein ESI-Massenspektrum einer 10^{-6} molaren Toluollösung des Komplexes aufgenommen. Man erhält einen Produktpeak mit der typischen Massenverteilung eines dinuklearen Eisenkomplexes. Die Masse entspricht dabei dem Komplex **48** mit einem angelagerten Wassermolekül.

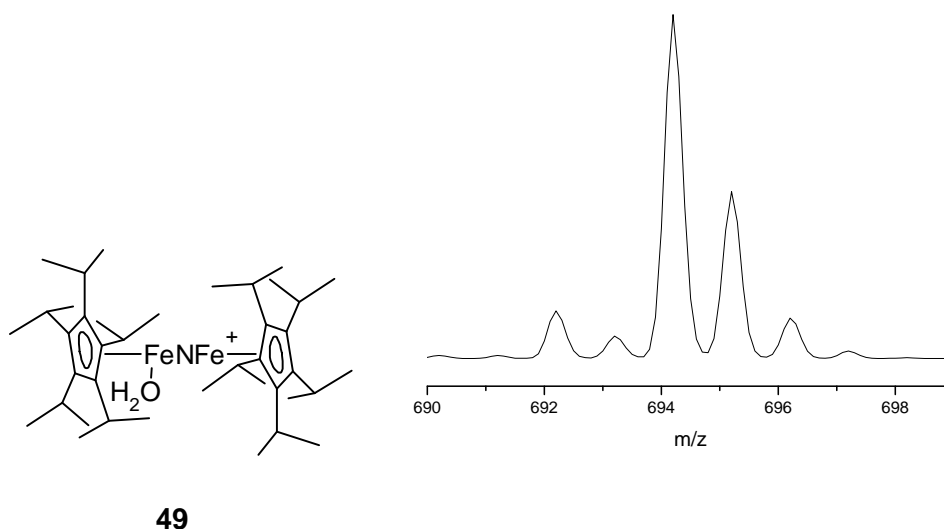


Abbildung 65: Produktpeak des ESI-Massenspektrums.

Durch Ionenspeicherung und Fragmentierung der eingefangenen Ionen kann der Zerfall des Kations **49** beobachtet werden, wodurch auch das Molekülion **50**⁺ gefunden werden kann.

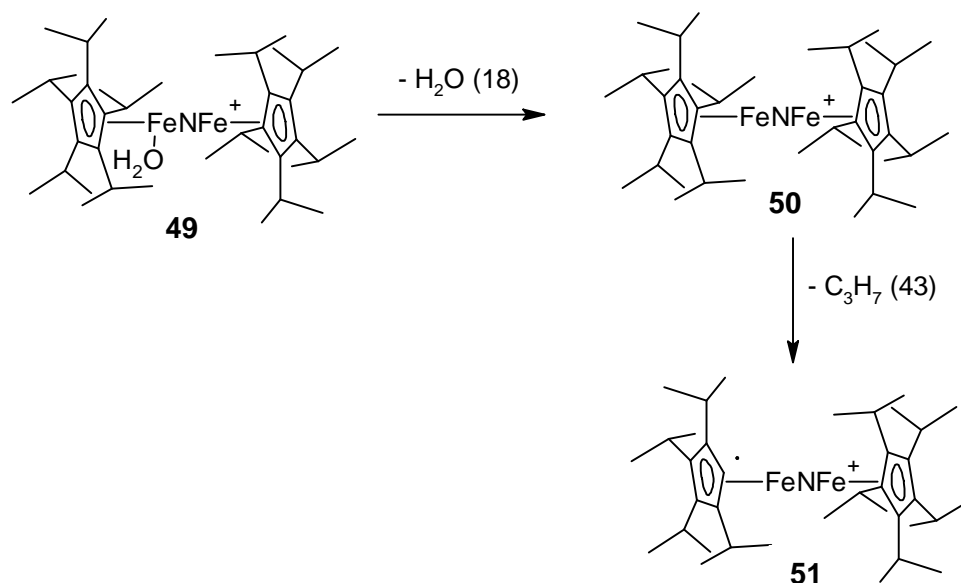
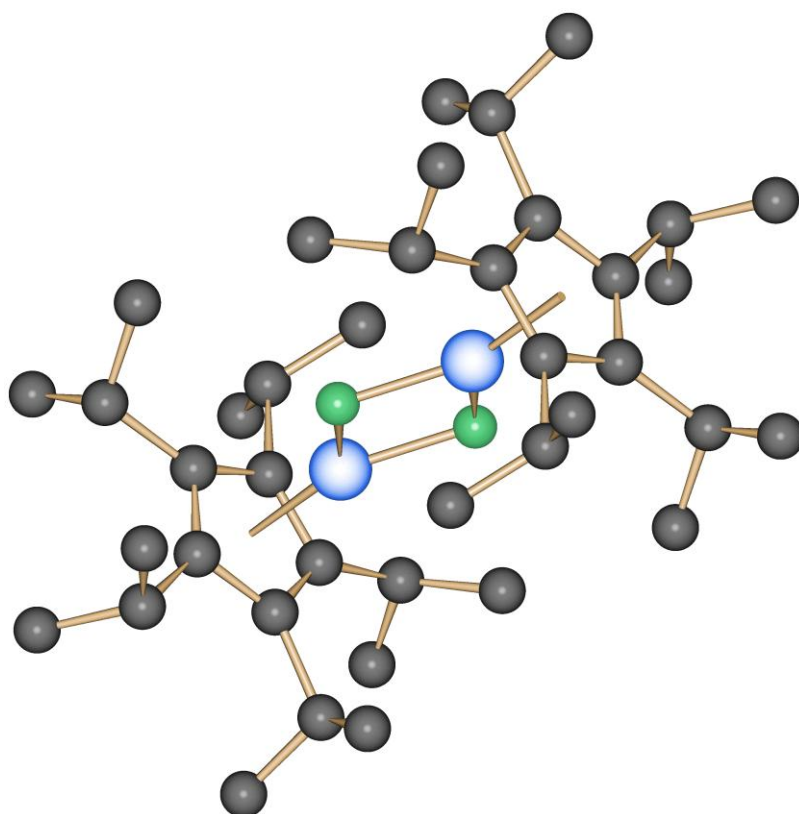


Abbildung 66: Zerfall des Kations **49** im ESI-Massenspektrometer.

Die Anlagerung von Wasser an das erhaltene Produkt **48** lässt sich mit dem Versuchsaufbau des ESI-Massenspektrometers erklären. Dieser findet weder unter Inertgasbedingungen statt, noch reicht das Vakuum nach dem Sprühvorgang aus, den Ausschluss von Feuchtigkeit zu garantieren. Der erste Schritt der Fragmentierung des Kations **49** ist die Abspaltung von Wasser. Dabei bildet sich das Molekülion **50**⁺ zurück. Als nächster Schritt erfolgt die Abspaltung einer Isopropylgruppe als Radikal. Ab diesem Zeitpunkt ist die Konzentration der Ionen so gering, dass weitere Fragmentierungen nicht beobachtet werden können.

Durch die aus dem ¹H-NMR-Spektrum, dem ESI-Massenspektrum und der CHN-Analyse gewonnenen Daten kann man das Produkt als **48** identifizieren und den Reaktionsverlauf verstehen. Das Na₃Sb₇ reduziert den Halbsandwichkomplex **33** zu einer hochreaktiven Zwischenstufe, die in der Lage ist, Distickstoff aus der Atmosphäre reaktiv zu spalten. Der entstandene Komplex **48** besteht nach der Umsetzung aus zwei Penta-isopropylcyclopentadienid-Eisen-Fragmenten, die über eine Nitridbrücke verbunden sind.

Durch langsames Eindampfen einer Lösung von **48** war es möglich, quaderförmige Kristalle zu erhalten, die eine röntgenkristallographische Untersuchung möglich machten.



SCHAKAL

Abbildung 67: Schakalplot der Struktur von **48**.

Das Ergebnis der Röntgenstrukturanalyse zeigt zwei Pentaisopropylcyclopentadienyl-Eisen-Fragmente, die über zwei Nitrido-Einheiten verbrückt sind. Der Abstand zwischen dem Zentroid des Cyclopentadienids und dem Eisen ist mit 1.95 Å im typischen Bereich einer solchen Bindung in einem *high-spin* Eisen(II)-Komplex^[44]. Der Abstand zwischen den beiden Stickstoffatomen beträgt 2.50 Å und lässt keine Wechselwirkung zwischen beiden N-Atomen zu. Bei einem Abstand von 2.98 Å zwischen beiden Eisenatomen kann man davon ausgehen, dass zumindest eine schwache Wechselwirkung zwischen beiden besteht. Um von einer echten Metall-Metall-Bindung zu sprechen ist dieser Abstand jedoch etwas zu lang. Komplexe mit Metall-Metall-Wechselwirkungen, die üblicherweise als bindend bezeichnet werden liegen im Bereich von 2.5 Å, wie z.B. $\text{trans-[CpFe(CO)}_2\text{]}_2$ (2.53 Å)^[53], $[\text{Cp}^*\text{Fe(CO)}_2\text{]}_2$ (2.56 Å)^[54] und $[\text{}^5\text{CpFe(CO)}_2\text{]}_2$ (2.60 Å)^[9]. Jedoch wird auch für die Verbindung $[(\eta^3\text{-C}_3\text{H}_5)\text{Fe(CO)}_3\text{]}_2$ mit einem Eisen-Eisen-Abstand von 3.14 Å eine schwache lokalisierte Metall-Metall-Bindung diskutiert^[55].

Die Struktur von **48** steht im Widerspruch zu den aus den Massenspektren und Elementaranalysen gewonnenen Erkenntnissen, da dort nur ein Stickstoffatom als verbrückende Einheit gefunden wird.

Dies lässt den Schluss zu, dass entweder im gemessenen Kristall und im für die Folgereaktion verwendeten Material unterschiedliche Verbindungen vorliegen, was jedoch nicht wahrscheinlich ist, da die $^1\text{H-NMR}$ -Spekten der verschiedenen Chargen die gleichen Verschiebungen zeigten. Vermutlich erschwert eine Fehlordnung des Stickstoffatoms die korrekte Interpretation der Strukturdaten. Auf dem Diffraktometer wurde ein sehr guter Datensatz erhalten, der sofort die präzise Lokalisierung aller Kohlenstoff- und Eisenatome gestattete. Lediglich im Bereich zwischen den beiden Eisenatomen treten vier Elektronendichtemaxima auf, deren im Plot auf der vorangehenden Seite gezeigte Interpretation die beste Übereinstimmung mit den Beugungsdaten ergab.

Auch das Ergebnis der Mössbauer-Messung von Verbindung **48** steht im Widerspruch zu der gezeigten Struktur.

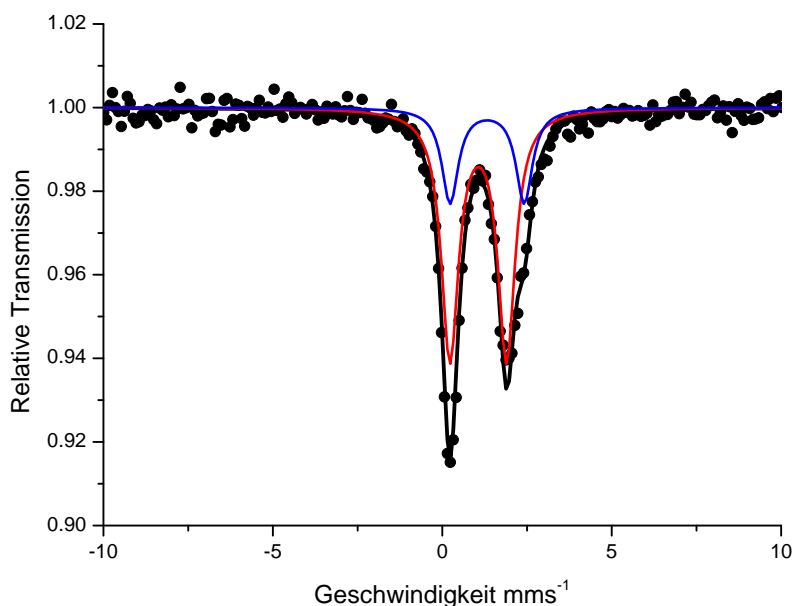


Abbildung **68**: Ergebnis der Mössbauer-Messung von Verbindung **48** ($T = 77\text{ K}$).

Im Mössbauer-Spektrum erkennt man, dass im Komplex **48** zwei verschiedene Fe(II)-Zentren mit $\delta = 1.03$ und 1.25 mm/s und einem Spin von $S = 2$ vorliegen, die über eine Verbrückung im Kontakt miteinander stehen. Die schnelle Zeitauflösung^[2] ($\sim 10^{-8}\text{ s}$) der Mössbauer-Messung zeigt das Vorliegen eines unsymmetrischen Komplexes, während die RSA, die eine Zeitauflösung im Sekundenbereich hat, von einer Symmetrieebene entlang der Stickstoffatome ausgeht. Für die Unsymmetrie können zwei mögliche Gründe genannt werden. Ein Fe-Zentrum des vorliegenden Komplexes aktiviert wie in Komplex **33** vermutet eine Isopropylgruppe des ^5Cps . Dadurch besitzen die Fe-Zentren unterschiedliche

Koordinationszahlen, was für den Unterschied in der Verschiebung sorgt. Eine anderer Grund könnte sein, dass das Stickstoffatom nicht symmetrisch zwischen den Fe-Atomen sitzt und es deshalb zu unterschiedlichen Verschiebungen kommt.

Orientierende theoretische Berechnungen, die am C₅H₅-Derivat von **48** durchgeführt wurden, sagen eine gewinkelte Anordnung der beiden CpFe-Einheiten am verbrückenden Nitrido-N-Atom voraus (Abbildung **69**). Für das N-Atom, das ein ungepaartes Elektron besitzt, wird eine hohe Reaktivität vorausgesagt.

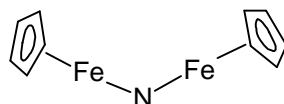


Abbildung **69**: Orientierende theoretische Berechnungen favorisieren eine gewinkelte Anordnung für das C₅H₅-Derivat.

Messungen der magnetischen Suszeptibilität im SQUID-Magnetometer ergaben einer vorläufigen Auswertung der Daten zufolge ein magnetisches Moment von 2.51 cm³K/mol bei Raumtemperatur, was drei oder vier ungepaarten Elektronen entspricht. Bei einer ungeraden Gesamtelektronenzahl muss es sich folglich um drei ungepaarte Elektronen handeln.

Mössbauer-Spektren, Massenspektren, theoretische Überlegungen und die Ergebnisse der Elementaranalysen und vor allem die extreme Reaktivität lassen die Vermutung zu, dass es sich um zwei ⁵⁵CpFe-Zentren handelt die über eine Nitrido-Einheit verbrückt sind. Ob die beiden Eisenzentren untereinander oder über das verbrückende N-Atom so stark gekoppelt sein können, dass bei Raumtemperatur nur drei ungepaarte Elektronen beobachtet werden, kann derzeit nicht beurteilt werden. Die zweifelsfreie Klärung der Zusammensetzung bedarf noch weiterer Experimente und spektroskopischer Untersuchungen.

5.1.2 Reaktion des Stickstoffkomplexes **48** mit Wasserstoff

Setzt man eine Pentanlösung des Stickstoffkomplexes **48** einer Atmosphäre von 10 Vol-% Wasserstoff in Stickstoff aus, so beobachtet man nach wenigen Minuten, dass sich die intensiv grüne Lösung rot färbt und trübt.

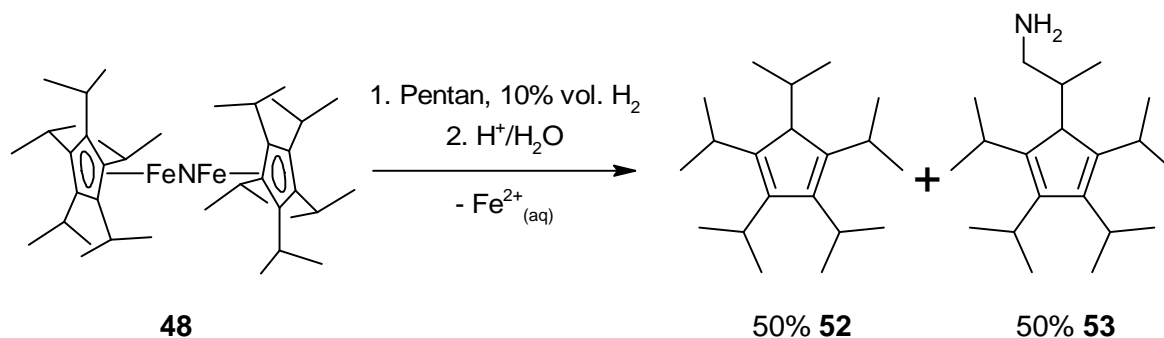


Abbildung 70: Reaktion des Stickstoffkomplexes **48** mit Wasserstoff.

Hydrolysiert man die Reaktionsmischung nach kurzer Rührzeit mit verdünnter Salzsäure, so erhält man nach Aufarbeitung aus der organischen Phase ein blassgelbes Öl, das sich als Gemisch von **52** und **53** erweist, die man in gleichem Verhältnis erhält. Die Charakterisierung erfolgt mittels GC-MS, da durch die Bildung von Tautomeren bei der Verbindung **53** eine genaue Zuordnung mittels NMR-spektroskopischer Methoden nicht möglich ist. Im Gaschromatogramm findet man zwei Signale bei einer Retentionszeit von 19.50 min und 20.48 min. Durch Betrachtung der entsprechenden Massenspektren kann man den Signalen die Verbindungen **52** (19.50 min) und **53** (20.48 min) zuordnen. Um mehr Informationen über diese Reaktion zu erhalten, wurde das gleiche Experiment mit Deuterium wiederholt.

5.1.3 Reaktion des Stickstoffkomplexes **48** mit Deuterium

Setzt man eine Pentanlösung des Stickstoffkomplexes **48** einer Atmosphäre aus Deuterium aus, so beobachtet man nach wenigen Minuten, dass sich die intensiv grüne Lösung rot färbt und trübt. Aufgrund unterschiedlicher Konzentrationen der Reaktanden beim Experiment mit Wasserstoff und Deuterium konnte kein Isotopeneffekt beobachtet werden.

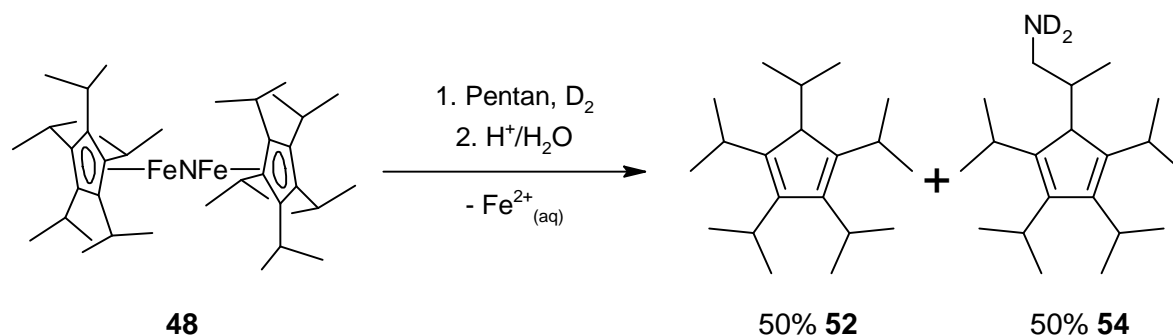


Abbildung 71: Reaktion des Stickstoffkomplexes **48** mit Deuterium.

Die Reaktionsmischung wird wie unter **5.1.2** mit verdünnter Salzsäure hydrolysiert. Nach der Aufarbeitung erhält man ein blassgelbes Öl, dessen Komponenten **52** und **54** ebenfalls im gleichen Verhältnis vorliegen. Die Produkte werden mittels GC-MS charakterisiert.

Im Gaschromatogramm findet man zwei Signale bei einer Retentionszeit von 19.50 min und 21.31 min. Wie im Fall der Umsetzung mit Wasserstoff kann das Signal bei 19.50 min durch den Produktpeak im Massenspektrum mit einer Masse von 275 amu dem H⁵Cp zuordnen. Bei der Retentionszeit von 21.31 min findet man im Massenspektrum einen Produktpeak von 292 amu. Da das Massenspektrometer Anionen erzeugt und detektiert entspricht dies der Masse des Cyclopentadienids **52**, bei dem im Vergleich zum Grundkörper ein Proton einer Methylgruppe durch eine ND₂-Einheit substituiert wurde.

Durch den Vergleich des Massenspektrums der Umsetzung mit Wasserstoff mit dem der Umsetzung mit Deuterium kann der Verbleib des Wasserstoffs in der Reaktion ermittelt werden.

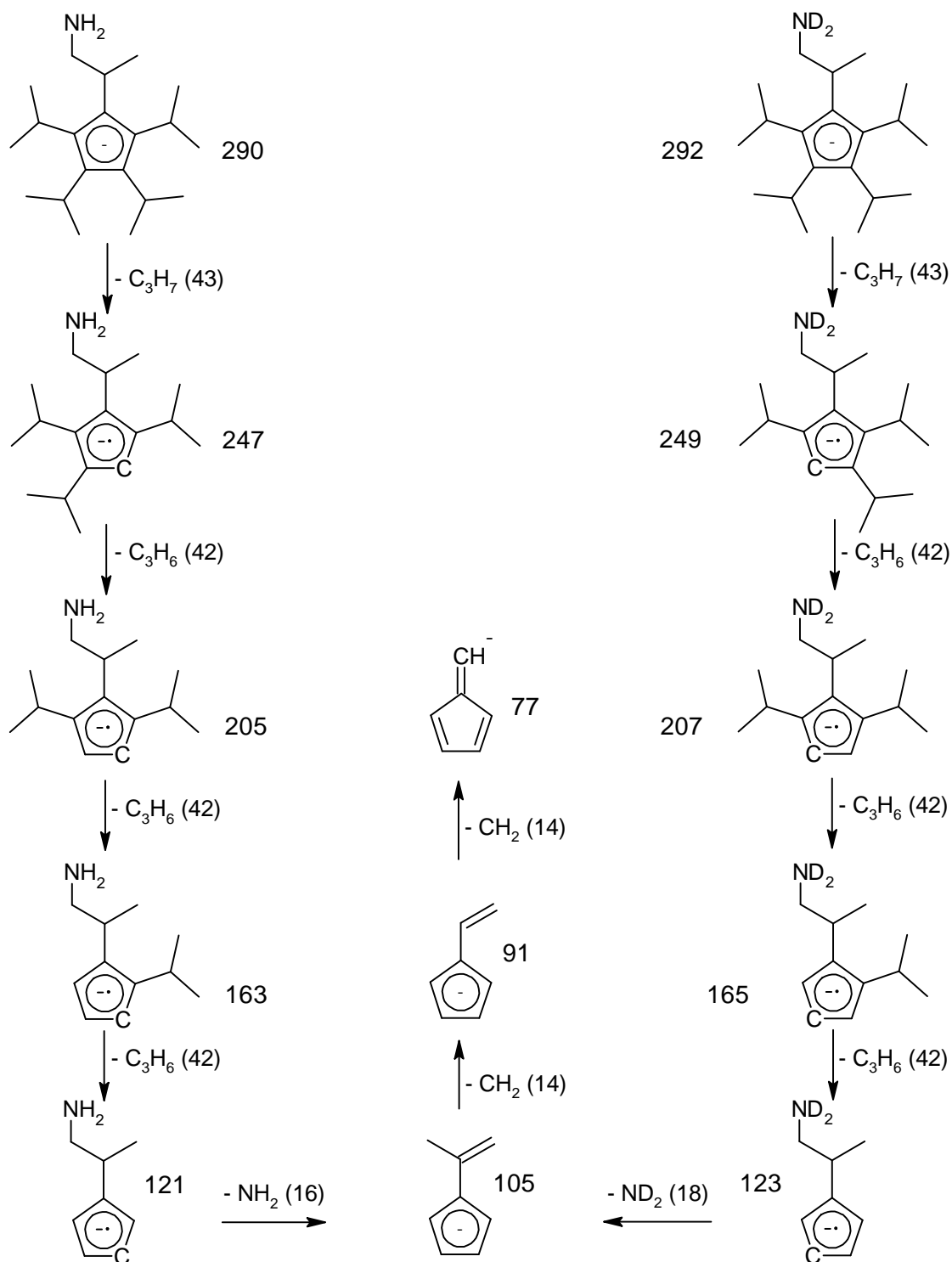


Abbildung 72: Vergleich des deuterierten und undeuterierten stickstoffhaltigen Reaktionsproduktes.

In Abbildung 67 ist die Auswertung der Massenspektren der Moleküle 53 und 54 schematisch dargestellt. Oben findet man die beiden Produktanionen mit 290 amu bzw. 292 amu. Ausgehend von diesen findet man fragmentierte Ionen, bei denen bis zu vier Isopropylgruppen abgespalten wurden. Dabei unterscheiden sich die Anionen um jeweils

zwei Masseneinheiten. Die für die Strukturaufklärung wichtigste Massendifferenz von Fragmenten findet man unten im Diagramm. Dort findet man im Fall des Reaktionsproduktes der Umsetzung mit Wasserstoff eine Massendifferenz von 16 amu, was einer NH_2 -Gruppe entspricht. Im Fall der Umsetzung mit Deuterium findet man an gleicher Stelle eine Differenz von 18 Masseneinheiten, was auf eine ND_2 -Gruppe hindeutet. Kleinere Fragmente haben in beiden Spektren die gleiche Masse.

Aus diesen Erkenntnissen kann man folgern, dass im Fall der Reaktion mit Wasserstoff ein Proton einer Isopropylgruppe des Penta-isopropylcyclopentadienids durch eine Aminogruppe substituiert wird. Im Fall der Reaktion mit Deuterium wird es durch eine ND_2 -Gruppe ersetzt.

Aufgrund dieser Resultate wird folgender Mechanismus vorgeschlagen:

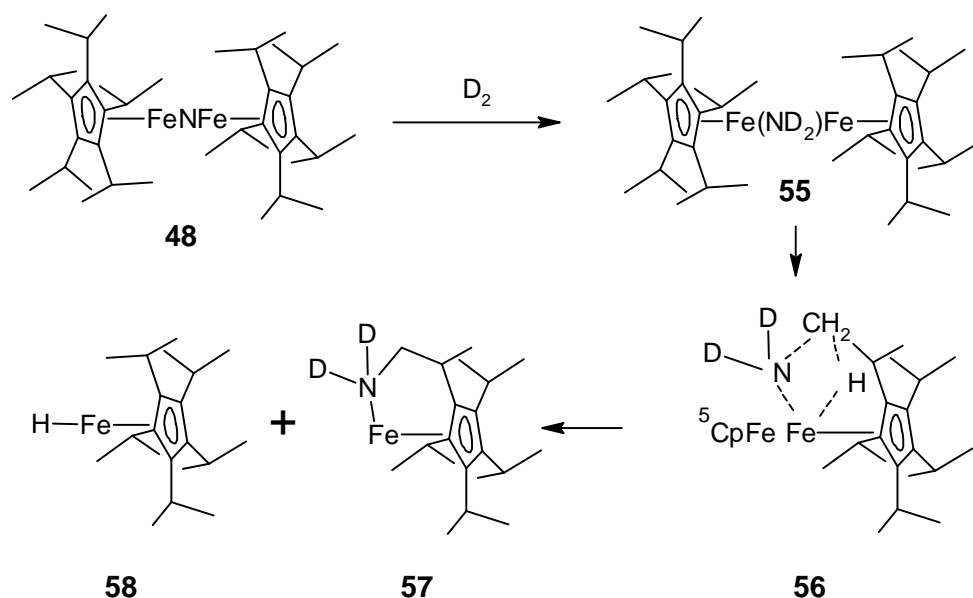
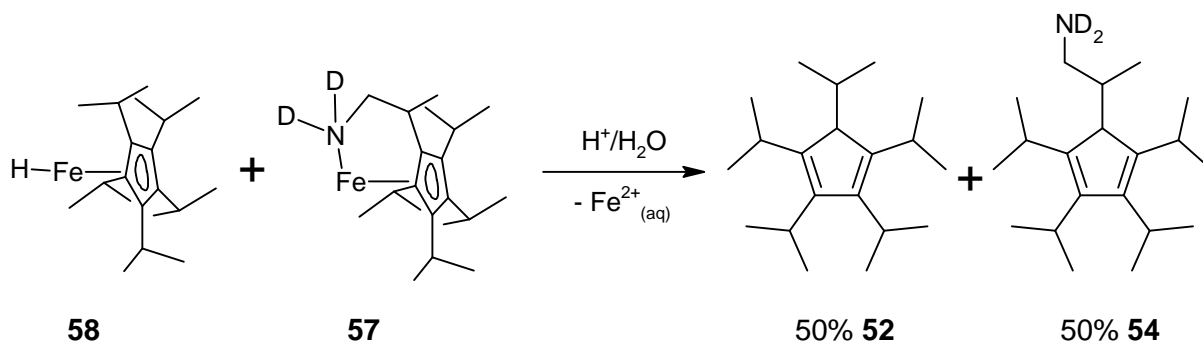


Abbildung 73: Postulierter Mechanismus der Reaktion von **48** mit Deuterium.

Der verbrückende Nitrido-Ligand in Komplex **48** ist in der Lage, ein Deuteriummolekül zu addieren, woraus sich eine Amidoverbrückung der beiden Eisencyclopentadienid-Fragmente ergibt. Das Eisenzentrum aktiviert, wie schon aufgrund der NMR-Daten von Komplex **30** vermutet, eine C-H-Bindung einer Methylgruppe des Isopropylrestes. Diese Aktivierung führt in einem viergliedrigen Übergangszustand zur Ausbildung einer Bindung zwischen Stickstoff und Kohlenstoff, sowie zwischen Eisen und Wasserstoff. In diesem Zustand zerfällt der Komplex in zwei Fragmente. Eines trägt am Eisen das aminosubstituierte Penta-isopropylcyclopentadienid, das zweite besteht aus $^5\text{CpFeH}$. Wie sich aus der Trübung der Reaktionsmischung ab der Zugabe von Wasserstoff schliessen lässt, ist mindestens eine der beiden Spezies nicht stabil und zerfällt. Es waren auch alle Bemühungen erfolglos, an dieser Stelle eine Zwischenstufe der Reaktion zu isolieren.

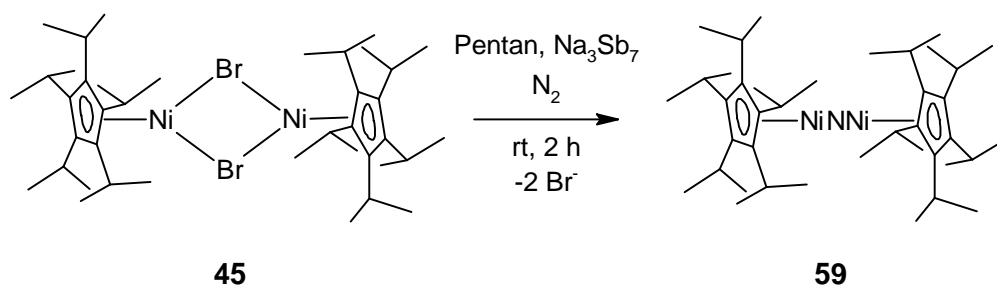
Abbildung 74: Hydrolyse von **58** und **57**.

Nach der wässrigen Aufarbeitung erhält man die bereits beschriebenen Cyclopentadienide **52** und **54** in gleichen Verhältnissen.

5.2 Aktivierung von Distickstoff mit Nickelkomplexen

5.2.1 Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] in Gegenwart von Distickstoff

Reduziert man wie unter **5.1.1** die Halbsandwichverbindung **45** in einer Lösung von Pentan mit Na_3Sb_7 in einer Atmosphäre aus Stickstoff, so beobachtet man einen Farbumschlag von rot nach grün.

Abbildung 75: Reduktion von **45** in Gegenwart von Distickstoff.

Nach der Aufarbeitung und Aufreinigung durch Umkristallisation erhält man einen intensiv grünen kristallinen Feststoff. Dieser ist in Farbe und Kristallinität dem analog erhaltenen Eisenderivat sehr ähnlich, zeigt jedoch eine größere Stabilität. Als Feststoff ist er für kurze Zeit ohne erkennbare Zersetzung an der Luft handhabbar. Auch hält er höhere thermische Belastungen aus, so ist ein Erhitzen bis 80 °C ohne erkennbare Veränderung möglich.

Das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum des paramagnetischen Komplexes **59** ist in Analogie zum Eisenderivat übersichtlich und zeigt lediglich drei Signale.

δ [ppm]	Integral	Halbwertsbreite [Hz]	Zuordnung
15.6	15 H	30	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
10.5	15 H	30	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$
8.4	5 H	51	$^5\text{Cp-CH}(\text{CH}_3)_2$

Tabelle 24: $^1\text{H-NMR}$ -Spektroskopische Daten von **59** (600 MHz, 298 K, C_6D_6).

Bei 15.6 ppm und 10.5 ppm finden sich mit gleichem Integralverhältnis die Signale der metallnahen und metallfernen Methylgruppen, wobei eine genaue Zuordnung nicht möglich ist. Bei einer chemischen Verschiebung von 8.4 ppm treten die Methinprotonen in Resonanz.

Da aus den NMR-spektroskopischen Untersuchungen keine Rückschlüsse über die Verbrückung der beiden Nickelzentren gezogen werden können, wurde mittels eines ESI-Massenspektrometers ein Massenspektrum von Komplex **59** aufgenommen. Dabei wurde eine 10^{-6} molare Acetonitrillösung des Komplexes verwendet.

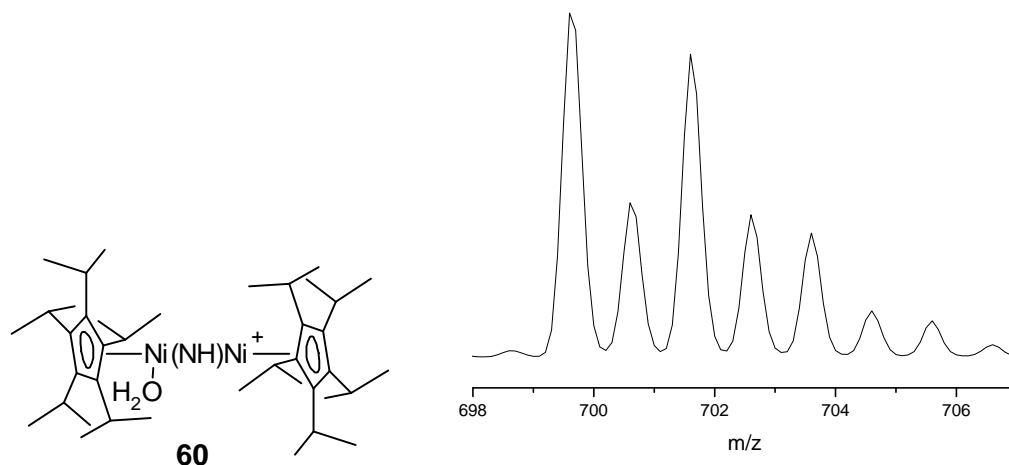


Abbildung 76: Produktpeak des ESI-Massenspektrums.

Der Produktpeak, der die typische Massenverteilung eines dinuklearen Nickelkomplexes zeigt, lässt sich dem erhaltenen Nitridokomplex **59** zuordnen, der am Stickstoff protoniert ist und ein Wassermolekül angelagert hat. Der Grund, weswegen im Fall des Nickels der Stickstoff protoniert wird, um ein Kation zu generieren, während beim Eisen dies nicht auftritt, kann mit der Differenz in den Redoxpotentialen erklärt werden. Das zweiwertige Eisen ist leicht in den dreiwertigen Zustand zu überführen, was beim Nickel nicht so leicht gelingt. Dort wird das Kation leichter durch die Protonierung des Stickstoffs generiert.

Durch die Speicherung der Ionen und weitere Fragmentierung können auch hier weitere Erkenntnisse gewonnen werden.

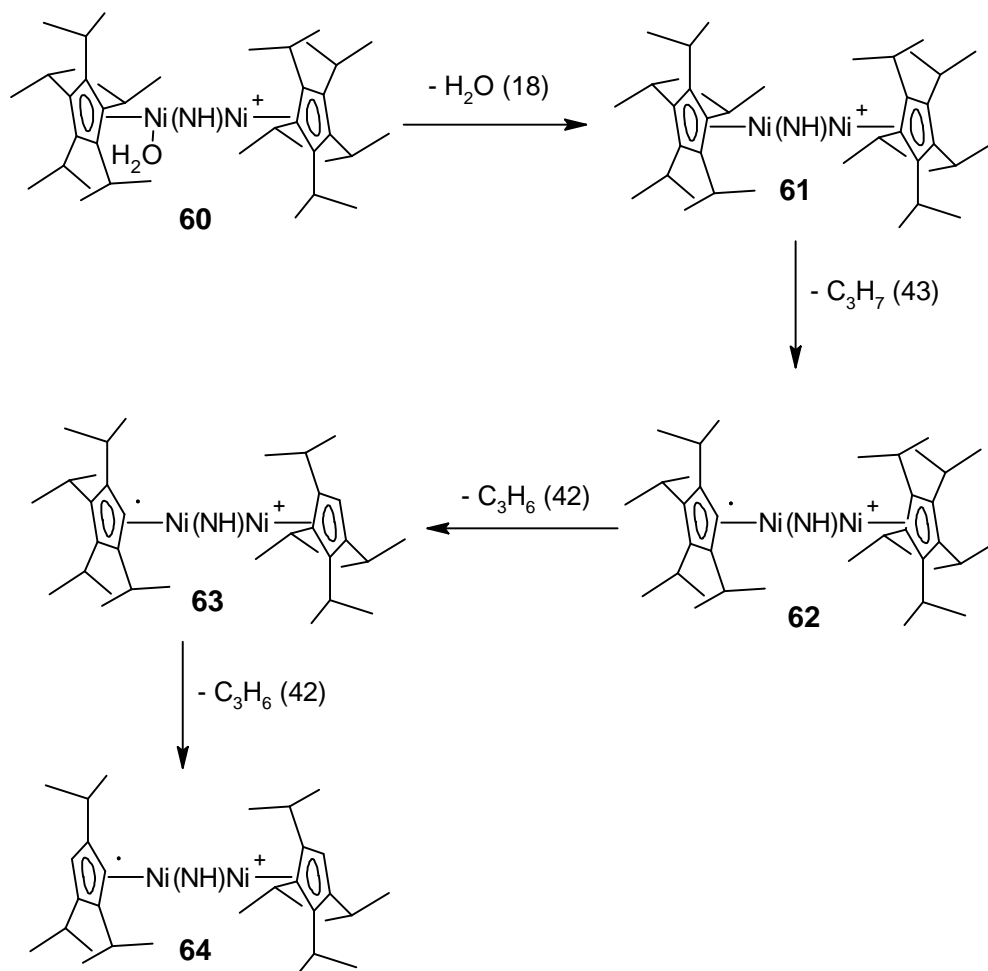
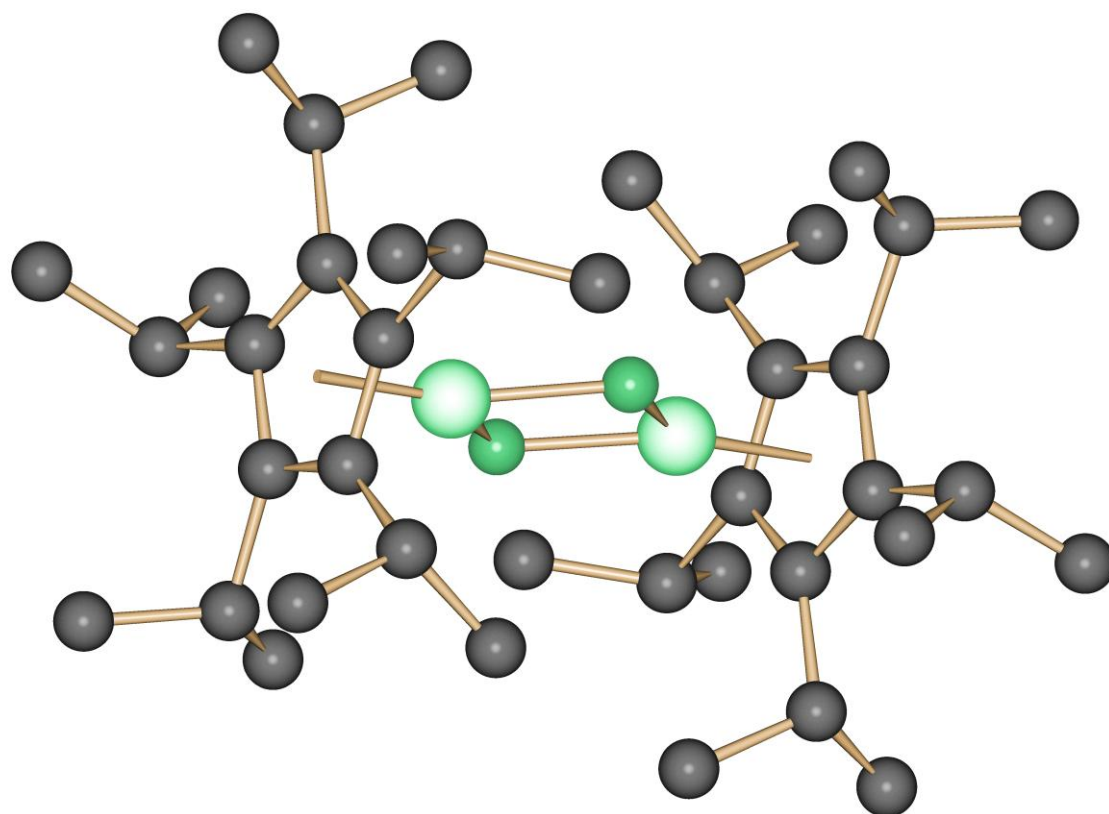


Abbildung 77: Zerfall des Kations **60** im ESI-Massenspektrometer.

Der Zerfall des für den Massenpeak verantwortlichen Kations **60** erfolgt in enger Analogie zum Kation **49**. Im ersten Schritt erfolgt ein Massenverlust von 18 Masseneinheiten, was der Abspaltung von Wasser entspricht. Die folgenden Massenverluste entsprechen den Abspaltungen von bis zu drei Isopropylgruppen.

Durch langsames Eindampfen einer Lösung von **59** war es möglich, quaderförmige Kristalle zu erhalten, die eine röntgenkristallographische Untersuchung möglich machten.



SCHAKAL

Abbildung 78: Schakalplot der Struktur von **59**.

Das Ergebnis der Röntgenstrukturanalyse ähnelt sehr stark der des Eisenkomplexes **48** und zeigt zwei Pentaisopropylcyclopentadienyl-Nickel-Fragmente, die über zwei Nitrido-Liganden verbrückt sind. Der Abstand zwischen dem Zentroid des Cyclopentadienids und dem Nickel ist mit 1.79 Å im typischen Bereich einer solchen Bindung in einem Nickel(II)-komplex^[11,12]. Der Abstand zwischen den beiden Stickstoffatomen beträgt 2.31 Å und lässt keine Wechselwirkung zwischen beiden N-Atomen zu. Der Abstand zwischen beiden Metallatomen ist mit 3.03 Å nur unwesentlich länger als beim Eisenkomplex **48** und ist hier auch als nichtbindend zu betrachten.

Wie schon bei der Struktur von Komplex **48** diskutiert, gibt es Diskrepanzen zwischen der Kristallstruktur und den Ergebnissen der Massenspektren und der Elementaranalyse. Auch hier sind zur zweifelsfreien Klärung der Zusammensetzung und der Bindungsverhältnisse noch weitere Experimente und spektroskopische Untersuchungen von Nöten.

5.2.2 Reaktion des Stickstoffkomplexes **59** mit Wasserstoff

Setzt man eine intensiv grüne Lösung von **59** in Pentan einer Atmosphäre von 10 Vol-% Wasserstoff in Stickstoff aus, so beobachtet man nach wenigen Minuten, dass sich die Reaktionsmischung von grün nach rot färbt und trübt.

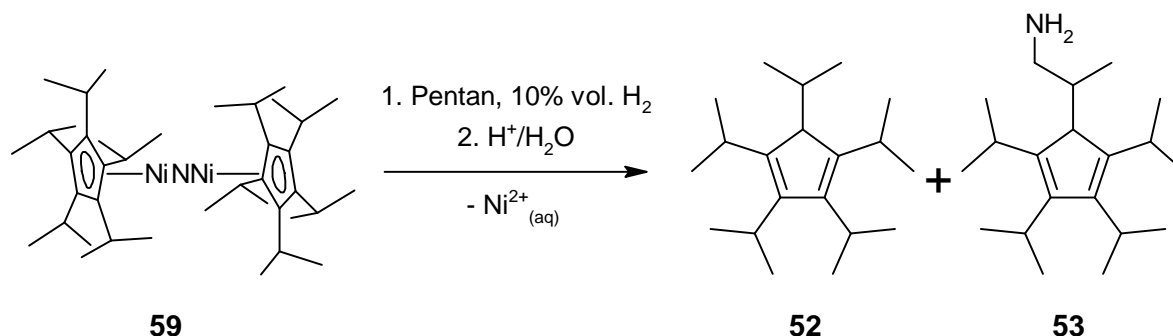


Abbildung **79**: Reaktion des Stickstoffkomplexes **59** mit Wasserstoff.

Nachdem man für einige Zeit bei Raumtemperatur gerührt hat wird die Reaktionsmischung mit verdünnter Salzsäure hydrolysiert. Nach der standardmäßigen Aufarbeitung findet man in der organischen Phase die beiden Cyclopentadiene **52** und **53**. Das Verhältnis dieser beiden im Produkt liegt nicht wie bei der entsprechenden Umsetzung des Eisenderivates bei 1:1, sondern man findet das Substitutionsprodukt **53** in einer Maximalkonzentration von 30%. Die Charakterisierung der Reaktionsprodukte erfolgt mittels GC-MS-Messung. Man findet ein Signal bei einer Retentionszeit von 19.5 min, das mit einem Massenpeak von 275 amu dem H⁵Cp zugeordnet werden kann. Nach 21.31 min zeigt sich das Signal des Amins **53**, das im Massenspektrum mit einer Masse von 290 amu zugeordnet werden kann.

6 Experimenteller Teil

6.1 Arbeitstechniken und Geräte

Alle präparativen Arbeiten zur Synthese der Metallkomplexe wurden, soweit nicht anders angegeben, unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluß in einer Argonatmosphäre durchgeführt. Die Synthese der Liganden erfolgte unter einer Stickstoffatmosphäre. Die verwendeten Lösungsmittel wurden entgast, eine Woche über Alkalimetall zum Sieden erhitzt und unter Stickstoff aufbewahrt. Dabei wurden folgende Alkalimetalle für die entsprechenden Lösungsmittel verwendet: Kalium für THF, Natrium/Kalium-Legierung für n-Pentan und Diethylether, Natrium für Toluol. Acetonitril wurde über Calciumhydrid absolutiert.

Alle Elementaranalysen wurden mit dem vario Micro cube der Firma Elementar Analysentechnik/Hanau durchgeführt.

Die Kernresonanzspektren wurden an den Puls-FT-NMR-Geräten AC 200 (Meßfrequenz: ^1H : 200.16 MHz), AMX 400 (Meßfrequenzen: ^1H : 400.16 MHz, ^{13}C : 100.62 MHz) und AMX 600 (Meßfrequenzen: ^1H : 600.13 MHz, ^{13}C : 150.92 MHz) der Firma Bruker aufgenommen. Die Angaben der chemischen Verschiebung erfolgt nach der δ -Skala in ppm. Die Kopplungskonstanten werden in Hertz angegeben, wobei das Vorzeichen nicht berücksichtigt wird. Das deuterierte Lösungsmittel dient als interner Standard der δ -Skala. Die Meßfrequenzen, das verwendete Lösungsmittel sowie die Meßtemperaturen sind den jeweiligen Tabellen zu entnehmen. Die Signalmultiplizitäten kürzen sich wie folgt ab: s (Singulett), d (Dublett), t (Triplet), sep (Septett) oder br (breites Signal ohne erkennbare Aufspaltung).

Die GC-Massenspektren wurden an einem Varian 3900 Gaschromatographen und einem Varian Saturn 2100T Massenspektrometer aufgenommen.

Die GC-Spektren zur Kontrolle der Ligandsynthesen wurden an einem Shimadzu GC-17A mit Flammenionisationsdetektor aufgenommen. Dabei wurde eine Säule von Supelco verwendet, die mit Poly(95%dimethyl/5%diphenyl)siloxan beschichtet ist (30 m Länge, 0.32 mm Innendurchmesser und 0.25 μm Film). Die Injektortemperatur betrug 70 °C, die Detektortemperatur 280 °C und die Säulentemperatur 70 °C, diese wurde mit einer Heizrate von 50 °C/min bis auf 280 °C erhöht.

Die Messungen der magnetischen Suszeptibilität wurden von Frau Dr. Lan im Arbeitskreis von Frau Prof. Dr. Powell (KIT) an einem Quantum Design SQUID Magnetometer MPMS-XL durchgeführt. Dabei wurden 33.5 mg einer polykristalline Probe von Komplex **34** verwendet.

6.2 Ausgangsverbindungen

Das eingesetzte 1-Naphthyllithium wurde nach der Literaturvorschrift von Schleyer et. al.^[52] hergestellt. Die Synthese der eingesetzten Ausgangsverbindungen Nickel- und Eisenbromid wurden im Arbeitskreis entwickelt und dementsprechend durchgeführt^[5,12]. Das Na_3Sb_7 wurde nach einer Vorschrift von Zimmer synthetisiert^[11]. Die übrigen Chemikalien wurden aus dem Fachhandel bezogen.

6.3 Versuchsbeschreibungen

6.3.1 Triisopropylcyclopentadien-Isomere

In einem zwei Liter Dreihalskolben mit Anschütz-Aufsatz, KPG-Rührer, Tropftrichter, Rückflusskühler und Innenthermometer werden ein Liter wässrige Kalilauge (50%, aus 750 ml Wasser und 750 g KOH), 13.5 g Adogen 464 und 32 ml (0.4 mol) frisch gecracktes Cyclopentadien unter starkem Rühren mit 90 ml 2-Brompropan versetzt. Weitere 98 ml 2-Brompropan (Gesamtmenge 188 ml; 2 mol) werden zu der Reaktionsmischung getropft. Dabei steigt die Innentemperatur auf 52 bis 55 °C. Diese wird durch ein Heizbad im Verlauf von 3 bis 4 Stunden auf ca. 65 °C erhöht und über Nacht aufrechterhalten.

Nach insgesamt 12 Stunden lässt man abkühlen, trennt die organische Phase im Scheidetrichter ab und schüttelt die wässrige Phase mit ca. 150 ml Petrolether aus. Die wässrige Phase kann nach Entfernen des ausgefallenen Kaliumbromids und Versetzen mit 110 g KOH-Plätzchen und 13.5 g Adogen 464 für einen weiteren Ansatz wiederverwendet werden.

Die vereinigten organischen Phasen werden im Rotationsverdampfer von Petrolether weitgehend befreit und im Vakuum destilliert. Eine Trocknung ist nicht nötig, da Wasser als überwiegender Teil zusammen mit Diisopropylcyclopentadien in ca. 5 bis 8 ml Vorlauf vor dem Triisopropylcyclopentadien destilliert. Die klare blassgelbe Hauptfraktion besteht aus

Triisopropylcyclopentadien-Isomeren und Tautomeren mit Spuren von Di- und Tetraisopropylcyclopentadienen.

GC-Daten: 5.9 bis 6.4 min, mehrere Signale.

Ausbeute: 75 g (0.389 mol, 97%) gelbliches Öl.

Hauptfraktion: 75 bis 95 °C bei 6 mbar.

6.3.2 Tetraisopropylcyclopentadien-Isomere

In einen Kolben mit KPG-Rührer, Kühler und Tropftrichter werden 15.1 g (0.4 mol) Natriumamid und 300 ml THF vorgelegt. Unter Rühren gibt man zu dieser Suspension 76.2 g (0.4 mol) der vereinigten Triisopropylcyclopentadien-Fractionen. Die Reaktionsmischung wird langsam zum Sieden erhitzt. Nach 8 Stunden ist die Ammoniakentwicklung beendet und der erhaltenen konzentrierten, braunen, viskosen Lösung des Natriumtriisopropylcyclopentadienids erlaubt man auf 40 °C abzukühlen. Während der tropfenweisen Zugabe von 48.7 g (0.4 mol) 2-Brompropan erhöht sich die Temperatur wieder und es fällt ein farbloser kristalliner Feststoff aus. Dabei verringert sich die Viskosität und die braune Farbe verschwindet langsam. Die Reaktionsmischung wird für eine weitere Stunde zum Sieden erhitzt, um die Reaktion zu vervollständigen. Nach vorsichtiger Zugabe von 15 ml Wasser wird der größte Teil des Lösungsmittels abdestilliert. Nach der Zugabe von weiteren 150 ml Wasser wird die organische Phase mit 200 ml Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden fraktionierend destilliert.

GC-Daten: 7.8 bis 8.3 min, mehrere Signale.

Ausbeute: 81.3 g (0.346 mol, 88%).

Hauptfraktion: 70 bis 85 °C bei 0.1 torr.

6.3.3 Natriumtetrakispropylcyclopentadienid (20)

Eine Suspension von 16 g (0.41 mol) Natriumamid in einer Lösung von 70 g (0.30 mol) Tetrakispropylcyclopentadien-Isomeren in 350 ml THF wird für 60 h zum Sieden erhitzt. Es wird langsam Ammoniak entwickelt, während sich die Lösung braun färbt. Nach Beendigung der Reaktion werden alle unlöslichen Komponenten abfiltriert und das Filtrat im Vakuum zur Trockene eingeeengt. Der feste Rückstand wird in 250 ml Petrolether suspendiert. Das unlösliche Salz wird auf einer Fritte gesammelt und gründlich mit Petrolether gewaschen.

GC-Daten: Retentionszeit (nach Hydrolyse): 7.9 min und 8.0 min, 2 Signale.

Ausbeute: 38.6 g (0.15 mol, 50%).

6.3.4 1,2,3,4-Tetrakispropyl-6-(dimethylamino)pentafulven (24)

Eine Lösung von 6.67 g (26 mmol) Natriumtetrakispropylcyclopentadienid und 1.87 g (26 mmol) Trimethylaluminium in 100 ml THF wird auf -30 °C gekühlt. Zu dieser Lösung tropft man innerhalb von einer Stunde 5.18 g (26 mmol) Dimethylamino-methoxy-carbenium-monomethylsulfat^[39] unter Rühren zu, wobei eine stetige Gasentwicklung zu beobachten ist. Das Reaktionsgemisch wird im Kältebad belassen, wo es sich innerhalb von 20 Stunden auf Raumtemperatur erwärmt. Nach Zugabe von 5 ml Methanol und weiterem Rühren für eine halbe Stunde bei Raumtemperatur wird das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der Rückstand wird in 200 ml Diethylether aufgenommen und die unlöslichen Bestandteile abgetrennt. Der Etherextrakt wird bis zur Trockene eingeeengt. Man erhält **24** als orangeroten kristallinen Feststoff in guter Ausbeute und mit einer Reinheit von 97% (laut GC).

GC-Daten: Retentionszeit: 11.7 min.

Ausbeute: 7.05 g (24.3 mmol, 93%).

6.3.5 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methylpentafulven (**25**)

Eine Lösung von 7.0 g (24.3 mmol) 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)penta-fulven in 100 ml Diethylether wird auf 0 °C gekühlt und unter Rühren 15.2 ml Methyllithium (1.6 mol/l in Diethylether, 24.3 mmol) innerhalb einer Stunde zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird noch eine Stunde bei 0 °C, danach 1.5 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. In dieser Zeit hellt sich die zuvor leuchtend rote Lösung zunehmend auf. Das Reaktionsgemisch wird wieder auf 0 °C gekühlt und eine Lösung von 2.3 g (24.3 mmol) Dimethylchlorsilan in 25 ml Diethylether langsam zugetropft. Danach lässt man den Ansatz im Eisbad langsam auftauen. Nach Rühren über Nacht bei Raumtemperatur wird der Diethylether entfernt. Zu der erhaltenen zähen Masse gibt man 100 ml Pentan und 3 ml Wasser und lässt für eine weitere Stunde bei Raumtemperatur rühren, wobei eine Gasentwicklung zu beobachten ist. Die leuchtend rote Pentanlösung wird vom zurückbleibenden Feststoff abgetrennt und bis zu einem orangeroten Öl eingengt. Bei einem Druck von $4 \cdot 10^{-2}$ mbar und einer Temperatur im Ölbad von 70 °C erhält man mit einem Schlenkrohr geeigneter Länge an der Ölbadgrenze **25** als kristallinen leuchtend orangeroten Feststoff. Dabei können Kristalle bis zu einer Kantenlänge von mehreren Millimetern entstehen. Nach etwa drei Stunden ist die Sublimation beendet.

Neben der Sublimation ist es auch möglich, durch die Zugabe von wenig Ethanol (ca. 30 ml) und das Kühlen auf -30 °C **25** in brauchbarer Menge und Reinheit zu erhalten. Das nach der Sublimation erhaltene Produkt weist laut gaschromatographischer Untersuchung eine Reinheit von 97% auf. Das Produkt nach der Fällung mit Ethanol ist von geringerer Reinheit (94%, laut GC), jedoch für die weitere Synthese durchaus zu verwenden.

GC-Daten: Retentionszeit: 10.4 min.

Ausbeute: 5.40 g (20.9 mmol, 86%).

Sublimation: $4 \cdot 10^{-2}$ mbar, 70 °C.

6.3.6 Lithiumpentaisopropylcyclopentadienid Diethyletheraddukt (26)

Zu einer Lösung von 4.4 g (17 mmol) 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-methyl-pentafulven in 150 ml Diethylether wird bei 0 °C innerhalb von 30 min 10.6 ml Methyllithium (17 mmol, 1.6 mol/l in Diethylether) getropft. Nach beendeter Zugabe lässt man auf Raumtemperatur erwärmen und rührt weitere 5 Stunden. Abschließend wird das Lösungsmittel im Vakuum entfernt, wobei ein farbloser Feststoff zurückbleibt, der ohne Reinigung für weitere Synthesen verwendet werden kann.

GC-Daten: Retentionszeit (nach Hydolyse): 10.6 min.

Ausbeute: 5.77 g (16.2 mmol, 95%).

6.3.7 2-Brom-1,3-diisopropylbenzol (28)

Zu 150 ml konzentrierter Bromwasserstoffsäure (48%) gibt man unter heftigem Rühren 30 g (169 mmol) 2,6-Diisopropylamin. Es entsteht eine schwachgelbe Suspension, die auf -50 °C gekühlt wird. Dazu gibt man portionsweise 20 g (289 mmol) Natriumnitrit, wobei sich die Reaktionsmischung augenblicklich bräunlich verfärbt. Man rührt eine Stunde bei -50 °C, gibt 150 ml auf -50 °C gekühlten Diethylether zu und lässt langsam auf -15 °C auftauen. Beim Erreichen einer Temperatur von -22 °C setzt die Entwicklung eines braunen Gases ein. Hat man eine Temperatur von -15 °C erreicht, belässt man die Reaktionsmischung bei dieser Temperatur, bis die Gasentwicklung merklich nachgelassen hat. Nun wird wieder auf -50 °C gekühlt und erst portionsweise 200 ml Wasser, dann 100 g Natriumcarbonat zugegeben. Man lässt auf Raumtemperatur auftauen und rührt über Nacht, wobei weiterhin eine stetige Gasentwicklung zu erkennen ist. Die Phasen werden getrennt, die wässrige Phase wird noch zweimal mit Diethylether extrahiert. Die organischen Phasen werden vereinigt und der Diethylether im Vakuum entfernt. Das Rohprodukt stellt sich als rötlich-gelbe leicht bewegliche Flüssigkeit dar. Durch Vakuumdestillation des Rohproduktes bei $1 \cdot 10^{-2}$ mbar erhält man bei einer Siedetemperatur von 65 °C die Produktfraktion als farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit.

GC-Daten: Retentionszeit: 8.95 min.

Ausbeute: 29.6 g (123 mmol, 73%).

CH-Analyse:

M: 241.17 g · mol ⁻¹	C ₁₂ H ₁₇ Br		
Analysendaten	C	H	
ber.:	59.76%	7.11%	
gef.:	58.95%	7.20%	

6.3.8 1,3-Diisopropylphenyl-2-magnesiumbromid (29)

25 g (104 mmol) 2-Brom-1,3-diisopropylbenzol, 2.6 g (107 mmol) Magnesium und einige Körnchen Iod werden zusammen mit 150 ml THF für 3 Stunden auf 65 °C erhitzt. Die anfangs rote Suspension wird dabei gräulich schwarz, wobei sich das Magnesium fast vollständig auflöst. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird das restliche Magnesium abfiltriert, das THF im ÖPV entfernt und der farblose Rückstand zweimal mit Petrolether gewaschen. Man entfernt den restlichen Petrolether im ÖPV und erhält das Produkt als farblosen, kristallinen Feststoff. Die Grignardverbindung enthält pro Formeleinheit noch ein Molekül THF.

GC-Daten (nach Hydrolyse) : Retentionszeit: 6.03 min.

Ausbeute: 32.4 g (96 mmol, 93%).

CH-Analyse:

M: 337.58 g · mol ⁻¹	C ₁₆ H ₂₅ MgBrO		
Analysendaten	C	H	
ber.:	56.93%	7.46%	
gef.:	57.16%	7.79%	

6.3.9 σ -2,6-Diisopropylphenyl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) (30)

Zu einer Lösung von 500 mg (0.68 mmol) Tetraisopropylcyclopentadienyl-eisen(II)bromid-Dimer in 10 ml THF wird unter Rühren eine Lösung von 460 mg (1.36 mmol) 1,3-Diisopropylphenyl-magnesiumbromid-THF-Komplex in 5 ml THF gegeben. Die anfangs tiefgrüne Lösung hellt sich nach Zugabe der Grignardverbindung nach gelb auf. Man rührt 5 Minuten bei Raumtemperatur und entfernt danach das THF im ÖPV. Der Rückstand wird

zweimal mit Pentan extrahiert. Nach dem Entfernen des Pentans aus den vereinigten Pentanextrakten erhält man **30** als gelbes, kristallines, instabiles Pulver in guter Ausbeute

Ausbeute: 496 mg (1.1 mmol, 81%).

6.3.10 [Tetraisopropylcyclopentadienyleisen(II)($\mu, \eta^6: \eta^1$ -2,6-diisopropylphenyl)kupfer(I)-bromid] (**31**)

Zu einer Lösung von 100 mg (0.22 mmol) σ -2,6-Diisopropylphenyl(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) in 10 ml THF wird unter Rühren 32 mg (0,22 mmol) Kupfer(I)-bromid gegeben. Die anfangs blassgelbe Lösung färbt sich kurze Zeit nach Zugabe des Kupfer(I)-bromids intensiv rot. Man rührt 45 Minuten bei Raumtemperatur und entfernt danach das THF im ÖPV. Der Rückstand wird zweimal mit Toluol extrahiert. Nach dem Entfernen des Toluols aus den vereinigten Phasen und Waschen mit Pentan wird **31Br** als roter, kristalliner Feststoff erhalten.

Ausbeute: 86 mg (0.14 mmol, 65%).

CH-Analyse:

M: 595.99 g · mol ⁻¹		C ₂₉ H ₄₈ BrCuFe	
Analysendaten	C	H	
ber.:	58.64%	7.81%	
gef.:	56.56%	7.74%	

6.3.11 Penta-isopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromide (**32**)

Zu einer Suspension von 856 mg (2.8 mmol) Dimethoxyethan-eisen(II)bromid in 20 ml DME wird innerhalb einer halben Stunde eine Lösung von 1 g (2.8 mmol) Lithium-penta-isopropylcyclopentadienid (als Diethyletherkomplex) in 20 ml DME zugetropft. Die fahlgelbe Farbe der Eisen(II)bromid-Suspension ändert sich bei Zugabe nach grünlich-gelb, wobei das Eisen(II)bromid in Lösung geht. Man lässt das Reaktionsgemisch bei

Raumtemperatur für 12 Stunden rühren und entfernt danach das DME im ÖPV. Nach dreimaliger Extraktion mit je 20 ml Pentan wird das Pentan der grünlich-gelben vereinigten Pentanextrakte im ÖPV entfernt. Das Produkt wird als blassgelber, kristalliner Feststoff erhalten.

Ausbeute: 1.18 g (2.35 mmol, 84%).

CH-Analyse:

M: 501.36 g · mol ⁻¹		C ₂₄ H ₄₅ BrFeO ₂	
Analysendaten	C	H	
ber.:	57.49%	9.05%	
gef.:	56.98%	8.89%	

6.3.12 Bis[(μ-bromo)(η⁵-pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] (33)

Zu einer Suspension von 306 mg (1.0 mmol) Dimethoxyethan-eisen(II)bromid in 5 ml Pentan wird unter Rühren eine Lösung von 357 mg (1.0 mmol) Lithium-pentaisopropylcyclopentadienid (als Diethyletherkomplex) in 15 ml Pentan zugegeben. Die anfangs fahlgelbe Suspension färbt sich langsam und unter Auflösung des Feststoffes intensiv rot. Nachdem für zwei Tage gerührt wurde, entfernt man die unlöslichen Bestandteile durch Zentrifugation und wäscht mit 10 ml Pentan. Die intensiv roten Pentanextrakte werden vereinigt und im Vakuum zur Trockene eingeeengt. Man erhält **33** als intensiv dunkelroten, mikrokristallinen Feststoff in guter Ausbeute.

Ausbeute: 708 mg (0.86 mmol, 86%).

CH-Analyse:

M: 822.84 · mol ⁻¹		C ₄₀ H ₇₀ Br ₂ Fe ₂	
Analysendaten	C	H	
ber.:	58.41%	8.58%	
gef.:	56.53%	8.39%	

6.3.13 σ -2,6-Diisopropylphenyl(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) ausgehend von 32

501 mg (1.0 mmol) Pentaisopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromid werden zusammen mit 337 mg (1.0 mmol) 1,3-Diisopropylphenyl-magnesiumbromid und 15 ml THF für 3 Stunden auf 75 °C erhitzt. Die anfangs blassgelbe Farbe ändert sich beim Erhitzen bald nach rotorange. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur entfernt man das THF im ÖPV und extrahiert zweimal mit je 20 ml Pentan. Aus den vereinigten rotorangefarbenen vereinigten Pentanextrakten wird das Lösungsmittel im ÖPV entfernt. Man erhält das Produkt als gelborangefarbenen, kristallinen Feststoff in guter Ausbeute.

Ausbeute: 424 mg (0.86 mmol, 86%).

CH-Analyse:

M: 492.60g · mol ⁻¹		C ₃₂ H ₅₂ Fe	
Analysendaten	C	H	
ber.:	78.02%	10.64%	
gef.:	76.30%	10.57%	

6.3.14 σ -2,6-Diisopropylphenyl(pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) ausgehend von 33

823 mg (1.0 mmol) Bis[(μ -bromo)(η^5 -pentaisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] werden zusammen mit 337 mg (1.0 mmol) 1,3-Diisopropylphenyl-magnesiumbromid und 10 ml THF für 3 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Die anfangs intensiv dunkelrote Farbe hellt sich nach rotorange auf. Das THF wird im ÖPV entfernt und der Rückstand zweimal mit je 20 ml Pentan extrahiert. Das Pentan der rotorangefarbenen vereinigten Pentanextrakte wird im ÖPV entfernt. Man erhält das Produkt als gelborangefarbenen, kristallinen Feststoff in guter Ausbeute.

Ausbeute: 436 mg (0.89 mmol, 89%).

CH-Analyse:

M: 492.60g · mol ⁻¹		C ₃₂ H ₅₂ Fe	
Analysendaten	C	H	
ber.:	78.02%	10.64%	
gef.:	77.19%	10.52%	

6.3.15 Pentaisopropylcyclopentadienyleisen(II)(η^6 -2,6-Diisopropyl-trimethylaluminat) (35)

Zu einer Lösung von 501 mg (1.0 mmol) **34** in ca. 25 ml Pentan werden unter Rühren 74 mg (1.0 mmol) Trimethylaluminium pipettiert. Die anfangs orangefarbene Lösung färbt sich nach der Zugabe sofort violett. Nach fünf Minuten beendet man das Rühren und lässt die Reaktionslösung für 48 h bei Raumtemperatur stehen. Dabei fällt **35** als violettfarbener, kristalliner Feststoff aus, während sich die Lösung komplett entfärbt. Die überstehende Lösung wird abgegossen und der Feststoff noch zweimal mit je 15 ml Pentan gewaschen.

Ausbeute: 519 mg (0.92 mmol, 91%).

CH-Analyse:

M: 564.68g · mol ⁻¹		C ₃₅ H ₆₁ AlFe	
Analysendaten	C	H	
ber.:	74.44%	10.89%	
gef.:	72.92%	10.81%	

6.3.16 Reaktion von **34** mit Kupfer(I)bromid

Zu einer Lösung von 501 mg (1.0 mmol) **34** in ca. 20 ml THF wird unter Rühren 160 mg (1.1 mmol) Kupfer(I)bromid gegeben. Nach zweitägigem Rühren der Reaktionsmischung werden die ungelösten Rückstände durch Zentrifugation abgetrennt. Man entfernt das THF im Vakuum und nimmt den fast farblosen Rückstand in Toluol auf. Überschichtet man diese Lösung mit Pentan und lässt sie an einem ruhigen Ort stehen, so erkennt man nach wenigen Tagen, dass ein mikrokristalliner, fast farbloser Feststoff, das Cu₄dipp₄ ausfällt. Dieser wird abgetrennt und die überstehende mittlerweile dunkelrote Lösung wird zur Trockene eingengt. Dabei erhält man einen dunkelroten, kristallinen Feststoff, der als Verbindung **33** identifiziert werden kann.

Ausbeute an **33**: 267 mg (0.65 mmol, 65%).

Ausbeute an Cu₄dipp₄: 153 mg (0.68 mmol, 68%).

6.3.17 Reaktion von **34** mit Kupfer(I)triflat

Zu einer Lösung von 400 mg (0.81 mmol) Arylkomplex **34** in ca. 20 ml Toluol wird unter Rühren 205 mg (0.81 mmol) Kupfer(I)triflat in ebenfalls ca. 20 ml Toluol gegeben. Dabei färbt sich die Reaktionsmischung nach kurzer Zeit dunkelrot. Nach einer Reaktionszeit von zwei Tagen entfernt man das Toluol im Vakuum und versetzt den Rückstand mit Pentan. Die unlöslichen Bestandteile werden abgetrennt und die erhaltene dunkelrote Lösung zur Trockene eingeeengt. Dabei erhält man einen dunkelroten, kristallinen Feststoff, der als **39** charakterisiert werden kann. Die zuvor abgetrennten Komponenten werden erneut in Toluol gelöst, wobei eine dunkelrote Toluollösung entsteht. Lässt man das Lösungsmittel langsam verdampfen setzt sich am Rand des Kristallisationsgefäßes **38** als dunkelroter, kristalliner Feststoff ab. Als Bodensatz erhält man das Cu_4dipp_4 als fast farblosen, mikrokristallinen Feststoff.

Ausbeute an **39**: 102 mg (0.25 mmol, 31%).

Ausbeute an **38**: 141 mg (0.20 mmol, 25%).

Ausbeute an Cu_4dipp_4 : 83 mg (0.37 mmol, 46%).

6.3.18 Reaktion von **35** mit Aceton

Eine Lösung von 100 mg (0.18 mmol) Hetero-Zweikernkomplex **35** in 10 ml Aceton, versetzt mit der äquimolaren Menge an Alkalibromid, wird bei Raumtemperatur für zwei Tage gerührt. Dabei wird eine leichte Intensivierung der Farbe beobachtet. Man entfernt das Aceton im Vakuum und versetzt mit ca. 10 ml Pentan. Der ausgefallene farblose kristalline Feststoff wird durch Zentrifugation abgetrennt. Die Lösung wird im Vakuum bis zur Trockene eingeeengt. Dabei erhält man einen dunkelroten, kristallinen Feststoff, der als **33** identifiziert werden kann. Bei dem farblosen, kristallinen Feststoff handelt es sich um ein Alkalialuminat.

Ausbeute an **33**: 12 mg (0.03 mmol, 17%).

Ausbeute an **40**: 141 mg (für einen Ansatz mit KBr).

6.3.19 Natrium-2,6-diisopropylphenolat

Zu einer Lösung von 2.48 g (13.9 mmol) 2,6-Diisopropylphenol in 50 ml THF gibt man 0.31 g (13.9 mmol) Natrium und rührt bei Raumtemperatur. Nach beendeter Wasserstoffentwicklung werden Natriumreste entfernt. Die erhaltene Lösung kann in dieser Form für die Synthese der Eisenkomplexe verwendet werden. Zur Isolierung des Salzes entfernt man das THF im Vakuum und wäscht den Feststoff gründlich mit Petrolether. Man erhält das Produkt als farblosen, kristallinen Feststoff in hoher Ausbeute.

Ausbeute: 3.60 g (13.2 mmol, 95%).

CH-Analyse:

M: 272.36 g · mol ⁻¹		C ₁₆ H ₂₅ NaO ₂	
Analysendaten	C	H	
ber.:	70.56%	9.25%	
gef.:	69.87%	9.19%	

6.3.20 2,6 Diisopropoxyloxo(cyclohexadienyl)(tetraisopropylcyclopentadienyl)-eisen(II) (41)

Zu einer Suspension von 5 g (13.9 mmol) Dimethoxyethan-eisen(II)bromid in 50 ml THF wird bei -30 °C eine Lösung von 3.52 g (13.9 mmol) Natriumtetraisopropylcyclopentadienid in 50 ml THF innerhalb einer halben Stunde zugetropft. Die Reaktionsmischung verfärbt sich dunkelgrün. Nach einstündigem Rühren bei -30 °C wird langsam eine Lösung von 2.78 g (13.9 mmol) Natrium-2,6-diisopropylphenolat in 50 ml THF zugetropft. Nach beendeter Zugabe rührt man für 20 Minuten bei -30 °C und lässt die Reaktionsmischung langsam auf Raumtemperatur erwärmen. Das THF wird im Vakuum entfernt. Nach Zugabe von 100 ml Diethylether und 100 ml 10%iger Salzsäure erhält man zwei Phasen. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase mit weiteren 100 ml Diethylether gewaschen. Die wässrige Phase wird mit 100 ml Diethylether überschichtet und mit Natronlauge bis zur leicht alkalischen Reaktion neutralisiert. Die anfangs farblose etherische Phase färbt sich bei Erreichen eines basischen pH-Wertes rot. Diese Phase wird abgetrennt und die basische wässrige Phase ein weiteres Mal mit 100 ml Diethylether ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen der alkalischen Extraktion werden am Rotationsverdampfer eingeeengt und im Ölpumpenvakuum getrocknet. **41** wird als roter, kristalliner Feststoff erhalten.

Ausbeute: 3.96 g (7.78 mmol, 56%).

CH-Analyse:

M: 508.60 g · mol ⁻¹	C ₃₂ H ₅₂ FeO		
Analysendaten	C	H	
ber.:	75.57%	10.31%	
gef.:	73.89%	10.21%	

6.3.21 1,3-Diisopropylthiophenolato-magnesiumbromid (43)

Zu einer Lösung von 338 mg (1 mmol) 1,3-Diisopropylphenylmagnesiumbromid in 10 ml THF wird bei Raumtemperatur unter Rühren 32 mg (1 mmol) Schwefel zugegeben. Die anfangs blassgelbe Lösung hellt sich nach wenigen Minuten sukzessive auf. Das THF wird entfernt und man erhält **43** als farblosen, kristallinen Feststoff in nahezu quantitativer Ausbeute und hoher Reinheit (nach der Hydrolyse, Reinheit laut GC: 97%, Retentionszeit: 8.6 min).

Ausbeute: 318 mg (0.94 mmol, 94%).

CH-Analyse:

M: 289.74 g · mol ⁻¹	C ₁₆ H ₂₅ MgOS		
Analysendaten	C	H	
ber.:	66.33%	8.70%	
gef.:	65.20%	8.63%	

6.3.22 σ -1,3-Diisopropylthiophenolato-pentaisopropylcyclopentadienyleisen(II) (44)

Zu einer Lösung von 501 mg (1 mmol) Pentaisopropylcyclopentadienyl-(dimethoxyethan)-eisen(II)bromid in 20 ml THF wird unter Rühren bei Raumtemperatur eine Lösung von 290 mg (1 mmol) 1,3-Diisopropyl-thiophenolato-magnesiumbromid in 10 ml THF getropft. Die anfangs blassgelbe Lösung färbt sich bei der Zugabe sofort intensiv schwarz. Man rührt drei Tage bei Raumtemperatur, wobei sich die Lösung langsam zu einem rötlichen Farbton aufhellt. Nach Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum extrahiert man zweimal mit je 50 ml Pentan. Die vereinigten Pentanextrakte werden zur Trockene eingengt. Durch Aufnehmen des Rohproduktes in einem Gemisch aus Acetonitril/Diethylether 1:8 und langsames Abdampfen des Ethers fällt man **44** als roten, kristallinen Feststoff.

Ausbeute: 336 mg (0.64 mmol, 64%).

CH-Analyse:

M: 524.66 g · mol ⁻¹		C ₃₂ H ₅₂ FeS	
Analysendaten	C	H	
ber.:	73.25%	9.99%	
gef.:	72.15%	9.85%	

6.3.23 Bis[(μ -bromo)(η^5 -pentaisopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] (45)

Zu einer Suspension von 260 mg (0.84 mmol) Dimethoxyethan-nickel(II)bromid in 5 ml Pentan wird unter Rühren eine Lösung von 300 mg (0.84 mmol) Lithium-pentaisopropylcyclopentadienid (als Diethyletherkomplex) in 15 ml Pentan zugegeben. Man rührt drei Tage bei Raumtemperatur, wobei sich die anfangs lachsfarbene Suspension langsam intensiv rot färbt. Die noch vorhandenen unlöslichen Bestandteile werden abzentrifugiert und mit 10 ml Pentan gewaschen. Die intensiv roten Pentanextrakte werden vereinigt und im Vakuum zur Trockene eingengt. Man erhält **45** als dunkelroten, mikrokristallinen Feststoff in guter Ausbeute.

Ausbeute: 240 mg (0.58 mmol, 69%)

CH-Analyse:

M: 828,18 · mol ⁻¹		C ₄₀ H ₇₀ Br ₂ Ni ₂	
Analysendaten	C	H	
ber.:	58.01%	8.52%	
gef.:	57.76%	8.48%	

6.3.24 Lithium-tetraisopropyl-(dimethylaminonaphthyl)methyl-cyclopentadienid (46)

Zu einer Lösung von 2 g (6.91 mmol) 1,2,3,4-Tetraisopropyl-6-(dimethylamino)pentafulven in 20 ml Diethylether wird bei 0 °C eine Lösung von 926 mg (6.91 mmol) 1-Naphtyllithium in 20 ml Diethylether zugetropft. Die anfangs leuchtend rote Lösung hellt sich bei langsamem Erwärmen auf Raumtemperatur innerhalb von 48 Stunden nach blassorange auf. Durch fraktionierende Kristallisation aus Pentan erhält man **46** in hoher Reinheit mit mäßiger Ausbeute.

Ausbeute: 1.58 g (3.73 mmol, 54%).

CHN-Analyse:

M: 423.60 g · mol ⁻¹		C ₃₀ H ₄₂ LiN	
Analysendaten	C	H	N
ber.:	85.06%	9.99%	3.31%
gef.:	84.93%	9.21%	3.19%

6.3.25 Tetraisopropyl-(dimethylaminonaphthyl)methyl-cyclopentadienyl-nickel(II) bromide (47)

Zu einer Suspension von 150 mg (0.49 mmol) Dimethoxyethan-nickel(II)bromid in ca. 20 ml Pentan tropft man bei Raumtemperatur unter starkem Rühren eine Lösung von 206 mg (0.49 mmol) Lithium-tetraisopropyl-(dimethylaminonaphthyl)methyl-cyclopentadienid in 10 ml Pentan zu. Durch Rühren bei Raumtemperatur färbt sich die anfangs lachsfarbene Suspension zusehends intensiv rot, wobei die Menge an Bodensatz geringer wird. Nach 24 Stunden entfernt man den noch vorhandenen Bodensatz durch Zentrifugation und das

Pentan aus der roten Lösung im Vakuum. Man erhält **47** als roten, kristallinen Feststoff in mäßiger Ausbeute, aber guter Reinheit.

Ausbeute: 114 mg (0.21 mmol, 42%).

CHN-Analyse:

M: 555.26 g · mol ⁻¹		C ₃₀ H ₄₂ BrNNi	
Analysendaten	C	H	N
ber.:	64.89%	7.62%	2.52%
gef.:	64.12%	7.59%	2.35%

6.3.26 Reduktion von Bis[(μ-bromo)(η⁵-penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] mit Na₃Sb₇ in Gegenwart von Distickstoff

Zu einer Lösung von 98 mg (0.12 mmol) Bis[(μ-bromo)(η⁵-penta-isopropyl-cyclopentadienyl)-eisen(II)] in 5 ml Pentan gibt man unter Rühren 276 mg (0.3 mmol) Trinatriumheptaantimonid (Na₃Sb₇), wobei man in einer Stickstoffatmosphäre oder stickstoffhaltigen Atmosphäre arbeitet. Die schwarze Reaktionsmischung wird für zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt, danach entfernt man die unlöslichen Bestandteile durch Zentrifugation. Das Zentrifugat wird bis zur Trockene eingeeengt und man erhält einen dunkelgrünen, kristallinen Feststoff. Durch zweimaliges Umkristallisieren aus Pentan lässt sich die Reinheit des Produktes deutlich steigern, was mit einer Aufhellung der Farbe desselbigen einhergeht.

Ausbeute: 45 mg (0.067 mmol, 55%)

CHN-Analyse:

M: 676.68 g · mol ⁻¹		C ₄₀ H ₇₀ Fe ₂ N	
Analysendaten	C	H	N
ber.:	71.00%	10.43%	2.07%
gef.:	69.94%	10.75%	2.17%

Alternative Synthese von 48:

Zu einer Lösung von 501 mg (1 mmol) Dimethoxyethan-eisen(II)bromid oder der äquimolaren Menge an Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-eisen(II)] in 20 ml THF gibt man unter Rühren 223 mg (1 mmol) Mesitylmagnesiumbromid, wobei man in einer Stickstoffatmosphäre oder stickstoffhaltigen Atmosphäre arbeitet. Nach kurzer Reaktionszeit bei Raumtemperatur färbt sich die Reaktionsmischung von blassgelb in ein intensives Grün. Nach 2 Stunden entfernt man das Lösungsmittel im Vakuum und extrahiert mit ca. 30 ml Pentan. Das Zentrifugat wird bis zur Trockene eingeeengt und man erhält einen dunkelgrünen, kristallinen Feststoff, der als **48** identifiziert werden kann.

Ausbeute: 643 mg (0.95 mmol, 95%)

CHN-Analyse:

M: 676.68 g · mol ⁻¹	C ₄₀ H ₇₀ Fe ₂ N		
Analysendaten	C	H	N
ber.:	71.00%	10.43%	2.07%
gef.:	69.94%	10.75%	2.17%

6.3.27 Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Wasserstoff

Bei einer Lösung von 10 mg (0.015 mmol) des unter **6.3.26** gewonnen Stickstoffkomplexes in ca. 5 ml Pentan tauscht man die Inertgasatmosphäre gegen eine Atmosphäre aus Wasserstoff. Nach etwa zwei Minuten färbt sich die anfangs intensiv grüne klare Lösung dunkelrot und wird trüb. Man rührt für eine weitere Stunde bei Raumtemperatur und hydrolysiert die Reaktionsmischung mit etwa 3 ml verdünnter entgaster Salzsäure. Die Phasen werden separiert und die organische Phase im Vakuum soweit eingeeengt, bis ein blassgelbes Öl zurück bleibt.

6.3.28 Reaktion des Stickstoffkomplexes 48 mit Deuterium

Bei einer Lösung von 10 mg (0.015 mmol) des unter **6.3.26** gewonnen Stickstoffkomplexes in ca. 5 ml Pentan tauscht man die Inertgasatmosphäre gegen eine Atmosphäre aus Deuterium. Nach etwa zwei Minuten färbt sich die anfangs intensiv grüne klare Lösung dunkelrot und wird trüb. Man rührt für eine weitere Stunde bei Raumtemperatur und hydrolysiert die Reaktionsmischung mit etwa 3 ml verdünnter entgaster Salzsäure. Die Phasen werden separiert und die organische Phase im Vakuum soweit eingeeengt, bis ein blassgelbes Öl zurück bleibt.

6.3.29 Reduktion von Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] mit Na_3Sb_7 in Gegenwart von Distickstoff

Zu einer Lösung von 100 mg (0.12 mmol) Bis[(μ -bromo)(η^5 -penta-isopropylcyclopentadienyl)-nickel(II)] in 5 ml Pentan gibt man unter Rühren 276 mg (0.3 mmol) Trinatriumheptaantimonid (Na_3Sb_7), wobei man in einer Stickstoffatmosphäre oder stickstoffhaltigen Atmosphäre arbeitet. Die schwarze Reaktionsmischung wird für zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt, danach entfernt man die unlöslichen Bestandteile durch Zentrifugation. Das Zentrifugat wird bis zur Trockene eingeeengt und man erhält einen dunkelgrünen, kristallinen Feststoff. Durch einmaliges Umkristallisieren aus Pentan lässt sich die Reinheit des Produktes deutlich steigern, was mit einer Aufhellung der Farbe einhergeht.

Ausbeute: 31 mg (0.045 mmol, 38%)

CHN-Analyse:

M: 682.38 g · mol ⁻¹	$\text{C}_{40}\text{H}_{70}\text{Ni}_2\text{N}$		
Analysendaten	C	H	N
ber.:	70.40%	10.34%	2.05%
gef.:	68.86%	10.34%	2.02%

6.3.30 Reaktion des Stickstoffkomplexes 59 mit Wasserstoff

Bei einer Lösung von 10 mg (0.015 mmol) des unter **6.3.29** gewonnen Stickstoffkomplexes in ca. 5 ml Pentan tauscht man die Inertgasatmosphäre gegen eine Atmosphäre aus Wasserstoff. Nach etwa zwei Minuten färbt sich die anfangs intensiv grüne klare Lösung dunkelrot und wird trüb. Man rührt für eine weitere Stunde bei Raumtemperatur und hydrolysiert die Reaktionsmischung mit etwa 3 ml verdünnter entgaster Salzsäure. Die Phasen werden separiert und die organische Phase im Vakuum soweit eingeeengt, bis ein blassgelbes Öl zurück bleibt.

7 Zusammenfassung

7.1 Optimierung der Synthese von Lithiumpentaisopropylcyclopentadienid

Die von T. Dezember in seiner Dissertation beschriebene Fulven-Route zum Pentaisopropylcyclopentadienid hat zu Anfang einen Schritt, der erfahrungsgemäß aufgrund des intrinsischen Problems der Einwirkung des während der Reaktion gebildeten Methanols auf noch nicht abreagiertes Natriumtetrakispropylcyclopentadienid eine maximale Ausbeute von 50% ergibt. Durch die Zugabe von Trimethylaluminium in diese Umsetzung verläuft der elektrophile Angriff des Dimethylamino-methoxy-carbenium-monomethylsulfats auf das Tetrakispropylcyclopentadienid fast quantitativ. Hierdurch gelingt eine deutliche Steigerung der Gesamtausbeute dieser Route.

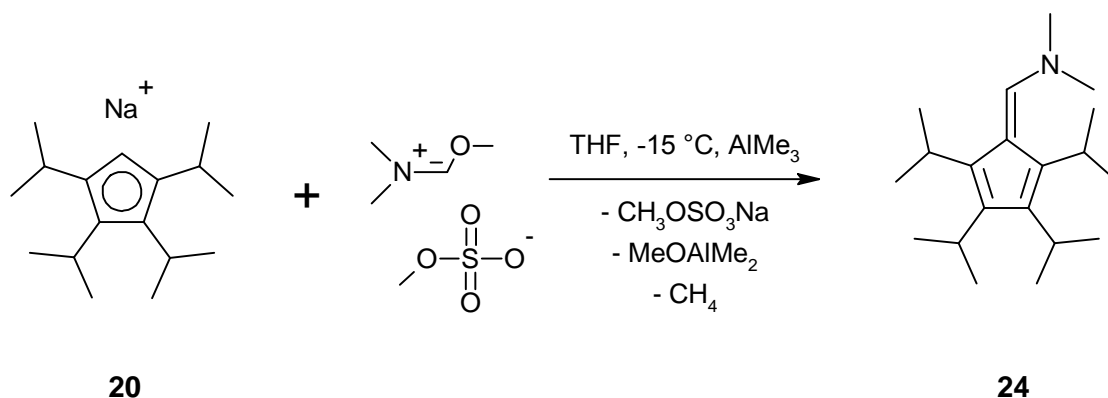


Abbildung 80: Der Zusatz von AlMe_3 verbessert die Ausbeute deutlich.

Es zeigt sich, dass neben Methyllithium auch andere lithiumorganische Verbindungen an das Fulven **24** addiert werden können. Das macht es als Ausgangsverbindung für die Synthese von sperrigen, aber auch funktionalisierten Cyclopentadienen sehr nützlich.

7.2 Eisenkomplexe sperriger Cyclopentadienide

Ausgehend von den zwei Eisenhalbsandwich-bromiden **32** und **33**, die beide für einen bestimmten Synthesezweck ihre Vorteile haben, erhält man durch Substitution des Bromids gegen den 2,6-Diisopropylphenylrest den Komplex **34**. Dieser ist der erste vollständig charakterisierte Vertreter eines σ -Aryl-Eisencyclopentadienid-Komplexes und zeigt eine

erstaunliche Stabilität. Zudem zeigt er bei tiefer Temperatur die Eigenschaften eines molekularen Magneten.

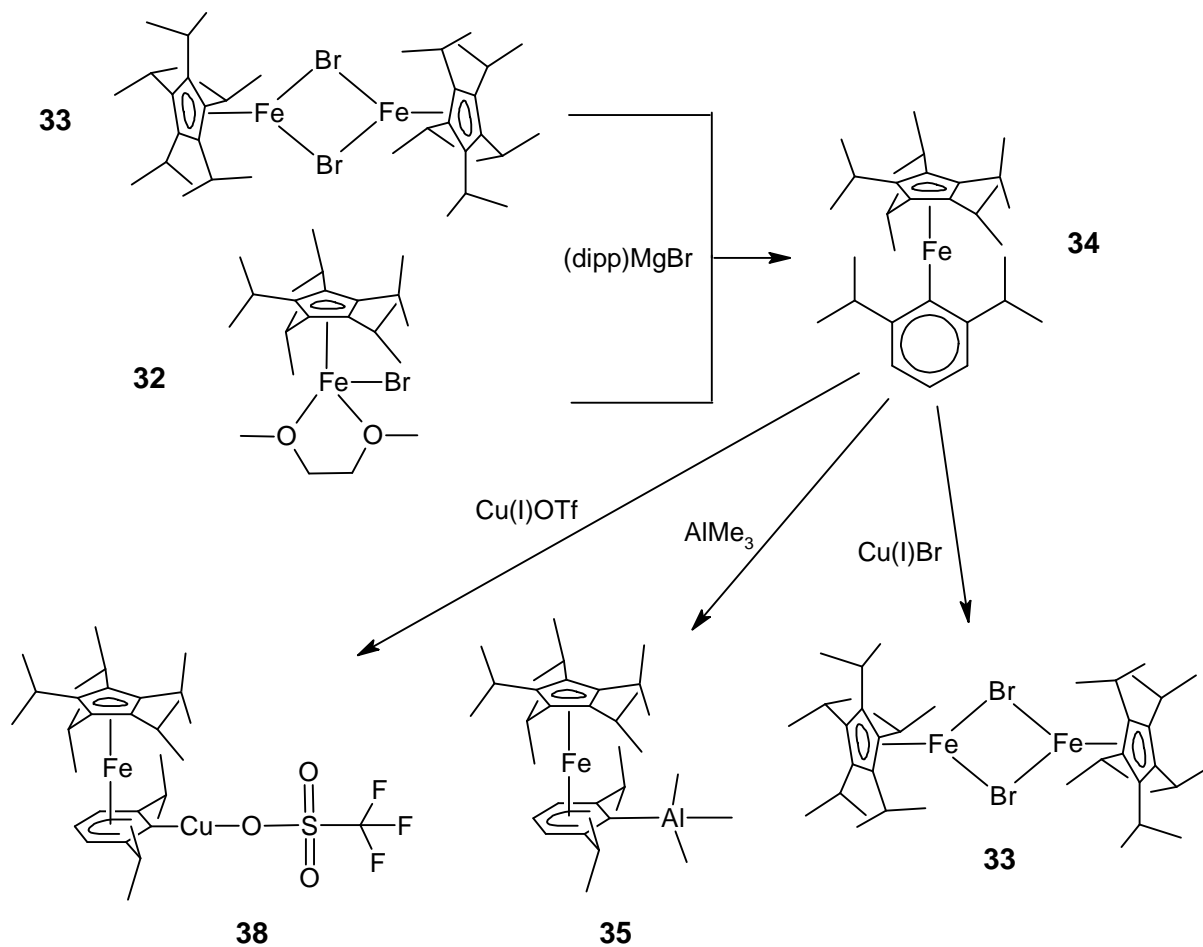


Abbildung **81**: Synthese und Reaktivität von Komplex **34**.

Durch die Reaktion von Komplex **34** mit koordinativ ungesättigten Metallzentren lassen sich eine Vielzahl von Additions- und Substitutionsreaktionen beobachten.

Eine Substitution des Bromids in der Ausgangsverbindung **1**, bzw. **32** gegen ein Phenolat, bzw. Thiophenolat ist ebenfalls möglich. Die Resultate dieser Umsetzungen zeigen interessante strukturelle Ergebnisse bezüglich der Bindungsmöglichkeiten zwischen Eisen und Phenolaten sowie Thiophenolaten.

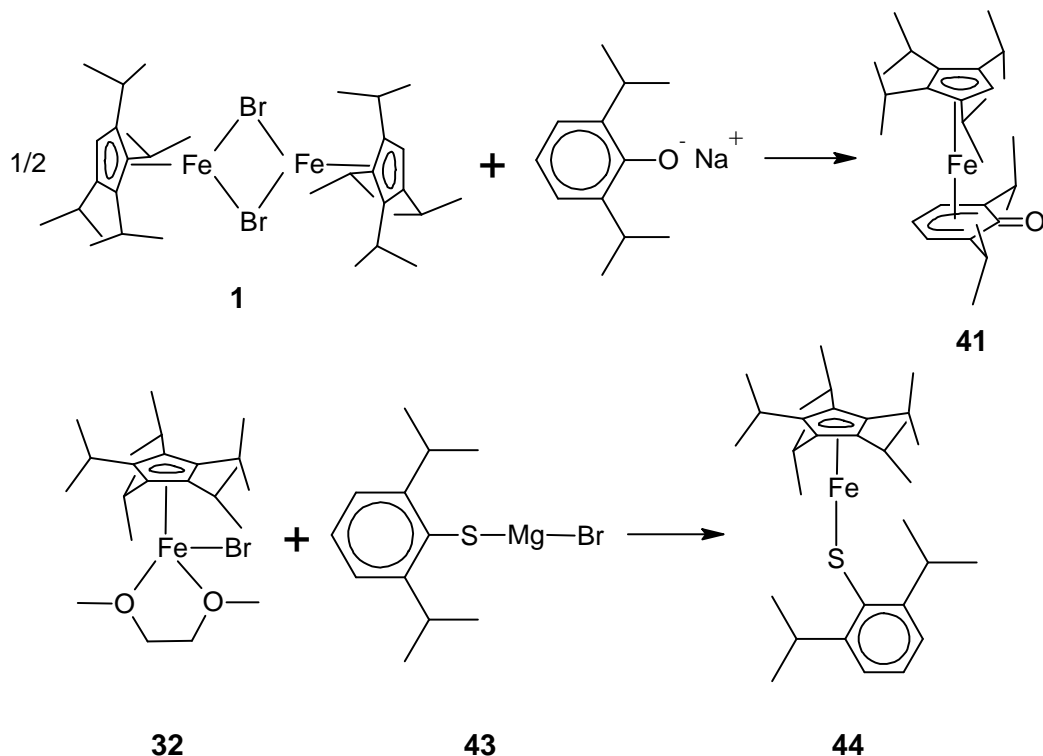


Abbildung **82**: Zugang zu Phenolaten und Thiophenolaten.

Komplex **41** zeigt eine erstaunliche Stabilität und zersetzt sich auch in verdünnten Säuren und Basen nicht. Leider sind alle Versuche gescheitert, die Carbonylfunktion zur Reaktion zu bringen.

7.3 Nickelkomplexe sperriger Cyclopentadienide

Es ist erstmalig gelungen, das Penta-isopropylcyclopentadienid an ein Nickelzentrum zu koordinieren. Der resultierende Halbsandwichkomplex **47** kann wie beim Eisen als Ausgangsverbindung zur Darstellung einer Vielzahl von neuen Komplexen dienen.

Durch Addition von 1-Naphthyllithium an das Fulven **24** gelingt die Synthese eines neuen sperrigen chiralen Cyclopentadienids. Dieses lässt sich an ein Nickelbromid-Fragment koordinieren und bildet den ersten im festen Zustand monomeren Vertreter eines Cyclopentadienyl-Nickelbromids.

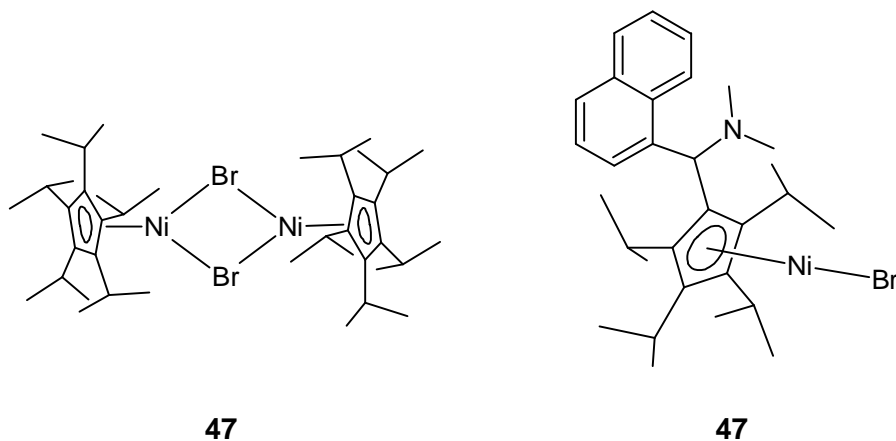


Abbildung 83: Sperrige Cyclopentadienide am Nickelbromid-Fragment.

Die Ergebnisse dieser Umsetzungen zeigen, dass eine Variation an sperrigen Cyclopentadieniden leicht zu unterschiedlichen Strukturen bei Komplexen führen kann.

7.4 Aktivierung von Distickstoff

Durch Reduktion der beiden Halbsandwich-Bromide **33** und **45** in Gegenwart von Stickstoff erhält man Nitrido-Komplexe, die noch nicht eindeutig charakterisiert sind. Die Reaktivität dieser Verbindungen ist jedoch eindeutig. Sie sind in der Lage, mit elementarem Wasserstoff hochreaktive Amide zu bilden und ein Alkyl-H-Atom gegen eine Aminogruppe auszutauschen.

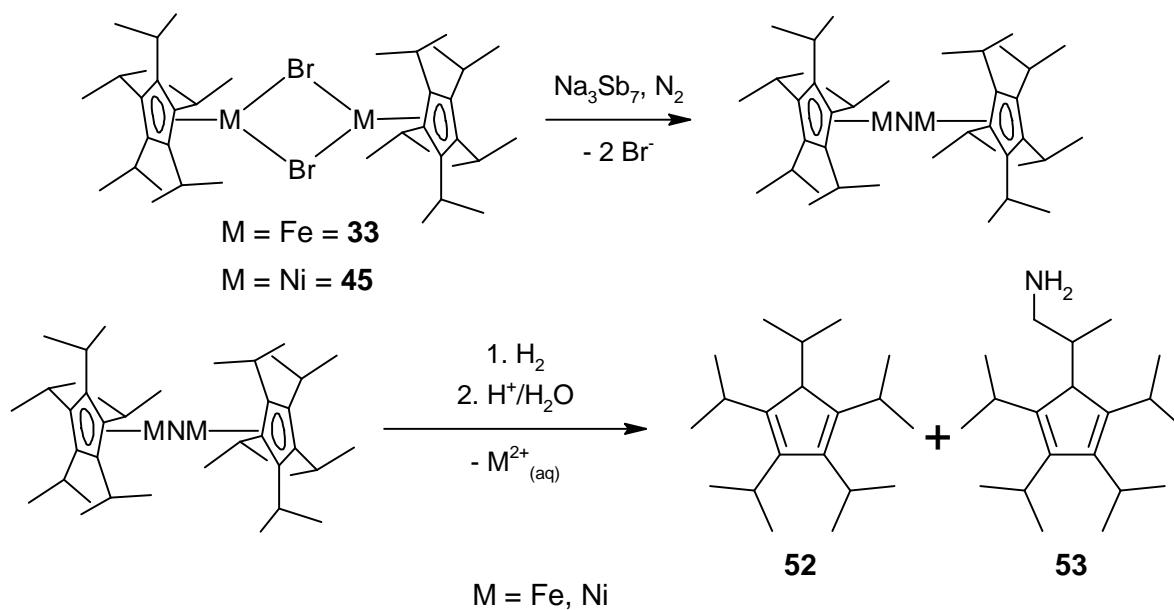


Abbildung **84**: Aktivierung von Distickstoff mit Cyclopentadienid-Komplexen.

Die metallvermittelte Bildung von Alkylaminen aus Alkan, Stickstoff und Wasserstoff ist bislang nicht bekannt.

8 Literaturverzeichnis

- [1] Holleman, Wiberg, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 102. Auflage, W. de Gryter, Berlin, New York, **2007**, 1697 ff.
- [2] C. Elschenbroich, *Organometallchemie*, 6. Auflage, Teubner, Wiesbaden, **2008**, 449 ff.
- [3] a) W. J. Evans, S. L. Gonzales, J. W. Ziller, *J. Am. Chem. Soc.*, **1991**, 113, 19, 7423–7424.
b) W. J. Evans, L. A. Hughes, T. P. Hanusa, *Organometallics*, **1986**, 5, 1285–1291.
- [4] M. W. Wallasch, *Dissertation*, Technische Universität Kaiserslautern, **2002**.
- [5] T. Dezember, *Dissertation*, Technische Universität Kaiserslautern, **1996**.
- [6] G. Y. Vollmer, *Diplomarbeit*, Technischen Universität Kaiserslautern, **2003**.
- [7] H. Sitzmann, F. Weber, M. D. Walter, G. Wolmershäuser, *Organometallics*, **2003**, 22, 1931-1936.
- [8] W. A. Herrmann, G. Brauer, *Synthetic Methods of Organometallic and Inorganic Chemistry: General Techniques and Starting Materials*, Thieme Verlag, Stuttgart, **1997**, 57 ff.
- [9] T. Dezember, H. Sitzmann, *Z. Naturforsch.*, **1997**, 52b, 911-918.
- [10] M. Schär, *Diplomarbeit*, Technische Universität Kaiserslautern, **1995**.
- [11] F. Zimmer, *Dissertation*, Technische Universität Kaiserslautern, **2003**.
- [12] D. Saurenz, *Dissertation*, Technische Universität Kaiserslautern, **2000**.
- [13] S. A. Miller, J. A. Tebboth, J. F. Tremaine, *Journal of the Chemical Society (London)*, **1952**, 632-635.
- [14] T. J. Kealy, P. L. Pauson, *Nature*, **1951**, 168, 1039.
- [15] G. Wilkinson, M. Rosenblum, M. C. Whiting, R. B. Woodward, *J. Am. Chem. Soc.*, **1952**, 74, 2125–2126.
- [16] Recherche, SciFinder Scholar.

- [17] U. Kölle, B. Fuss, F. Khouzami, J. Gersdorf, *J. Organomet. Chem.*, **1985**, 290, 77.
- [18] a) E. O. Fischer, R. Jira, *Z. Naturforsch. B*, **1953**, 8, 217-219.
b) G. Wilkinson, P. L. Pauson, J. M. Birmingham, F. A. Cotton, *J. Am. Chem. Soc.*, **1953**, 75, 1011-1012.
- [19] G. Wilkinson, F. G. A. Stone, E. W. Abel, *Comprehensive Organometallic Chemistry. Vol 6*, Pergamon Press, New York, **1982**.
- [20] U. Kölle, F. Khouzami, H. Lueken, *Chem. Ber.*, **1982**, 115, 1178-1196.
- [21] D. Gatteschi, R. Sessoli, J. Villain, *Molekular Nanomagnets*, Oxford University Press, Oxford, **2006**.
- [22] A. M. Ako, I. J. Hewitt, V. Mereacre, R. Clerac, W. Wernsdorfer, C. E. Anson, A. K. Powell, *Angew. Chem.*, **2006**, 118, 30, 4995 - 4998; *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2006**, 45, 30, 4926 - 4929.
- [23] a) N. Ishikawa, M. Sugita, W. Wernsdorfer, *J. Am. Chem. Soc.*, **2005**, 127, 3650.
b) N. Ishikawa, M. Sugita, W. Wernsdorfer, *Angew. Chem.*, **2005**, 117, 2991; *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2005**, 44, 2931.
c) A. AlDamen, J. M. Clemente-Juan, E. Coronado, C. Martí-Gastaldo, A. Gaitarino, *J. Am. Chem. Soc.*, **2008**, 130, 8874.
- [24] S.-D. Jiang, B. W. Wang, G. Su, Z. M. Wang, S. Gao, *Angew. Chem.*, **2010**, 122, 41, 7610 - 7613; *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2010**, 49, 41, 7448 - 7451.
- [25] D. E. Freedman, W. H. Harman, T. D. Harris, G. J. Long, C. J. Chang, J. R. Long, *J. Am. Chem. Soc.*, **2010**, 132, 1224.
- [26] The synthesis of ammonia from its elements, *Nobel Lecture*, 2. Juni **1920**.
- [27] "The Nobel Prize in Chemistry 1931", Nobelprize.org.
http://nobelprize.org/nobel_prizes/chemistry/laureates/1931/
- [28] G. Ertl, *Angew. Chem.*, **1990**, 102, 11, 1258-1266.
- [29] A. D. Allen, C. V. Senoff, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1965**, 621.
- [30] a) G. J. Leigh, M. Jimenez-Tenorio, *J. Am. Chem. Soc.*, **1991**, 113, 5862-5863.

- b) A. Hills, D. L. Hughes, M. Jimenez-Tenorio, G. J. Leigh, A. T. Rowley, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **1993**, 3041.
- c) D. A. Hall, G. J. Leigh, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **1996**, 3539-3541.
- [31] a) J. D. Gilbertson, N. K. Szymczak, D. R. Tyler, *Inorganic Chemistry*, **2004**, 43, 3341-3343.
- b) J. D. Gilbertson, N. K. Szymczak, D. R. Tyler, *J. Am. Chem. Soc.*, **2005**, 127, 10184-10185.
- [32] a) K. Alder, H. J. Ache, *Chem. Ber.*, **1962**, 95, 503-510.
- b) K. Hafner, *Liebigs Ann.Chem.*, **1957**, 606, 79-87.
- c) E. Fritz, D. W. Peck, *Chem. Abstr.*, **1966**, 64, 3434c.
- [33] H. Sitzmann, *J. Organomet. Chem.*, **1988**, 354, 203-214.
- [34] H. Sitzmann, *Z. Naturforsch.*, **1989**, 44b, 1293-1297.
- [35] E. V. Dehmlow, C. Bollmann, *Z. Naturforsch.*, **1993**, 48b, 457.
- [36] Venier und Casserly
- [37] R. A. Williams, K.F. Tesh, T. P. Hanusa, *J. Am. Chem. Soc.*, **1991**, 113, 4843-4851.
- [38] H. Sitzmann, persönliche Mitteilung.
- [39] a) K. Hafner, K. H. Vöpel, G. Ploss, C. König, *Liebigs Ann. Chem.*, **1963**, 661, 52-57.
- b) K. Hafner, *Org. Synth.*, **1957**, 47, 52-54.
- [40] D. H. Ripin, D. A. Evans, http://evans.harvard.edu/pdf/evans_pKa_table.pdf.
- [41] 60th Southeastern Regional Meeting of the ACS Nashville TN, **2008**, Vortragender: Daniel Weismann; Thema: Substituted cyclopentadienyl ligands in Triphenylbismuth based RTLE reactions.
- [42] a) T. Sandmeyer, *Der, Dtsch. Chem. Ges.*, **1884**, 17, 1633-1635.
- b) H. H. Hodgson, *Chem. Rev.*, **1947**, 40, 251-277.
- c) E. Pfeil, *Angew. Chem.*, **1953**, 65, 155-158.
- [43] T. A. Bazhenova, R. M. Lobkowskaya, R. P. Shibaeva, A. K. Shilova, M. Gruselle, G. Leny, E. Deschamps, *J. Organomet. Chem.*, **1983**, 244, 375.
-

- [44] a) M. W. Wallasch, G. Wolmershäuser, H. Sitzmann, *Angew. Chem.*, **2005**, 117, 2653 - 2655; *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2005**, 44, 17, 2597 - 2599.
- b) U. Siemeling, U. Vorfeld, B. Neumann, H.-G. Stammer, *Organometallics*, **1998**, 17, 483.
- [45] K. Jonas, P. Klusmann, R. Goddard, *Z. Naturforsch.*, **1995**, 50 b, 394.
- [46] D. Weismann, Y. Sun, Y. Lan, G. Wolmershäuser, A. K. Powell, H. Sitzmann, *Chem. Eur. J.*, **2011**, als early view online veröffentlicht am 22.3.2011.
- [47] G. S. McGrady, J. F. C. Turner, R. M. Ibberson, M. Prager, *Organometallics*, **2000**, 19, 4398-4401.
- [48] R. T. Boéré, J. D. Masuda, P. Tran, *J. Organomet. Chem.*, **2006**, 691, 26, 5585-5591.
- [49] Huben-Weyl: *Methoden der organischen Chemie*, **1955**, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, Band IX, A.V., 19.
- [50] Huben-Weyl: *Methoden der organischen Chemie*, **1955**, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, Band VII/2b, B.III.i), 1954.
- [51] a) P. Jutzi, A. Mix, *J. Organomet. Chem.* **1990**, 123, 1043-1045.).
- b) H. Sitzmann, D. Saurenz, F. Zimmer, M. P. Schär, O. M. Heigl, F. H. Köhler, Manuskript in Vorbereitung.
- [52] W. Neugebauer, T. Clark, P. v. R. Schleyer, *Chem. Ber.*, **1983**, 116, 3283-3292.
- [53] R. F. Bryan, P. T. Greene, *J. Chem. Soc.*, **1970**, 3064-3068.
- [54] R. G. Teller, J. M. Williams, *Inorg. Chem.*, **1980**, 19, 2770-2773.
- [55] C. F. Putnik, J. J. Welter, G. D. Stucky, M. J. D'Aniello Jr., B. A. Sosinsky, F. J. Kirner, E. L. Muetterties, *J. Am. Chem. Soc.*, **1973**, 100, 4107-4116.

9 Daten der Kristallstrukturanalysen

9.1 Allgemeine Daten zu den Kristallstrukturen

Verfeinerung nach F^2 mit allen Reflexen. Die gewichteten R-Werte wR_2 und alle GooF's basieren auf F^2 . Die konventionellen R-Werte R_1 basieren auf F , wobei F für negative F^2 gleich Null gesetzt wird. Das Ablehnungskriterium $F^2 > 2\sigma(F^2)$ wird nur zum Berechnen von $R(\text{obs})$ etc. verwendet. Zur Verfeinerung wurden alle Reflexe herangezogen. Grundsätzlich gilt: Auf F^2 bezogene R-Werte sind statistisch etwa doppelt so groß wie die auf F basierenden. Auf alle Reflexe bezogene R-Werte sind noch größer.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen), der 1.2-fache Wert (CH-Gruppen) bzw. der 1.2-fache Wert (Cp-H oder Ar-H) des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen C-Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

Einzelheiten können dem Handbuch für das Verfeinerungsprogramm SHELXL entnommen werden.

$$wR_2 = \sqrt{\frac{\sum [w(F_o^2 - F_c^2)^2]}{\sum [w(F_o^2)^2]}}$$

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

$$GooF = \sqrt{\frac{\sum [w(F_o^2 - F_c^2)]}{(n - p)}}$$

n = Zahl der Reflexe; p = Zahl der verfeinerten Parameter

9.2 Angaben zur Kristallstrukturanalyse

9.2.1 Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 30 (0777o)

Summenformel	C ₂₉ H ₄₆ Fe	
Molmasse	450.51	
Temperatur	150(2) K	
Strahlung	MoK α	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Scanmodus	Ω -scans	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$	
Zelldimensionen	$a = 8.5442(13)$ Å	$\alpha = 95.835(18)^\circ$
	$b = 9.047(2)$ Å	$\beta = 100.718(15)^\circ$
	$c = 19.018(4)$ Å	$\gamma = 107.787(17)^\circ$
Zellvolumen	1355.6(5) Å ³	
Formeleinheiten pro Zelle Z	2	
Berechnete Dichte	1.104 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	0.568 mm ⁻¹	
Kristallgröße	24.00 x 0.33 x 0.08 mm	
Gemessener θ -Bereich	2.81 bis 33.38°	
Anzahl der gemessenen Reflexe	20312	
Unabhängige Reflexe	9508 (R _{int} = 0.0316)	
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten	
Max. und min. Transmission	0.9559 und 0.0258	
Diffraktometer	Oxford Diffraction Gemini S Ultra	
Strukturlösung	Direkte Methoden	
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)	
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²	
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)	
Daten / Restraints / Parameter	9508 / 0 / 283	
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0371, wR2 = 0.0800	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0574, wR2 = 0.0868	
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0430P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$	
GooF (alle Daten)	0.996	
Größtes Maximum und Minimum	0.429 und -0.269 eÅ ⁻³	

Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 30 (0777o).

U(eq) wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Fe(1)	252(1)	9822(1)	2558(1)	20(1)
C(1)	-1703(2)	7961(1)	2923(1)	22(1)
C(2)	-2583(1)	8673(1)	2422(1)	20(1)
C(3)	-2188(1)	8362(1)	1734(1)	21(1)
C(4)	-1056(2)	7451(1)	1820(1)	22(1)
C(5)	-774(2)	7196(1)	2556(1)	23(1)
C(20)	-3770(2)	9527(1)	2609(1)	25(1)
C(21)	-3001(2)	10736(2)	3311(1)	37(1)
C(22)	-5450(2)	8358(2)	2669(1)	41(1)
C(30)	-2930(2)	8744(2)	1013(1)	26(1)
C(31)	-2513(2)	10503(2)	975(1)	34(1)
C(32)	-4837(2)	7871(2)	767(1)	38(1)
C(40)	-388(2)	6713(1)	1237(1)	26(1)
C(41)	716(2)	7896(2)	855(1)	30(1)
C(42)	-1816(2)	5399(2)	686(1)	36(1)
C(50)	218(2)	6182(2)	2872(1)	30(1)
C(51)	943(3)	6660(2)	3684(1)	56(1)
C(52)	-905(2)	4432(2)	2689(1)	47(1)
C(60)	2253(1)	11835(1)	2932(1)	21(1)
C(61)	2891(2)	12345(1)	3690(1)	27(1)
C(62)	4288(2)	13706(2)	3962(1)	37(1)
C(63)	5069(2)	14598(2)	3494(1)	41(1)
C(64)	4463(2)	14140(2)	2752(1)	34(1)
C(65)	3073(2)	12772(1)	2465(1)	23(1)
C(70)	2097(2)	11412(2)	4234(1)	36(1)
C(71)	1310(2)	12347(2)	4698(1)	57(1)
C(72)	3361(3)	10836(2)	4712(1)	60(1)
C(80)	2455(2)	12329(1)	1644(1)	22(1)
C(81)	1819(2)	13578(2)	1321(1)	34(1)
C(82)	3803(2)	12026(2)	1276(1)	37(1)

Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für 30 (0777o).

Fe(1)-C(60)	2.0317(13)	C(42)-H(42B)	0.9800
Fe(1)-C(1)	2.2496(13)	C(42)-H(42C)	0.9800
Fe(1)-C(5)	2.2668(13)	C(50)-C(51)	1.518(2)
Fe(1)-C(4)	2.2711(13)	C(50)-C(52)	1.545(2)
Fe(1)-C(2)	2.2781(12)	C(50)-H(50)	1.0000
Fe(1)-C(3)	2.2866(13)	C(51)-H(51A)	0.9800
C(1)-C(5)	1.4291(16)	C(51)-H(51B)	0.9800
C(1)-C(2)	1.4289(16)	C(51)-H(51C)	0.9800
C(1)-H(1)	0.9500	C(52)-H(52A)	0.9800
C(2)-C(3)	1.4344(16)	C(52)-H(52B)	0.9800
C(2)-C(20)	1.5197(16)	C(52)-H(52C)	0.9800
C(3)-C(4)	1.4476(16)	C(60)-C(61)	1.4162(17)
C(3)-C(30)	1.5195(17)	C(60)-C(65)	1.4217(16)
C(4)-C(5)	1.4293(17)	C(61)-C(62)	1.3970(19)
C(4)-C(40)	1.5240(16)	C(61)-C(70)	1.5265(19)
C(5)-C(50)	1.5227(16)	C(62)-C(63)	1.387(2)
C(20)-C(22)	1.5330(19)	C(62)-H(62)	0.9500
C(20)-C(21)	1.5310(19)	C(63)-C(64)	1.382(2)
C(20)-H(20)	1.0000	C(63)-H(63)	0.9500
C(21)-H(21A)	0.9800	C(64)-C(65)	1.4014(17)
C(21)-H(21B)	0.9800	C(64)-H(64)	0.9500
C(21)-H(21C)	0.9800	C(65)-C(80)	1.5206(16)
C(22)-H(22A)	0.9800	C(70)-C(72)	1.530(2)
C(22)-H(22B)	0.9800	C(70)-C(71)	1.537(2)
C(22)-H(22C)	0.9800	C(70)-H(70)	1.0000
C(30)-C(32)	1.5335(19)	C(71)-H(71A)	0.9800
C(30)-C(31)	1.5331(19)	C(71)-H(71B)	0.9800
C(30)-H(30)	1.0000	C(71)-H(71C)	0.9800
C(31)-H(31A)	0.9800	C(72)-H(72A)	0.9800
C(31)-H(31B)	0.9800	C(72)-H(72B)	0.9800
C(31)-H(31C)	0.9800	C(72)-H(72C)	0.9800
C(32)-H(32A)	0.9800	C(80)-C(81)	1.5294(17)
C(32)-H(32B)	0.9800	C(80)-C(82)	1.5322(17)
C(32)-H(32C)	0.9800	C(80)-H(80)	1.0000
C(40)-C(41)	1.5357(18)	C(81)-H(81A)	0.9800
C(40)-C(42)	1.5436(18)	C(81)-H(81B)	0.9800
C(40)-H(40)	1.0000	C(81)-H(81C)	0.9800
C(41)-H(41A)	0.9800	C(82)-H(82A)	0.9800
C(41)-H(41B)	0.9800	C(82)-H(82B)	0.9800
C(41)-H(41C)	0.9800	C(82)-H(82C)	0.9800
C(42)-H(42A)	0.9800		

C(60)-Fe(1)-C(1)	142.47(5)	C(20)-C(21)-H(21C)	109.5
C(60)-Fe(1)-C(5)	145.82(5)	H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5
C(1)-Fe(1)-C(5)	36.89(4)	H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5
C(60)-Fe(1)-C(4)	151.78(5)	C(20)-C(22)-H(22A)	109.5
C(1)-Fe(1)-C(4)	61.29(4)	C(20)-C(22)-H(22B)	109.5
C(5)-Fe(1)-C(4)	36.72(4)	H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5
C(60)-Fe(1)-C(2)	145.21(4)	C(20)-C(22)-H(22C)	109.5
C(1)-Fe(1)-C(2)	36.78(4)	H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5
C(5)-Fe(1)-C(2)	61.66(4)	H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5
C(4)-Fe(1)-C(2)	61.53(4)	C(3)-C(30)-C(32)	111.51(11)
C(60)-Fe(1)-C(3)	151.33(5)	C(3)-C(30)-C(31)	15.43(10)
C(1)-Fe(1)-C(3)	61.20(4)	C(32)-C(30)-C(31)	111.11(11)
C(5)-Fe(1)-C(3)	61.55(5)	C(3)-C(30)-H(30)	106.0
C(4)-Fe(1)-C(3)	37.04(4)	C(32)-C(30)-H(30)	106.0
C(2)-Fe(1)-C(3)	36.63(4)	C(31)-C(30)-H(30)	106.0
C(5)-C(1)-C(2)	109.17(10)	C(30)-C(31)-H(31A)	109.5
C(5)-C(1)-Fe(1)	72.21(7)	C(30)-C(31)-H(31B)	109.5
C(2)-C(1)-Fe(1)	72.69(7)	H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5
C(5)-C(1)-H(1)	125.4	C(30)-C(31)-H(31C)	109.5
C(2)-C(1)-H(1)	125.4	H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5
Fe(1)-C(1)-H(1)	121.4	H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5
C(3)-C(2)-C(1)	107.51(10)	C(30)-C(32)-H(32A)	109.5
C(3)-C(2)-C(20)	128.25(10)	C(30)-C(32)-H(32B)	109.5
C(1)-C(2)-C(20)	124.18(10)	H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5
C(3)-C(2)-Fe(1)	72.01(7)	C(30)-C(32)-H(32C)	109.5
C(1)-C(2)-Fe(1)	70.52(7)	H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5
C(20)-C(2)-Fe(1)	124.91(8)	H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5
C(2)-C(3)-C(4)	107.69(10)	C(4)-C(40)-C(41)	114.74(10)
C(2)-C(3)-C(30)	127.69(10)	C(4)-C(40)-C(42)	111.76(10)
C(4)-C(3)-C(30)	124.34(10)	C(41)-C(40)-C(42)	111.69(11)
C(2)-C(3)-Fe(1)	71.36(7)	C(4)-C(40)-H(40)	106.0
C(4)-C(3)-Fe(1)	70.90(6)	C(41)-C(40)-H(40)	106.0
C(30)-C(3)-Fe(1)	127.86(8)	C(42)-C(40)-H(40)	106.0
C(5)-C(4)-C(3)	108.17(10)	C(40)-C(41)-H(41A)	109.5
C(5)-C(4)-C(40)	123.48(10)	C(40)-C(41)-H(41B)	109.5
C(3)-C(4)-C(40)	128.07(11)	H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5
C(5)-C(4)-Fe(1)	71.48(7)	C(40)-C(41)-H(41C)	109.5
C(3)-C(4)-Fe(1)	72.07(6)	H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5
C(40)-C(4)-Fe(1)	126.91(8)	H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5
C(1)-C(5)-C(4)	107.45(10)	C(40)-C(42)-H(42A)	109.5
C(1)-C(5)-C(50)	126.34(11)	C(40)-C(42)-H(42B)	109.5
C(4)-C(5)-C(50)	126.04(10)	H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5
C(1)-C(5)-Fe(1)	70.90(6)	C(40)-C(42)-H(42C)	109.5
C(4)-C(5)-Fe(1)	71.80(6)	H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5
C(50)-C(5)-Fe(1)	126.38(9)	H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5
C(2)-C(20)-C(22)	11.01(10)	C(51)-C(50)-C(5)	113.52(11)
C(2)-C(20)-C(21)	112.74(11)	C(51)-C(50)-C(52)	110.21(13)
C(22)-C(20)-C(21)	109.54(11)	C(5)-C(50)-C(52)	109.83(11)
C(2)-C(20)-H(20)	107.8	C(51)-C(50)-H(50)	107.7
C(22)-C(20)-H(20)	107.8	C(5)-C(50)-H(50)	107.7
C(21)-C(20)-H(20)	107.8	C(52)-C(50)-H(50)	107.7
C(20)-C(21)-H(21A)	109.5	C(50)-C(51)-H(51A)	109.5
C(20)-C(21)-H(21B)	109.5	C(50)-C(51)-H(51B)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5		

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5	H(81A)-C(81)-H(81B)	109.5
C(50)-C(51)-H(51C)	109.5	C(80)-C(81)-H(81C)	109.5
H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5	H(81A)-C(81)-H(81C)	109.5
H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5	H(81B)-C(81)-H(81C)	109.5
C(50)-C(52)-H(52A)	109.5	C(80)-C(82)-H(82A)	109.5
C(50)-C(52)-H(52B)	109.5	C(80)-C(82)-H(82B)	109.5
H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5	H(82A)-C(82)-H(82B)	109.5
C(50)-C(52)-H(52C)	109.5	C(80)-C(82)-H(82C)	109.5
H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5	H(82A)-C(82)-H(82C)	109.5
H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5	H(82B)-C(82)-H(82C)	109.5
C(61)-C(60)-C(65)	117.44(11)		
C(61)-C(60)-Fe(1)	119.66(9)		
C(65)-C(60)-Fe(1)	122.90(8)		
C(62)-C(61)-C(60)	120.82(12)		
C(62)-C(61)-C(70)	117.97(11)		
C(60)-C(61)-C(70)	121.20(11)		
C(63)-C(62)-C(61)	120.63(12)		
C(63)-C(62)-H(62)	119.7		
C(61)-C(62)-H(62)	119.7		
C(64)-C(63)-C(62)	119.85(13)		
C(64)-C(63)-H(63)	120.1		
C(62)-C(63)-H(63)	120.1		
C(63)-C(64)-C(65)	120.70(12)		
C(63)-C(64)-H(64)	119.7		
C(65)-C(64)-H(64)	119.7		
C(64)-C(65)-C(60)	120.55(11)		
C(64)-C(65)-C(80)	118.42(11)		
C(60)-C(65)-C(80)	121.02(10)		
C(61)-C(70)-C(72)	111.57(13)		
C(61)-C(70)-C(71)	112.19(13)		
C(72)-C(70)-C(71)	111.04(14)		
C(61)-C(70)-H(70)	107.2		
C(72)-C(70)-H(70)	107.2		
C(71)-C(70)-H(70)	107.2		
C(70)-C(71)-H(71A)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71B)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71B)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71B)-C(71)-H(71C)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72A)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72B)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72B)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72C)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72C)	109.5		
H(72B)-C(72)-H(72C)	109.5		
C(65)-C(80)-C(81)	111.32(9)		
C(65)-C(80)-C(82)	112.30(10)		
C(81)-C(80)-C(82)	110.59(11)		
C(65)-C(80)-H(80)	107.5		
C(81)-C(80)-H(80)	107.5		
C(82)-C(80)-H(80)	107.5		
C(80)-C(81)-H(81A)	109.5		
C(80)-C(81)-H(81B)	109.5		

Anisotrope Auslenkungsparameter [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] für 30 (0777o).

Der Exponent des anisotropen Auslenkungsfaktors hat die Form: $-2\pi^2 [(ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^*b U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe(1)	19(1)	19(1)	20(1)	4(1)	5(1)	4(1)
C(1)	22(1)	23(1)	22(1)	8(1)	8(1)	7(1)
C(2)	19(1)	20(1)	23(1)	6(1)	6(1)	6(1)
C(3)	19(1)	20(1)	22(1)	3(1)	3(1)	5(1)
C(4)	21(1)	17(1)	26(1)	2(1)	7(1)	5(1)
C(5)	24(1)	18(1)	30(1)	8(1)	10(1)	7(1)
C(20)	25(1)	27(1)	31(1)	10(1)	12(1)	13(1)
C(21)	44(1)	28(1)	43(1)	2(1)	17(1)	14(1)
C(22)	27(1)	39(1)	61(1)	4(1)	22(1)	9(1)
C(30)	23(1)	32(1)	26(1)	5(1)	5(1)	11(1)
C(31)	30(1)	39(1)	37(1)	17(1)	6(1)	16(1)
C(32)	23(1)	48(1)	38(1)	5(1)	-2(1)	9(1)
C(40)	28(1)	24(1)	28(1)	1(1)	9(1)	11(1)
C(41)	28(1)	33(1)	32(1)	-1(1)	12(1)	11(1)
C(42)	36(1)	27(1)	38(1)	-6(1)	11(1)	5(1)
C(50)	31(1)	30(1)	38(1)	15(1)	13(1)	17(1)
C(51)	74(1)	71(1)	42(1)	19(1)	6(1)	51(1)
C(52)	46(1)	30(1)	79(1)	28(1)	31(1)	20(1)
C(60)	20(1)	19(1)	24(1)	5(1)	6(1)	7(1)
C(61)	29(1)	26(1)	24(1)	3(1)	5(1)	7(1)
C(62)	40(1)	35(1)	23(1)	-2(1)	0(1)	2(1)
C(63)	40(1)	31(1)	35(1)	0(1)	0(1)	-8(1)
C(64)	35(1)	27(1)	34(1)	8(1)	7(1)	-2(1)
C(65)	23(1)	19(1)	26(1)	6(1)	6(1)	7(1)
C(70)	37(1)	41(1)	23(1)	5(1)	8(1)	2(1)
C(71)	52(1)	71(1)	32(1)	-10(1)	18(1)	1(1)
C(72)	59(1)	69(1)	43(1)	30(1)	1(1)	7(1)
C(80)	25(1)	21(1)	23(1)	6(1)	8(1)	9(1)
C(81)	41(1)	32(1)	33(1)	12(1)	6(1)	16(1)
C(82)	35(1)	46(1)	35(1)	5(1)	16(1)	16(1)

H-Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 30 (0777o).

	x	y	z	U(eq)
H(1)	-1731	7992	3422	26
H(20)	-4015	10105	2204	30
H(21A)	-2787	10194	3720	56
H(21B)	-3787	11295	3391	56
H(21C)	-1935	11492	3269	56
H(22A)	-5947	7591	2218	62
H(22B)	-6226	8928	2750	62
H(22C)	-5252	7807	3077	62
H(30)	-2411	8314	646	32
H(31A)	-2991	10988	1328	51
H(31B)	-2997	10632	485	51
H(31C)	-1285	11013	1088	51
H(32A)	-5069	6753	799	57
H(32B)	-5237	7980	264	57
H(32C)	-5422	8322	1082	57
H(40)	363	6182	1493	31
H(41A)	43	8462	597	46
H(41B)	1138	7331	507	46
H(41C)	1672	8649	1216	46
H(42A)	-2456	4638	947	53
H(42B)	-1326	4863	357	53
H(42C)	-2571	5862	405	53
H(50)	1185	6299	2631	36
H(51A)	1635	7777	3794	84
H(51B)	1643	6025	3846	84
H(51C)	19	6488	3937	84
H(52A)	-224	3774	2841	70
H(52B)	-1381	4142	2164	70
H(52C)	-1823	4268	2945	70
H(62)	4707	14024	4472	44
H(63)	6018	15523	3684	50
H(64)	4994	14758	2434	41
H(70)	1163	10458	3948	43
H(71A)	2195	13291	4988	85
H(71B)	769	11688	5022	85
H(71C)	465	12656	4381	85
H(72A)	3881	10285	4405	90
H(72B)	2773	10114	5003	90
H(72C)	4239	11739	5036	90
H(80)	1476	11326	1538	27
H(81A)	940	13738	1555	52
H(81B)	1352	13224	798	52
H(81C)	2759	14571	1404	52
H(82A)	4752	13007	1344	56
H(82B)	3316	11644	756	56
H(82C)	4203	11232	1493	56

9.2.2 Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 34 (07111o).

Summenformel	C ₃₂ H ₅₂ Fe	
Molmasse	492.59	
Temperatur	150(2) K	
Strahlung	MoK α	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Scanmodus	Ω -scans	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /n	
Zelldimensionen	$a = 11.9797(3)$ Å	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 12.0820(3)$ Å	$\beta = 105.718(3)^\circ$
	$c = 21.0507(5)$ Å	$\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2932.91(12) Å ³	
Formeleinheiten pro Zelle Z	4	
Berechnete Dichte	1.116 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	0.531 mm ⁻¹	
Kristallgröße	0.20 x 0.18 x 0.11 mm	
Gemessener θ -Bereich	3.46 bis 32.46°	
Anzahl der gemessenen Reflexe	26503	
Unabhängige Reflexe	9707 (Rint = 0.0382)	
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten	
Max. und min. Transmission	0.9439 und 0.9013	
Diffraktometer	Oxford Diffraction Gemini S Ultra	
Strukturlösung	Direkte Methoden	
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)	
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²	
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)	
Daten / Restraints / Parameter	9707 / 50 / 386	
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0331, wR2 = 0.0683	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0619, wR2 = 0.0763	
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0342P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$	
GooF (alle Daten)	0.961	
Größtes Maximum und Minimum	0.315 und -0.273 eÅ ⁻³	

Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 34 (071110).U(eq) wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Fe(1)	3395(1)	2097(1)	1098(1)	16(1)
C(1)	2348(1)	3297(1)	1528(1)	15(1)
C(2)	3169(1)	3934(1)	1295(1)	16(1)
C(3)	2919(1)	3774(1)	595(1)	15(1)
C(4)	1920(1)	3068(1)	390(1)	16(1)
C(5)	1575(1)	2764(1)	971(1)	16(1)
C(10)	2223(1)	3262(1)	2226(1)	20(1)
C(11)	3308(1)	2879(1)	2746(1)	28(1)
C(12)	1756(1)	4358(1)	2420(1)	31(1)
C(20)	3973(1)	4806(1)	1703(1)	21(1)
C(21)	5269(1)	4697(1)	1781(1)	30(1)
C(22)	3543(1)	5973(1)	1447(1)	30(1)
C(30)	3579(1)	4284(1)	147(1)	20(1)
C(31)	4089(1)	3407(1)	-224(1)	29(1)
C(32)	2896(1)	5172(1)	-319(1)	27(1)
C(40)	1234(1)	2888(1)	-324(1)	19(1)
C(41)	1047(1)	1701(1)	-570(1)	25(1)
C(42)	86(1)	3536(1)	-478(1)	29(1)
C(50)	499(1)	2104(1)	972(1)	20(1)
C(51)	726(1)	1021(1)	1362(1)	32(1)
C(52)	-408(1)	2812(2)	1182(1)	34(1)
C(1A)	2650(7)	3480(8)	1535(4)	10(1)
C(2A)	3214(7)	3917(7)	1090(4)	10(1)
C(3A)	2607(7)	3584(7)	461(4)	10(1)
C(4A)	1677(6)	2904(8)	508(4)	10(1)
C(5A)	1716(7)	2843(8)	1177(4)	10(1)
C(10A)	2820(10)	3666(9)	2283(5)	39(1)
C(11A)	3317(13)	2681(11)	2710(7)	25(1)
C(12A)	1934(11)	4412(12)	2455(7)	25(1)
C(20A)	4141(8)	4839(8)	1298(6)	39(1)
C(21A)	5364(9)	4465(11)	1677(7)	25(1)
C(22A)	3651(11)	5815(10)	1552(7)	25(1)
C(30A)	2970(9)	3920(9)	-152(5)	39(1)
C(31A)	4085(10)	3451(13)	-222(8)	25(1)
C(32A)	2623(11)	5094(9)	-380(7)	25(1)
C(40A)	714(9)	2544(9)	-91(5)	39(1)
C(41A)	908(13)	1601(11)	-514(7)	25(1)
C(42A)	63(12)	3514(11)	-483(8)	25(1)
C(50A)	763(8)	2244(8)	1413(6)	39(1)
C(51A)	680(13)	1015(9)	1271(9)	25(1)
C(52A)	-441(10)	2771(13)	1188(8)	25(1)
C(60)	4427(1)	725(1)	1295(1)	17(1)
C(61)	5470(1)	692(1)	1808(1)	20(1)
C(62)	6088(1)	-290(1)	1972(1)	29(1)
C(63)	5705(1)	-1256(1)	1631(1)	32(1)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(64)	4702(1)	-1238(1)	1117(1)	25(1)
C(65)	4071(1)	-268(1)	947(1)	18(1)
C(70)	5968(1)	1741(1)	2167(1)	24(1)
C(71)	6966(1)	2167(1)	1909(1)	34(1)
C(72)	6361(1)	1624(1)	2917(1)	40(1)
C(80)	3003(1)	-294(1)	365(1)	20(1)
C(81)	3325(1)	-410(1)	-285(1)	36(1)
C(82)	2143(1)	-1189(1)	424(1)	39(1)

Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für 34 (071110).

Fe(1)-C(60)	2.0427(9)	C(40)-H(40)	1.0000
Fe(1)-C(1A)	2.209(9)	C(41)-H(41A)	0.9800
Fe(1)-C(2A)	2.209(9)	C(41)-H(41B)	0.9800
Fe(1)-C(5A)	2.251(9)	C(41)-H(41C)	0.9800
Fe(1)-C(1)	2.2601(11)	C(42)-H(42A)	0.9800
Fe(1)-C(5)	2.2707(10)	C(42)-H(42B)	0.9800
Fe(1)-C(3)	2.2854(10)	C(42)-H(42C)	0.9800
Fe(1)-C(2)	2.2871(11)	C(50)-C(51)	1.5296(18)
Fe(1)-C(3A)	2.286(9)	C(50)-C(52)	1.5400(19)
Fe(1)-C(4)	2.2997(10)	C(50)-H(50)	1.0000
Fe(1)-C(4A)	2.311(8)	C(51)-H(51A)	0.9800
C(1)-C(5)	1.4350(13)	C(51)-H(51B)	0.9800
C(1)-C(2)	1.4361(14)	C(51)-H(51C)	0.9800
C(1)-C(10)	1.5168(14)	C(52)-H(52A)	0.9800
C(2)-C(3)	1.4344(14)	C(52)-H(52B)	0.9800
C(2)-C(20)	1.5246(14)	C(52)-H(52C)	0.9800
C(3)-C(4)	1.4373(13)	C(1A)-C(2A)	1.399(10)
C(3)-C(30)	1.5159(14)	C(1A)-C(5A)	1.398(10)
C(4)-C(5)	1.4406(14)	C(1A)-C(10A)	1.548(11)
C(4)-C(40)	1.5217(13)	C(2A)-C(3A)	1.386(10)
C(5)-C(50)	1.5155(14)	C(2A)-C(20A)	1.549(11)
C(10)-C(11)	1.5273(16)	C(3A)-C(4A)	1.410(10)
C(10)-C(12)	1.5340(18)	C(3A)-C(30A)	1.526(11)
C(10)-H(10)	1.0000	C(4A)-C(5A)	1.398(10)
C(11)-H(11A)	0.9800	C(4A)-C(40A)	1.524(11)
C(11)-H(11B)	0.9800	C(5A)-C(50A)	1.543(11)
C(11)-H(11C)	0.9800	C(10A)-C(11A)	1.513(13)
C(12)-H(12A)	0.9800	C(10A)-C(12A)	1.509(13)
C(12)-H(12B)	0.9800	C(10A)-H(10A)	1.0000
C(12)-H(12C)	0.9800	C(11A)-H(11D)	0.9800
C(20)-C(21)	1.5221(15)	C(11A)-H(11E)	0.9800
C(20)-C(22)	1.5471(16)	C(11A)-H(11F)	0.9800
C(20)-H(20)	1.0000	C(12A)-H(12D)	0.9800
C(21)-H(21A)	0.9800	C(12A)-H(12E)	0.9800
C(21)-H(21B)	0.9800	C(12A)-H(12F)	0.9800
C(21)-H(21C)	0.9800	C(20A)-C(22A)	1.481(13)
C(22)-H(22A)	0.9800	C(20A)-C(21A)	1.535(12)
C(22)-H(22B)	0.9800	C(20A)-H(20A)	1.0000
C(22)-H(22C)	0.9800	C(21A)-H(21D)	0.9800
C(30)-C(31)	1.5376(19)	C(21A)-H(21E)	0.9800
C(30)-C(32)	1.5329(16)	C(21A)-H(21F)	0.9800
C(30)-H(30)	1.0000	C(22A)-H(22D)	0.9800
C(31)-H(31A)	0.9800	C(22A)-H(22E)	0.9800
C(31)-H(31B)	0.9800	C(22A)-H(22F)	0.9800
C(31)-H(31C)	0.9800	C(30A)-C(31A)	1.493(13)
C(32)-H(32A)	0.9800	C(30A)-C(32A)	1.519(13)
C(32)-H(32B)	0.9800	C(30A)-H(30A)	1.0000
C(32)-H(32C)	0.9800	C(31A)-H(31D)	0.9800
C(40)-C(41)	1.5205(17)	C(31A)-H(31E)	0.9800
C(40)-C(42)	1.5393(18)	C(31A)-H(31F)	0.9800

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(32A)-H(32D)	0.9800	C(62)-C(63)	1.3812(16)
C(32A)-H(32E)	0.9800	C(62)-H(62)	0.9500
C(32A)-H(32F)	0.9800	C(63)-C(64)	1.3825(14)
C(40A)-C(41A)	1.502(13)	C(63)-H(63)	0.9500
C(40A)-C(42A)	1.521(13)	C(64)-C(65)	1.3869(14)
C(40A)-H(40A)	1.0000	C(64)-H(64)	0.9500
C(41A)-H(41D)	0.9800	C(65)-C(80)	1.5137(12)
C(41A)-H(41E)	0.9800	C(70)-C(72)	1.5259(15)
C(41A)-H(41F)	0.9800	C(70)-C(71)	1.5313(15)
C(42A)-H(42D)	0.9800	C(70)-H(70)	1.0000
C(42A)-H(42E)	0.9800	C(71)-H(71A)	0.9800
C(42A)-H(42F)	0.9800	C(71)-H(71B)	0.9800
C(50A)-C(51A)	1.514(13)	C(71)-H(71C)	0.9800
C(50A)-C(52A)	1.529(13)	C(72)-H(72A)	0.9800
C(50A)-H(50A)	1.0000	C(72)-H(72B)	0.9800
C(51A)-H(51D)	0.9800	C(72)-H(72C)	0.9800
C(51A)-H(51E)	0.9800	C(80)-C(82)	1.5223(15)
C(51A)-H(51F)	0.9800	C(80)-C(81)	1.5251(15)
C(52A)-H(52D)	0.9800	C(80)-H(80)	1.0000
C(52A)-H(52E)	0.9800	C(81)-H(81A)	0.9800
C(52A)-H(52F)	0.9800	C(81)-H(81B)	0.9800
C(60)-C(65)	1.4101(13)	C(81)-H(81C)	0.9800
C(60)-C(61)	1.4135(12)	C(82)-H(82A)	0.9800
C(61)-C(62)	1.3918(14)	C(82)-H(82B)	0.9800
C(61)-C(70)	1.5131(14)	C(82)-H(82C)	0.9800

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(60)-Fe(1)-C(1A)	145.1(2)	C(4)-Fe(1)-C(4A)	11.82(19)
C(60)-Fe(1)-C(2A)	149.6(2)	C(5)-C(1)-C(2)	108.19(9)
C(1A)-Fe(1)-C(2A)	36.9(3)	C(5)-C(1)-C(10)	124.52(9)
C(60)-Fe(1)-C(5A)	144.5(2)	C(2)-C(1)-C(10)	127.06(9)
C(1A)-Fe(1)-C(5A)	36.5(3)	C(5)-C(1)-Fe(1)	71.94(6)
C(2A)-Fe(1)-C(5A)	60.9(3)	C(2)-C(1)-Fe(1)	72.62(6)
C(60)-Fe(1)-C(1)	144.13(4)	C(10)-C(1)-Fe(1)	125.54(7)
C(1A)-Fe(1)-C(1)	10.7(2)	C(3)-C(2)-C(1)	107.84(8)
C(2A)-Fe(1)-C(1)	45.6(2)	C(3)-C(2)-C(20)	126.64(9)
C(5A)-Fe(1)-C(1)	27.1(2)	C(1)-C(2)-C(20)	124.29(9)
C(60)-Fe(1)-C(5)	145.15(4)	C(3)-C(2)-Fe(1)	71.65(6)
C(1A)-Fe(1)-C(5)	45.4(2)	C(1)-C(2)-Fe(1)	70.57(6)
C(2A)-Fe(1)-C(5)	63.7(2)	C(20)-C(2)-Fe(1)	133.21(7)
C(5A)-Fe(1)-C(5)	10.95(19)	C(2)-C(3)-C(4)	108.30(9)
C(1)-Fe(1)-C(5)	36.93(3)	C(2)-C(3)-C(30)	125.75(9)
C(60)-Fe(1)-C(3)	151.05(4)	C(4)-C(3)-C(30)	125.94(9)
C(1A)-Fe(1)-C(3)	56.2(2)	C(2)-C(3)-Fe(1)	71.78(6)
C(2A)-Fe(1)-C(3)	26.2(2)	C(4)-C(3)-Fe(1)	72.27(6)
C(5A)-Fe(1)-C(3)	64.1(2)	C(30)-C(3)-Fe(1)	122.76(7)
C(1)-Fe(1)-C(3)	61.37(4)	C(3)-C(4)-C(5)	107.68(8)
C(5)-Fe(1)-C(3)	61.33(4)	C(3)-C(4)-C(40)	124.35(9)
C(60)-Fe(1)-C(2)	147.73(3)	C(5)-C(4)-C(40)	126.89(9)
C(1A)-Fe(1)-C(2)	27.1(2)	C(3)-C(4)-Fe(1)	71.19(5)
C(2A)-Fe(1)-C(2)	11.3(2)	C(5)-C(4)-Fe(1)	70.53(6)
C(5A)-Fe(1)-C(2)	56.4(2)	C(40)-C(4)-Fe(1)	132.97(7)
C(1)-Fe(1)-C(2)	36.81(4)	C(1)-C(5)-C(4)	107.97(9)
C(5)-Fe(1)-C(2)	61.36(4)	C(1)-C(5)-C(50)	126.65(9)
C(3)-Fe(1)-C(2)	36.56(4)	C(4)-C(5)-C(50)	125.03(9)
C(60)-Fe(1)-C(3A)	152.6(2)	C(1)-C(5)-Fe(1)	71.13(6)
C(1A)-Fe(1)-C(3A)	60.1(3)	C(4)-C(5)-Fe(1)	72.72(6)
C(2A)-Fe(1)-C(3A)	35.9(3)	C(50)-C(5)-Fe(1)	127.07(7)
C(5A)-Fe(1)-C(3A)	59.6(3)	C(1)-C(10)-C(11)	114.44(9)
C(1)-Fe(1)-C(3A)	63.0(2)	C(1)-C(10)-C(12)	111.85(10)
C(5)-Fe(1)-C(3A)	54.7(2)	C(11)-C(10)-C(12)	111.81(10)
C(3)-Fe(1)-C(3A)	11.63(19)	C(1)-C(10)-H(10)	106.0
C(2)-Fe(1)-C(3A)	45.1(2)	C(11)-C(10)-H(10)	106.0
C(60)-Fe(1)-C(4)	149.53(4)	C(12)-C(10)-H(10)	106.0
C(1A)-Fe(1)-C(4)	63.8(2)	C(21)-C(20)-C(2)	118.10(9)
C(2A)-Fe(1)-C(4)	55.32(19)	C(21)-C(20)-C(22)	110.46(10)
C(5A)-Fe(1)-C(4)	45.5(2)	C(2)-C(20)-C(22)	109.46(9)
C(1)-Fe(1)-C(4)	61.34(4)	C(21)-C(20)-H(20)	106.0
C(5)-Fe(1)-C(4)	36.74(4)	C(2)-C(20)-H(20)	106.0
C(3)-Fe(1)-C(4)	36.54(3)	C(22)-C(20)-H(20)	106.0
C(2)-Fe(1)-C(4)	60.99(3)	C(3)-C(30)-C(31)	112.47(10)
C(3A)-Fe(1)-C(4)	25.47(19)	C(3)-C(30)-C(32)	113.84(9)
C(60)-Fe(1)-C(4A)	148.6(2)	C(31)-C(30)-C(32)	111.91(11)
C(1A)-Fe(1)-C(4A)	60.2(3)	C(3)-C(30)-H(30)	106.0
C(2A)-Fe(1)-C(4A)	60.3(3)	C(31)-C(30)-H(30)	106.0
C(5A)-Fe(1)-C(4A)	35.7(3)	C(32)-C(30)-H(30)	106.0
C(1)-Fe(1)-C(4A)	55.6(2)	C(4)-C(40)-C(41)	117.47(9)
C(5)-Fe(1)-C(4A)	25.9(2)	C(4)-C(40)-C(42)	110.31(10)
C(3)-Fe(1)-C(4A)	45.8(2)	C(41)-C(40)-C(42)	111.55(10)
C(2)-Fe(1)-C(4A)	63.7(2)	C(4)-C(40)-H(40)	105.5
C(3A)-Fe(1)-C(4A)	35.7(3)	C(41)-C(40)-H(40)	105.5

C(42)-C(40)-H(40)	105.5	H(12E)-C(12A)-H(12F)	109.5
C(5)-C(50)-C(51)	115.01(9)	C(22A)-C(20A)-C(21A)	117.5(10)
C(5)-C(50)-C(52)	112.01(10)	C(22A)-C(20A)-C(2A)	110.5(9)
C(51)-C(50)-C(52)	110.88(12)	C(21A)-C(20A)-C(2A)	116.5(9)
C(5)-C(50)-H(50)	106.1	C(22A)-C(20A)-H(20A)	103.3
C(51)-C(50)-H(50)	106.1	C(21A)-C(20A)-H(20A)	103.3
C(52)-C(50)-H(50)	106.1	C(2A)-C(20A)-H(20A)	103.3
C(2A)-C(1A)-C(5A)	107.9(7)	C(20A)-C(21A)-H(21D)	109.5
C(2A)-C(1A)-C(10A)	132.3(8)	C(20A)-C(21A)-H(21E)	109.5
C(5A)-C(1A)-C(10A)	119.6(8)	H(21D)-C(21A)-H(21E)	109.5
C(2A)-C(1A)-Fe(1)	71.5(5)	C(20A)-C(21A)-H(21F)	109.5
C(5A)-C(1A)-Fe(1)	73.3(5)	H(21D)-C(21A)-H(21F)	109.5
C(10A)-C(1A)-Fe(1)	125.2(6)	H(21E)-C(21A)-H(21F)	109.5
C(3A)-C(2A)-C(1A)	107.9(7)	C(20A)-C(22A)-H(22D)	109.5
C(3A)-C(2A)-C(20A)	128.9(8)	C(20A)-C(22A)-H(22E)	109.5
C(1A)-C(2A)-C(20A)	121.4(8)	H(22D)-C(22A)-H(22E)	109.5
C(3A)-C(2A)-Fe(1)	75.1(5)	C(20A)-C(22A)-H(22F)	109.5
C(1A)-C(2A)-Fe(1)	71.6(5)	H(22D)-C(22A)-H(22F)	109.5
C(20A)-C(2A)-Fe(1)	130.7(6)	H(22E)-C(22A)-H(22F)	109.5
C(2A)-C(3A)-C(4A)	108.8(7)	C(31A)-C(30A)-C(32A)	119.9(10)
C(2A)-C(3A)-C(30A)	122.4(8)	C(31A)-C(30A)-C(3A)	116.8(9)
C(4A)-C(3A)-C(30A)	128.8(7)	C(32A)-C(30A)-C(3A)	113.5(9)
C(2A)-C(3A)-Fe(1)	69.0(5)	C(31A)-C(30A)-H(30A)	100.5
C(4A)-C(3A)-Fe(1)	73.1(5)	C(32A)-C(30A)-H(30A)	100.5
C(30A)-C(3A)-Fe(1)	122.5(6)	C(3A)-C(30A)-H(30A)	100.5
C(5A)-C(4A)-C(3A)	106.8(6)	C(30A)-C(31A)-H(31D)	109.5
C(5A)-C(4A)-C(40A)	129.1(8)	C(30A)-C(31A)-H(31E)	109.5
C(3A)-C(4A)-C(40A)	122.9(8)	H(31D)-C(31A)-H(31E)	109.5
C(5A)-C(4A)-Fe(1)	69.8(5)	C(30A)-C(31A)-H(31F)	109.5
C(3A)-C(4A)-Fe(1)	71.2(5)	H(31D)-C(31A)-H(31F)	109.5
C(40A)-C(4A)-Fe(1)	133.5(7)	H(31E)-C(31A)-H(31F)	109.5
C(4A)-C(5A)-C(1A)	108.5(7)	C(30A)-C(32A)-H(32D)	109.5
C(4A)-C(5A)-C(50A)	121.5(7)	C(30A)-C(32A)-H(32E)	109.5
C(1A)-C(5A)-C(50A)	129.7(8)	H(32D)-C(32A)-H(32E)	109.5
C(4A)-C(5A)-Fe(1)	74.5(5)	C(30A)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(1A)-C(5A)-Fe(1)	70.1(5)	H(32D)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(50A)-C(5A)-Fe(1)	126.2(6)	H(32E)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(11A)-C(10A)-C(12A)	121.1(11)	C(41A)-C(40A)-C(4A)	120.2(9)
C(11A)-C(10A)-C(1A)	114.3(9)	C(41A)-C(40A)-C(42A)	113.7(10)
C(12A)-C(10A)-C(1A)	115.0(9)	C(4A)-C(40A)-C(42A)	113.0(9)
C(11A)-C(10A)-H(10A)	100.4	C(41A)-C(40A)-H(40A)	102.2
C(12A)-C(10A)-H(10A)	100.4	C(4A)-C(40A)-H(40A)	102.2
C(1A)-C(10A)-H(10A)	100.4	C(42A)-C(40A)-H(40A)	102.2
C(10A)-C(11A)-H(11D)	109.5	C(40A)-C(41A)-H(41D)	109.5
C(10A)-C(11A)-H(11E)	109.5	C(40A)-C(41A)-H(41E)	109.5
H(11D)-C(11A)-H(11E)	109.5	H(41D)-C(41A)-H(41E)	109.5
C(10A)-C(11A)-H(11F)	109.5	C(40A)-C(41A)-H(41F)	109.5
H(11D)-C(11A)-H(11F)	109.5	H(41D)-C(41A)-H(41F)	109.5
H(11E)-C(11A)-H(11F)	109.5	H(41E)-C(41A)-H(41F)	109.5
C(10A)-C(12A)-H(12D)	109.5	C(40A)-C(42A)-H(42D)	109.5
C(10A)-C(12A)-H(12E)	109.5	C(40A)-C(42A)-H(42E)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12E)	109.5	H(42D)-C(42A)-H(42E)	109.5
C(10A)-C(12A)-H(12F)	109.5	C(40A)-C(42A)-H(42F)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12F)	109.5	H(42D)-C(42A)-H(42F)	109.5

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(42E)-C(42A)-H(42F)	109.5	H(72B)-C(72)-H(72C)	109.5
C(51A)-C(50A)-C(52A)	110.0(10)	C(65)-C(80)-C(82)	113.02(8)
C(51A)-C(50A)-C(5A)	114.3(10)	C(65)-C(80)-C(81)	111.36(8)
C(52A)-C(50A)-C(5A)	115.0(9)	C(82)-C(80)-C(81)	110.47(9)
C(51A)-C(50A)-H(50A)	105.6	C(65)-C(80)-H(80)	107.2
C(52A)-C(50A)-H(50A)	105.6	C(82)-C(80)-H(80)	107.2
C(5A)-C(50A)-H(50A)	105.6	C(81)-C(80)-H(80)	107.2
C(50A)-C(51A)-H(51D)	109.5	C(80)-C(81)-H(81A)	109.5
C(50A)-C(51A)-H(51E)	109.5	C(80)-C(81)-H(81B)	109.5
H(51D)-C(51A)-H(51E)	109.5	H(81A)-C(81)-H(81B)	109.5
C(50A)-C(51A)-H(51F)	109.5	C(80)-C(81)-H(81C)	109.5
H(51D)-C(51A)-H(51F)	109.5	H(81A)-C(81)-H(81C)	109.5
H(51E)-C(51A)-H(51F)	109.5	H(81B)-C(81)-H(81C)	109.5
C(50A)-C(52A)-H(52D)	109.5	C(80)-C(82)-H(82A)	109.5
C(50A)-C(52A)-H(52E)	109.5	C(80)-C(82)-H(82B)	109.5
H(52D)-C(52A)-H(52E)	109.5	H(82A)-C(82)-H(82B)	109.5
C(50A)-C(52A)-H(52F)	109.5	C(80)-C(82)-H(82C)	109.5
H(52D)-C(52A)-H(52F)	109.5	H(82A)-C(82)-H(82C)	109.5
H(52E)-C(52A)-H(52F)	109.5	H(82B)-C(82)-H(82C)	109.5
C(65)-C(60)-C(61)	116.92(8)		
C(65)-C(60)-Fe(1)	120.31(6)		
C(61)-C(60)-Fe(1)	122.61(7)		
C(62)-C(61)-C(60)	120.91(9)		
C(62)-C(61)-C(70)	118.63(8)		
C(60)-C(61)-C(70)	120.38(8)		
C(63)-C(62)-C(61)	120.80(9)		
C(63)-C(62)-H(62)	119.6		
C(61)-C(62)-H(62)	119.6		
C(62)-C(63)-C(64)	119.33(10)		
C(62)-C(63)-H(63)	120.3		
C(64)-C(63)-H(63)	120.3		
C(63)-C(64)-C(65)	120.73(9)		
C(63)-C(64)-H(64)	119.6		
C(65)-C(64)-H(64)	119.6		
C(64)-C(65)-C(60)	121.27(8)		
C(64)-C(65)-C(80)	118.21(8)		
C(60)-C(65)-C(80)	120.50(8)		
C(61)-C(70)-C(72)	114.09(9)		
C(61)-C(70)-C(71)	110.12(9)		
C(72)-C(70)-C(71)	110.31(8)		
C(61)-C(70)-H(70)	107.3		
C(72)-C(70)-H(70)	107.3		
C(71)-C(70)-H(70)	107.3		
C(70)-C(71)-H(71A)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71B)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71B)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71B)-C(71)-H(71C)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72A)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72B)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72B)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72C)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72C)	109.5		

Anisotrope Auslenkungsparameter [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] für 34 (071110).

Der Exponent des anisotropen Auslenkungsfaktors hat die Form: $-2\pi^2 [(ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^*b U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe(1)	16(1)	16(1)	17(1)	0(1)	3(1)	1(1)
C(1)	14(1)	16(1)	16(1)	-1(1)	6(1)	-1(1)
C(2)	18(1)	16(1)	14(1)	-2(1)	5(1)	-2(1)
C(3)	15(1)	14(1)	16(1)	1(1)	4(1)	-1(1)
C(4)	16(1)	17(1)	15(1)	-1(1)	5(1)	0(1)
C(5)	14(1)	19(1)	14(1)	-2(1)	2(1)	-1(1)
C(10)	20(1)	24(1)	16(1)	-3(1)	6(1)	-5(1)
C(11)	32(1)	33(1)	17(1)	2(1)	4(1)	-2(1)
C(12)	33(1)	34(1)	28(1)	-12(1)	14(1)	-1(1)
C(20)	26(1)	19(1)	18(1)	-5(1)	5(1)	-7(1)
C(21)	23(1)	25(1)	39(1)	-4(1)	2(1)	-6(1)
C(22)	35(1)	16(1)	37(1)	-3(1)	7(1)	-2(1)
C(30)	21(1)	20(1)	20(1)	1(1)	8(1)	-3(1)
C(31)	32(1)	28(1)	34(1)	0(1)	21(1)	-1(1)
C(32)	31(1)	24(1)	28(1)	7(1)	9(1)	-2(1)
C(40)	20(1)	22(1)	13(1)	1(1)	2(1)	1(1)
C(41)	29(1)	26(1)	18(1)	-3(1)	0(1)	-1(1)
C(42)	27(1)	31(1)	22(1)	0(1)	-3(1)	5(1)
C(50)	17(1)	26(1)	18(1)	-1(1)	4(1)	-5(1)
C(51)	37(1)	26(1)	33(1)	2(1)	12(1)	-10(1)
C(52)	18(1)	45(1)	40(1)	-1(1)	10(1)	-2(1)
C(60)	16(1)	18(1)	16(1)	2(1)	7(1)	0(1)
C(61)	19(1)	24(1)	17(1)	0(1)	4(1)	0(1)
C(62)	24(1)	30(1)	28(1)	2(1)	-3(1)	6(1)
C(63)	31(1)	23(1)	37(1)	5(1)	3(1)	9(1)
C(64)	28(1)	18(1)	29(1)	-1(1)	8(1)	0(1)
C(65)	18(1)	19(1)	18(1)	0(1)	7(1)	-1(1)
C(70)	20(1)	29(1)	23(1)	-6(1)	2(1)	0(1)
C(71)	28(1)	36(1)	39(1)	-9(1)	10(1)	-8(1)
C(72)	40(1)	54(1)	24(1)	-10(1)	3(1)	0(1)
C(80)	19(1)	21(1)	19(1)	-3(1)	3(1)	-1(1)
C(81)	36(1)	49(1)	22(1)	-3(1)	7(1)	7(1)
C(82)	31(1)	40(1)	42(1)	-1(1)	4(1)	-14(1)

H-Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 34 (071110).

	x	y	z	U(eq)
H(10)	1613	2695	2222	24
H(11A)	3539	2147	2625	41
H(11B)	3144	2837	3176	41
H(11C)	3939	3407	2769	41
H(12A)	2354	4930	2474	46
H(12B)	1549	4261	2835	46
H(12C)	1068	4582	2072	46
H(20)	3872	4754	2159	25
H(21A)	5564	4037	2043	45
H(21B)	5668	5354	2006	45
H(21C)	5408	4631	1345	45
H(22A)	3972	6532	1755	45
H(22B)	2713	6037	1413	45
H(22C)	3671	6088	1012	45
H(30)	4259	4673	445	24
H(31A)	4581	2898	94	44
H(31B)	4553	3772	-481	44
H(31C)	3457	2992	-521	44
H(32A)	2301	4816	-674	41
H(32B)	3425	5593	-510	41
H(32C)	2524	5673	-72	41
H(40)	1701	3245	-596	23
H(41A)	1796	1365	-560	38
H(41B)	545	1694	-1023	38
H(41C)	678	1278	-284	38
H(42A)	-428	3203	-239	43
H(42B)	-289	3509	-953	43
H(42C)	242	4308	-339	43
H(50)	137	1890	502	24
H(51A)	1303	584	1219	48
H(51B)	3	600	1284	48
H(51C)	1018	1186	1834	48
H(52A)	-159	2928	1661	51
H(52B)	-1158	2429	1063	51
H(52C)	-486	3529	957	51
H(10A)	3510	4168	2385	47
H(11D)	3373	2853	3172	38
H(11E)	4091	2513	2663	38
H(11F)	2810	2039	2571	38
H(12D)	1154	4132	2245	38
H(12E)	2012	5163	2296	38
H(12F)	2062	4426	2935	38
H(20A)	4244	5104	867	47
H(21D)	5934	4996	1603	38
H(21E)	5520	3732	1521	38
H(21F)	5418	4428	2150	38
H(22D)	3439	5612	1955	38

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(22E)	2960	6072	1218	38
H(22F)	4230	6409	1651	38
H(30A)	2400	3488	-498	47
H(31D)	4187	3659	-653	38
H(31E)	4067	2643	-189	38
H(31F)	4731	3744	129	38
H(32D)	2600	5168	-847	38
H(32E)	3190	5615	-118	38
H(32F)	1855	5255	-323	38
H(40A)	125	2229	117	47
H(41D)	1594	1754	-669	38
H(41E)	228	1517	-894	38
H(41F)	1030	917	-254	38
H(42D)	618	4024	-594	38
H(42E)	-369	3904	-217	38
H(42F)	-478	3241	-889	38
H(50A)	1000	2310	1905	47
H(51D)	135	677	1487	38
H(51E)	1447	676	1440	38
H(51F)	406	895	793	38
H(52D)	-1002	2303	1324	38
H(52E)	-669	2843	706	38
H(52F)	-422	3505	1389	38
H(62)	6781	-296	2322	35
H(63)	6126	-1925	1749	38
H(64)	4441	-1898	876	30
H(70)	5342	2314	2061	29
H(71A)	7600	1627	2010	51
H(71B)	7244	2875	2121	51
H(71C)	6692	2272	1430	51
H(72A)	5721	1330	3074	60
H(72B)	6591	2350	3117	60
H(72C)	7022	1116	3040	60
H(80)	2603	435	354	24
H(81A)	3807	220	-339	53
H(81B)	2617	-425	-651	53
H(81C)	3758	-1099	-281	53
H(82A)	2473	-1919	384	58
H(82B)	1422	-1095	73	58
H(82C)	1979	-1130	855	58

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 35 (07185o).

Summenformel	C ₃₅ H ₆₁ AlFe	
Molmasse	564.67	
Temperatur	150(2) K	
Strahlung	MoK α	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Scanmodus	Ω -scans	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	P 1; $\bar{1}$	
Zelldimensionen	$a = 10.0156(5)$ Å	$\alpha = 90.639(4)^\circ$
	$b = 12.3687(6)$ Å	$\beta = 101.681(4)^\circ$
	$c = 14.8330(6)$ Å	$\gamma = 113.513(6)^\circ$
Zellvolumen	1641.38(15) Å ³	
Formeleinheiten pro Zelle Z	2	
Berechnete Dichte	1.143 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	0.507 mm ⁻¹	
Kristallgröße	0.33 x 0.29 x 0.15 mm	
Gemessener θ -Bereich	2.48 bis 30.00°	
Anzahl der gemessenen Reflexe	22881	
Unabhängige Reflexe	9472 (R _{int} = 0.0248)	
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten	
Max. und min. Transmission	0.9278 und 0.8506	
Diffraktometer	Oxford Diffraction Gemini S Ultra	
Strukturlösung	Direkte Methoden	
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)	
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²	
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)	
Daten / Restraints / Parameter	9472 / 116 / 542	
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0317, wR2 = 0.0791	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0459, wR2 = 0.0846	
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0500P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$	
GooF (alle Daten)	1.013	
Größtes Maximum und Minimum	0.373 und -0.235 eÅ ⁻³	

Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 35 (07185o).U(eq) wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Fe	2180(1)	1615(1)	2152(1)	18(1)
Al	1544(1)	-1834(1)	2948(1)	25(1)
C(1)	4282(4)	2655(3)	2989(2)	17(1)
C(2)	4008(4)	3218(5)	2171(3)	20(1)
C(3)	2755(8)	3489(8)	2183(5)	26(1)
C(4)	2189(10)	3017(10)	2985(5)	21(1)
C(5)	3158(5)	2536(6)	3487(3)	19(1)
C(11)	5702(2)	2463(2)	3339(1)	27(1)
C(12)	5558(9)	1276(6)	3592(5)	41(2)
C(13)	6680(7)	3421(7)	4227(5)	57(2)
C(21)	5056(3)	3501(2)	1495(2)	32(1)
C(22)	4386(3)	3563(2)	478(2)	42(1)
C(23)	6491(3)	4613(2)	1858(2)	43(1)
C(31)	2247(3)	4364(2)	1656(2)	33(1)
C(32)	1270(4)	3989(3)	676(2)	51(1)
C(33)	3615(5)	5593(4)	1762(4)	38(1)
C(41)	1018(3)	3258(2)	3367(2)	29(1)
C(42)	-462(2)	3060(2)	2687(2)	36(1)
C(43)	1713(4)	4526(4)	3863(3)	43(1)
C(51)	3191(2)	2099(2)	4454(1)	28(1)
C(52)	1837(9)	996(6)	4530(6)	38(2)
C(53)	3566(11)	3099(7)	5192(5)	36(2)
C(1A)	4085(7)	2564(6)	3261(4)	18(1)
C(2A)	4254(7)	3126(7)	2426(5)	22(1)
C(3A)	3002(14)	3459(13)	2137(9)	24(2)
C(4A)	2102(17)	3114(18)	2799(9)	21(2)
C(5A)	2757(8)	2538(9)	3492(6)	20(1)
C(11A)	5261(3)	2262(3)	3902(2)	23(1)
C(12A)	5638(14)	1294(7)	3607(8)	33(3)
C(13A)	6762(11)	3449(9)	4153(7)	32(2)
C(21A)	5672(4)	3575(3)	2050(3)	30(1)
C(22A)	5537(5)	3402(4)	996(3)	42(1)
C(23A)	6657(5)	4891(4)	2418(4)	42(1)
C(31A)	3050(6)	4368(4)	1423(3)	42(1)
C(32A)	1943(7)	4024(6)	503(4)	52(2)
C(33A)	3206(10)	5499(9)	1838(9)	54(2)
C(41A)	699(4)	3282(3)	2911(3)	27(1)
C(42A)	-346(4)	3368(4)	2031(3)	35(1)
C(43A)	1184(8)	4371(7)	3617(5)	40(1)
C(51A)	2305(4)	2200(3)	4400(2)	25(1)
C(52A)	2063(15)	957(9)	4664(11)	31(2)
C(53A)	3375(17)	3110(11)	5240(8)	33(2)
C(6)	1421(1)	-399(1)	2190(1)	20(1)
C(7)	191(1)	-59(1)	2116(1)	21(1)
C(8)	-65(1)	688(1)	1451(1)	23(1)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(9)	844(1)	1108(1)	817(1)	24(1)
C(10)	2051(1)	790(1)	870(1)	23(1)
C(14)	2330(1)	46(1)	1528(1)	21(1)
C(15)	3468(1)	-443(1)	1403(1)	28(1)
C(16)	4931(2)	453(1)	1207(1)	34(1)
C(17)	2703(2)	-1434(1)	598(1)	39(1)
C(24)	3577(2)	-1766(1)	3491(1)	38(1)
C(25)	456(2)	-3247(1)	1973(1)	41(1)
C(26)	503(2)	-2243(2)	3997(1)	51(1)
C(71)	-1024(1)	-659(1)	2644(1)	26(1)
C(72)	-1767(2)	90(1)	2963(1)	33(1)
C(73)	-2223(2)	-1753(1)	2016(1)	44(1)

Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für 35 (07185o).

Fe-C(9)	2.0820(11)	C(33)-H(33A)	0.9800
Fe-C(2)	2.089(5)	C(33)-H(33B)	0.9800
Fe-C(1)	2.091(4)	C(33)-H(33C)	0.9800
Fe-C(3A)	2.096(14)	C(41)-C(42)	1.541(3)
Fe-C(10)	2.1031(11)	C(41)-C(43)	1.543(4)
Fe-C(8)	2.1031(11)	C(41)-H(41)	1.0000
Fe-C(5)	2.111(6)	C(42)-H(42A)	0.9800
Fe-C(4)	2.114(10)	C(42)-H(42B)	0.9800
Fe-C(4A)	2.115(18)	C(42)-H(42C)	0.9800
Fe-C(2A)	2.125(8)	C(43)-H(43A)	0.9800
Fe-C(5A)	2.133(10)	C(43)-H(43B)	0.9800
Fe-C(3)	2.151(8)	C(43)-H(43C)	0.9800
Al-C(24)	2.0007(13)	C(51)-C(53)	1.517(7)
Al-C(26)	2.0049(15)	C(51)-C(52)	1.517(7)
Al-C(25)	2.0293(16)	C(51)-H(51)	1.0000
Al-C(6)	2.1421(12)	C(52)-H(52A)	0.9800
C(1)-C(5)	1.428(4)	C(52)-H(52B)	0.9800
C(1)-C(2)	1.438(4)	C(52)-H(52C)	0.9800
C(1)-C(11)	1.524(4)	C(53)-H(53A)	0.9800
C(2)-C(3)	1.425(6)	C(53)-H(53B)	0.9800
C(2)-C(21)	1.540(5)	C(53)-H(53C)	0.9800
C(3)-C(4)	1.449(7)	C(1A)-C(5A)	1.428(7)
C(3)-C(31)	1.530(6)	C(1A)-C(2A)	1.433(7)
C(4)-C(5)	1.425(6)	C(1A)-C(11A)	1.529(7)
C(4)-C(41)	1.527(6)	C(2A)-C(3A)	1.458(9)
C(5)-C(51)	1.537(5)	C(2A)-C(21A)	1.529(7)
C(11)-C(12)	1.477(6)	C(3A)-C(4A)	1.421(10)
C(11)-C(13)	1.617(6)	C(3A)-C(31A)	1.546(8)
C(11)-H(11)	1.0000	C(4A)-C(5A)	1.454(10)
C(12)-H(12A)	0.9800	C(4A)-C(41A)	1.539(9)
C(12)-H(12B)	0.9800	C(5A)-C(51A)	1.517(8)
C(12)-H(12C)	0.9800	C(11A)-C(12A)	1.478(7)
C(13)-H(13A)	0.9800	C(11A)-C(13A)	1.598(10)
C(13)-H(13B)	0.9800	C(11A)-H(11A)	1.0000
C(13)-H(13C)	0.9800	C(12A)-H(12D)	0.9800
C(21)-C(23)	1.529(4)	C(12A)-H(12E)	0.9800
C(21)-C(22)	1.538(3)	C(12A)-H(12F)	0.9800
C(21)-H(21)	1.0000	C(13A)-H(13D)	0.9800
C(22)-H(22A)	0.9800	C(13A)-H(13E)	0.9800
C(22)-H(22B)	0.9800	C(13A)-H(13F)	0.9800
C(22)-H(22C)	0.9800	C(21A)-C(22A)	1.545(6)
C(23)-H(23A)	0.9800	C(21A)-C(23A)	1.550(5)
C(23)-H(23B)	0.9800	C(21A)-H(21A)	1.0000
C(23)-H(23C)	0.9800	C(22A)-H(22D)	0.9800
C(31)-C(32)	1.527(4)	C(22A)-H(22E)	0.9800
C(31)-C(33)	1.568(5)	C(22A)-H(22F)	0.9800
C(31)-H(31)	1.0000	C(23A)-H(23D)	0.9800
C(32)-H(32A)	0.9800	C(23A)-H(23E)	0.9800
C(32)-H(32B)	0.9800	C(23A)-H(23F)	0.9800
C(32)-H(32C)	0.9800	C(31A)-C(33A)	1.459(10)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(31A)-C(32A)	1.506(7)	C(9)-C(10)	1.4016(16)
C(31A)-H(31A)	1.0000	C(9)-H(9)	0.9500
C(32A)-H(32D)	0.9800	C(10)-C(14)	1.4119(16)
C(32A)-H(32E)	0.9800	C(10)-H(10)	0.9500
C(32A)-H(32F)	0.9800	C(14)-C(15)	1.5277(15)
C(33A)-H(33D)	0.9800	C(15)-C(16)	1.5310(19)
C(33A)-H(33E)	0.9800	C(15)-C(17)	1.537(2)
C(33A)-H(33F)	0.9800	C(15)-H(15)	1.0000
C(41A)-C(42A)	1.533(5)	C(16)-H(16A)	0.9800
C(41A)-C(43A)	1.545(7)	C(16)-H(16B)	0.9800
C(41A)-H(41A)	1.0000	C(16)-H(16C)	0.9800
C(42A)-H(42D)	0.9800	C(17)-H(17A)	0.9800
C(42A)-H(42E)	0.9800	C(17)-H(17B)	0.9800
C(42A)-H(42F)	0.9800	C(17)-H(17C)	0.9800
C(43A)-H(43D)	0.9800	C(24)-H(24A)	0.9800
C(43A)-H(43E)	0.9800	C(24)-H(24B)	0.9800
C(43A)-H(43F)	0.9800	C(24)-H(24C)	0.9800
C(51A)-C(52A)	1.527(10)	C(25)-H(25A)	0.9800
C(51A)-C(53A)	1.560(9)	C(25)-H(25B)	0.9800
C(51A)-H(51A)	1.0000	C(25)-H(25C)	0.9800
C(52A)-H(52D)	0.9800	C(26)-H(26A)	0.9800
C(52A)-H(52E)	0.9800	C(26)-H(26B)	0.9800
C(52A)-H(52F)	0.9800	C(26)-H(26C)	0.9800
C(53A)-H(53D)	0.9800	C(71)-C(72)	1.5227(17)
C(53A)-H(53E)	0.9800	C(71)-C(73)	1.538(2)
C(53A)-H(53F)	0.9800	C(71)-H(71)	1.0000
C(6)-C(14)	1.4388(16)	C(72)-H(72A)	0.9800
C(6)-C(7)	1.4383(15)	C(72)-H(72B)	0.9800
C(7)-C(8)	1.4142(16)	C(72)-H(72C)	0.9800
C(7)-C(71)	1.5241(16)	C(73)-H(73A)	0.9800
C(8)-C(9)	1.4009(17)	C(73)-H(73B)	0.9800
C(8)-H(8)	0.9500	C(73)-H(73C)	0.9800

C(9)-Fe-C(2)	109.43(11)	C(2)-Fe-C(5)	67.07(17)
C(9)-Fe-C(1)	147.01(9)	C(1)-Fe-C(5)	39.74(12)
C(2)-Fe-C(1)	40.24(11)	C(3A)-Fe-C(5)	67.1(4)
C(9)-Fe-C(3A)	99.1(4)	C(10)-Fe-C(5)	158.20(10)
C(2)-Fe-C(3A)	31.9(3)	C(8)-Fe-C(5)	131.69(10)
C(1)-Fe-C(3A)	61.8(4)	C(9)-Fe-C(4)	120.46(17)
C(9)-Fe-C(10)	39.13(4)	C(2)-Fe-C(4)	66.9(3)
C(2)-Fe-C(10)	99.41(13)	C(1)-Fe-C(4)	66.6(2)
C(1)-Fe-C(10)	119.10(10)	C(3A)-Fe-C(4)	45.2(4)
C(3A)-Fe-C(10)	110.9(3)	C(10)-Fe-C(4)	152.36(16)
C(9)-Fe-C(8)	39.11(5)	C(8)-Fe-C(4)	104.8(2)
C(2)-Fe-C(8)	140.31(10)	C(5)-Fe-C(4)	39.41(19)
C(1)-Fe-C(8)	170.99(10)	C(9)-Fe-C(4A)	112.8(3)
C(3A)-Fe-C(8)	114.5(3)	C(2)-Fe-C(4A)	64.7(4)
C(10)-Fe-C(8)	69.71(5)	C(1)-Fe-C(4A)	70.6(4)
C(9)-Fe-C(5)	159.85(12)	C(3A)-Fe-C(4A)	39.4(4)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(10)-Fe-C(4A)	144.0(3)	C(4)-C(3)-C(31)	120.8(5)
C(8)-Fe-C(4A)	101.2(4)	C(2)-C(3)-Fe	68.0(4)
C(5)-Fe-C(4A)	47.2(3)	C(4)-C(3)-Fe	68.8(5)
C(4)-Fe-C(4A)	8.5(4)	C(31)-C(3)-Fe	139.9(6)
C(9)-Fe-C(2A)	120.60(17)	C(5)-C(4)-C(3)	108.0(4)
C(2)-Fe-C(2A)	12.21(14)	C(5)-C(4)-C(41)	124.1(4)
C(1)-Fe-C(2A)	28.13(17)	C(3)-C(4)-C(41)	126.2(5)
C(3A)-Fe-C(2A)	40.4(3)	C(5)-C(4)-Fe	70.2(4)
C(10)-Fe-C(2A)	104.9(2)	C(3)-C(4)-Fe	71.5(5)
C(8)-Fe-C(2A)	152.39(15)	C(41)-C(4)-Fe	135.3(7)
C(5)-Fe-C(2A)	58.6(2)	C(4)-C(5)-C(1)	108.1(4)
C(4)-Fe-C(2A)	66.9(3)	C(4)-C(5)-C(51)	128.6(3)
C(4A)-Fe-C(2A)	66.5(5)	C(1)-C(5)-C(51)	122.9(3)
C(9)-Fe-C(5A)	150.42(18)	C(4)-C(5)-Fe	70.4(5)
C(2)-Fe-C(5A)	73.0(3)	C(1)-C(5)-Fe	69.4(2)
C(1)-Fe-C(5A)	50.08(18)	C(51)-C(5)-Fe	131.5(4)
C(3A)-Fe-C(5A)	66.9(4)	C(12)-C(11)-C(1)	118.5(4)
C(10)-Fe-C(5A)	169.07(18)	C(12)-C(11)-C(13)	108.6(4)
C(8)-Fe-C(5A)	121.16(18)	C(1)-C(11)-C(13)	107.2(3)
C(5)-Fe-C(5A)	10.9(2)	C(12)-C(11)-H(11)	107.3
C(4)-Fe-C(5A)	31.7(3)	C(1)-C(11)-H(11)	107.3
C(4A)-Fe-C(5A)	40.0(3)	C(13)-C(11)-H(11)	107.3
C(2A)-Fe-C(5A)	66.1(3)	C(23)-C(21)-C(22)	110.2(2)
C(9)-Fe-C(3)	98.2(2)	C(23)-C(21)-C(2)	111.5(3)
C(2)-Fe-C(3)	39.25(19)	C(22)-C(21)-C(2)	117.4(2)
C(1)-Fe-C(3)	66.2(2)	C(23)-C(21)-H(21)	105.6
C(3A)-Fe-C(3)	7.6(4)	C(22)-C(21)-H(21)	105.6
C(10)-Fe-C(3)	114.8(2)	C(2)-C(21)-H(21)	105.6
C(8)-Fe-C(3)	109.2(2)	C(32)-C(31)-C(3)	120.0(4)
C(5)-Fe-C(3)	66.1(3)	C(32)-C(31)-C(33)	113.9(3)
C(4)-Fe-C(3)	39.7(2)	C(3)-C(31)-C(33)	109.1(4)
C(4A)-Fe-C(3)	33.2(4)	C(32)-C(31)-H(31)	104.0
C(2A)-Fe-C(3)	47.0(3)	C(3)-C(31)-H(31)	104.0
C(5A)-Fe-C(3)	64.3(3)	C(33)-C(31)-H(31)	104.0
C(24)-Al-C(26)	103.46(7)	C(4)-C(41)-C(42)	117.6(4)
C(24)-Al-C(25)	108.42(7)	C(4)-C(41)-C(43)	109.9(5)
C(26)-Al-C(25)	105.90(8)	C(42)-C(41)-C(43)	109.2(2)
C(24)-Al-C(6)	117.49(5)	C(4)-C(41)-H(41)	106.5
C(26)-Al-C(6)	118.37(5)	C(42)-C(41)-H(41)	106.5
C(25)-Al-C(6)	102.42(5)	C(43)-C(41)-H(41)	106.5
C(5)-C(1)-C(2)	108.1(3)	C(53)-C(51)-C(52)	112.8(5)
C(5)-C(1)-C(11)	126.5(3)	C(53)-C(51)-C(5)	111.4(4)
C(2)-C(1)-C(11)	124.3(3)	C(52)-C(51)-C(5)	115.3(4)
C(5)-C(1)-Fe	70.9(3)	C(53)-C(51)-H(51)	105.5
C(2)-C(1)-Fe	69.8(2)	C(52)-C(51)-H(51)	105.5
C(11)-C(1)-Fe	134.1(2)	C(5)-C(51)-H(51)	105.5
C(3)-C(2)-C(1)	108.1(4)	C(5A)-C(1A)-C(2A)	108.6(6)
C(3)-C(2)-C(21)	130.9(4)	C(5A)-C(1A)-C(11A)	124.4(5)
C(1)-C(2)-C(21)	120.8(3)	C(2A)-C(1A)-C(11A)	126.0(5)
C(3)-C(2)-Fe	72.7(4)	C(5A)-C(1A)-Fe	69.9(5)
C(1)-C(2)-Fe	70.0(2)	C(2A)-C(1A)-Fe	69.5(4)
C(21)-C(2)-Fe	126.0(3)	C(11A)-C(1A)-Fe	135.4(4)
C(2)-C(3)-C(4)	107.5(4)	C(1A)-C(2A)-C(3A)	107.7(6)
C(2)-C(3)-C(31)	130.0(5)	C(1A)-C(2A)-C(21A)	125.5(5)

C(3A)-C(2A)-C(21A)	125.1(5)	H(23D)-C(23A)-H(23E)	109.5
C(1A)-C(2A)-Fe	71.4(4)	C(21A)-C(23A)-H(23F)	109.5
C(3A)-C(2A)-Fe	68.7(6)	H(23D)-C(23A)-H(23F)	109.5
C(21A)-C(2A)-Fe	136.8(5)	H(23E)-C(23A)-H(23F)	109.5
C(4A)-C(3A)-C(2A)	107.8(7)	C(33A)-C(31A)-C(32A)	110.2(6)
C(4A)-C(3A)-C(31A)	128.6(8)	C(33A)-C(31A)-C(3A)	112.6(8)
C(2A)-C(3A)-C(31A)	120.9(7)	C(32A)-C(31A)-C(3A)	121.2(7)
C(4A)-C(3A)-Fe	71.0(9)	C(33A)-C(31A)-H(31A)	103.5
C(2A)-C(3A)-Fe	70.9(5)	C(32A)-C(31A)-H(31A)	103.5
C(31A)-C(3A)-Fe	138.3(10)	C(3A)-C(31A)-H(31A)	103.5
C(3A)-C(4A)-C(5A)	108.3(7)	C(31A)-C(32A)-H(32D)	109.5
C(3A)-C(4A)-C(41A)	132.7(7)	C(31A)-C(32A)-H(32E)	109.5
C(5A)-C(4A)-C(41A)	118.9(7)	H(32D)-C(32A)-H(32E)	109.5
C(3A)-C(4A)-Fe	69.5(8)	C(31A)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(5A)-C(4A)-Fe	70.6(7)	H(32D)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(41A)-C(4A)-Fe	127.3(12)	H(32E)-C(32A)-H(32F)	109.5
C(1A)-C(5A)-C(4A)	107.7(6)	C(31A)-C(33A)-H(33D)	109.5
C(1A)-C(5A)-C(51A)	125.2(6)	C(31A)-C(33A)-H(33E)	109.5
C(4A)-C(5A)-C(51A)	126.0(6)	H(33D)-C(33A)-H(33E)	109.5
C(1A)-C(5A)-Fe	71.2(4)	C(31A)-C(33A)-H(33F)	109.5
C(4A)-C(5A)-Fe	69.3(8)	H(33D)-C(33A)-H(33F)	109.5
C(51A)-C(5A)-Fe	134.3(6)	H(33E)-C(33A)-H(33F)	109.5
C(12A)-C(11A)-C(1A)	120.2(5)	C(42A)-C(41A)-C(4A)	117.5(5)
C(12A)-C(11A)-C(13A)	108.2(6)	C(42A)-C(41A)-C(43A)	110.3(4)
C(1A)-C(11A)-C(13A)	107.1(5)	C(4A)-C(41A)-C(43A)	108.7(9)
C(12A)-C(11A)-H(11A)	106.9	C(42A)-C(41A)-H(41A)	106.6
C(1A)-C(11A)-H(11A)	106.9	C(4A)-C(41A)-H(41A)	106.6
C(13A)-C(11A)-H(11A)	106.9	C(43A)-C(41A)-H(41A)	106.6
C(11A)-C(12A)-H(12D)	109.5	C(41A)-C(42A)-H(42D)	109.5
C(11A)-C(12A)-H(12E)	109.5	C(41A)-C(42A)-H(42E)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12E)	109.5	H(42D)-C(42A)-H(42E)	109.5
C(11A)-C(12A)-H(12F)	109.5	C(41A)-C(42A)-H(42F)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12F)	109.5	H(42D)-C(42A)-H(42F)	109.5
H(12E)-C(12A)-H(12F)	109.5	H(42E)-C(42A)-H(42F)	109.5
C(11A)-C(13A)-H(13D)	109.5	C(41A)-C(43A)-H(43D)	109.5
C(11A)-C(13A)-H(13E)	109.5	C(41A)-C(43A)-H(43E)	109.5
H(13D)-C(13A)-H(13E)	109.5	H(43D)-C(43A)-H(43E)	109.5
C(11A)-C(13A)-H(13F)	109.5	C(41A)-C(43A)-H(43F)	109.5
H(13D)-C(13A)-H(13F)	109.5	H(43D)-C(43A)-H(43F)	109.5
H(13E)-C(13A)-H(13F)	109.5	H(43E)-C(43A)-H(43F)	109.5
C(2A)-C(21A)-C(22A)	119.2(4)	C(5A)-C(51A)-C(52A)	118.0(7)
C(2A)-C(21A)-C(23A)	110.2(4)	C(5A)-C(51A)-C(53A)	112.8(7)
C(22A)-C(21A)-C(23A)	109.7(3)	C(52A)-C(51A)-C(53A)	108.2(8)
C(2A)-C(21A)-H(21A)	105.6	C(5A)-C(51A)-H(51A)	105.6
C(22A)-C(21A)-H(21A)	105.6	C(52A)-C(51A)-H(51A)	105.6
C(23A)-C(21A)-H(21A)	105.6	C(53A)-C(51A)-H(51A)	105.6
C(21A)-C(22A)-H(22D)	109.5	C(51A)-C(52A)-H(52D)	109.5
C(21A)-C(22A)-H(22E)	109.5	C(51A)-C(52A)-H(52E)	109.5
H(22D)-C(22A)-H(22E)	109.5	H(52D)-C(52A)-H(52E)	109.5
C(21A)-C(22A)-H(22F)	109.5	C(51A)-C(52A)-H(52F)	109.5
H(22D)-C(22A)-H(22F)	109.5	H(52D)-C(52A)-H(52F)	109.5
H(22E)-C(22A)-H(22F)	109.5	H(52E)-C(52A)-H(52F)	109.5
C(21A)-C(23A)-H(23D)	109.5	C(51A)-C(53A)-H(53D)	109.5
C(21A)-C(23A)-H(23E)	109.5	C(51A)-C(53A)-H(53E)	109.5

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(53D)-C(53A)-H(53E)	109.5	H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(51A)-C(53A)-H(53F)	109.5	C(15)-C(17)-H(17C)	109.5
H(53D)-C(53A)-H(53F)	109.5	H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(53E)-C(53A)-H(53F)	109.5	H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(14)-C(6)-C(7)	115.29(10)	Al-C(24)-H(24A)	109.5
C(14)-C(6)-Al	120.41(8)	Al-C(24)-H(24B)	109.5
C(7)-C(6)-Al	122.16(8)	H(24A)-C(24)-H(24B)	109.5
C(14)-C(6)-Fe	68.06(6)	Al-C(24)-H(24C)	109.5
C(7)-C(6)-Fe	68.33(6)	H(24A)-C(24)-H(24C)	109.5
Al-C(6)-Fe	147.92(6)	H(24B)-C(24)-H(24C)	109.5
C(8)-C(7)-C(6)	121.55(10)	Al-C(25)-H(25A)	109.5
C(8)-C(7)-C(71)	117.46(10)	Al-C(25)-H(25B)	109.5
C(6)-C(7)-C(71)	120.22(10)	H(25A)-C(25)-H(25B)	109.5
C(8)-C(7)-Fe	66.54(6)	Al-C(25)-H(25C)	109.5
C(6)-C(7)-Fe	74.62(6)	H(25A)-C(25)-H(25C)	109.5
C(71)-C(7)-Fe	141.47(8)	H(25B)-C(25)-H(25C)	109.5
C(9)-C(8)-C(7)	121.69(10)	Al-C(26)-H(26A)	109.5
C(9)-C(8)-Fe	69.64(7)	Al-C(26)-H(26B)	109.5
C(7)-C(8)-Fe	75.38(7)	H(26A)-C(26)-H(26B)	109.5
C(9)-C(8)-H(8)	119.2	Al-C(26)-H(26C)	109.5
C(7)-C(8)-H(8)	119.2	H(26A)-C(26)-H(26C)	109.5
Fe-C(8)-H(8)	128.0	H(26B)-C(26)-H(26C)	109.5
C(8)-C(9)-C(10)	118.13(10)	C(72)-C(71)-C(7)	116.81(10)
C(8)-C(9)-Fe	71.26(7)	C(72)-C(71)-C(73)	109.13(11)
C(10)-C(9)-Fe	71.25(7)	C(7)-C(71)-C(73)	107.07(11)
C(8)-C(9)-H(9)	120.9	C(72)-C(71)-H(71)	107.8
C(10)-C(9)-H(9)	120.9	C(7)-C(71)-H(71)	107.8
Fe-C(9)-H(9)	128.7	C(73)-C(71)-H(71)	107.8
C(9)-C(10)-C(14)	121.25(11)	C(71)-C(72)-H(72A)	109.5
C(9)-C(10)-Fe	69.62(7)	C(71)-C(72)-H(72B)	109.5
C(14)-C(10)-Fe	75.14(7)	H(72A)-C(72)-H(72B)	109.5
C(9)-C(10)-H(10)	119.4	C(71)-C(72)-H(72C)	109.5
C(14)-C(10)-H(10)	119.4	H(72A)-C(72)-H(72C)	109.5
Fe-C(10)-H(10)	128.0	H(72B)-C(72)-H(72C)	109.5
C(10)-C(14)-C(6)	122.07(10)	C(71)-C(73)-H(73A)	109.5
C(10)-C(14)-C(15)	116.78(10)	C(71)-C(73)-H(73B)	109.5
C(6)-C(14)-C(15)	120.35(10)	H(73A)-C(73)-H(73B)	109.5
C(10)-C(14)-Fe	66.77(6)	C(71)-C(73)-H(73C)	109.5
C(6)-C(14)-Fe	74.83(6)	H(73A)-C(73)-H(73C)	109.5
C(15)-C(14)-Fe	141.47(9)	H(73B)-C(73)-H(73C)	109.5
C(14)-C(15)-C(16)	116.00(11)		
C(14)-C(15)-C(17)	107.24(10)		
C(16)-C(15)-C(17)	108.80(10)		
C(14)-C(15)-H(15)	108.2		
C(16)-C(15)-H(15)	108.2		
C(17)-C(15)-H(15)	108.2		
C(15)-C(16)-H(16A)	109.5		
C(15)-C(16)-H(16B)	109.5		
H(16A)-C(16)-H(16B)	109.5		
C(15)-C(16)-H(16C)	109.5		
H(16A)-C(16)-H(16C)	109.5		
H(16B)-C(16)-H(16C)	109.5		
C(15)-C(17)-H(17A)	109.5		
C(15)-C(17)-H(17B)	109.5		

Anisotrope Auslenkungsparameter [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] für 35 (07185o).

Der Exponent des anisotropen Auslenkungsfaktors hat die Form: $-2\pi^2 [(ha)^2 U_{11} + \dots + 2hka^*b^* U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe	18(1)	20(1)	16(1)	1(1)	4(1)	7(1)
Al	24(1)	25(1)	29(1)	8(1)	9(1)	12(1)
C(1)	14(1)	20(1)	16(2)	2(1)	4(1)	5(1)
C(2)	20(2)	21(1)	19(2)	4(1)	5(1)	7(1)
C(3)	23(2)	20(1)	29(2)	-5(1)	-1(1)	9(1)
C(4)	21(2)	19(2)	23(3)	-1(2)	6(2)	8(1)
C(5)	16(2)	22(1)	16(1)	-1(1)	5(1)	6(2)
C(11)	20(1)	34(1)	26(1)	-2(1)	2(1)	12(1)
C(12)	41(4)	58(4)	28(3)	7(2)	2(2)	27(3)
C(13)	19(2)	43(3)	89(5)	-20(3)	-22(3)	10(2)
C(21)	33(1)	35(1)	30(1)	9(1)	17(1)	11(1)
C(22)	55(2)	41(1)	31(1)	12(1)	19(1)	16(1)
C(23)	32(1)	41(2)	52(2)	12(1)	18(1)	7(1)
C(31)	34(1)	28(1)	36(1)	7(1)	4(1)	14(1)
C(32)	70(3)	42(2)	39(2)	8(1)	-7(2)	30(2)
C(33)	33(2)	22(1)	56(2)	8(1)	8(2)	8(1)
C(41)	25(1)	30(1)	34(1)	-4(1)	6(1)	13(1)
C(42)	26(1)	34(1)	49(2)	-6(1)	3(1)	17(1)
C(43)	44(2)	39(2)	47(2)	-17(1)	5(2)	23(2)
C(51)	27(1)	35(1)	19(1)	-1(1)	5(1)	11(1)
C(52)	39(3)	52(2)	15(2)	7(1)	6(2)	10(2)
C(53)	36(3)	57(3)	18(2)	-3(2)	10(2)	21(2)
C(1A)	23(3)	18(2)	11(2)	5(2)	6(2)	4(2)
C(2A)	13(2)	23(2)	30(4)	5(3)	6(2)	8(2)
C(3A)	34(4)	18(3)	18(2)	9(2)	8(2)	8(3)
C(4A)	21(2)	20(3)	23(5)	1(3)	2(3)	11(2)
C(5A)	12(3)	20(2)	23(2)	-5(1)	8(2)	-1(2)
C(11A)	20(2)	30(2)	18(2)	0(1)	2(1)	10(1)
C(12A)	36(5)	20(4)	43(6)	-18(3)	-11(4)	21(3)
C(13A)	34(5)	33(5)	26(3)	-7(3)	0(3)	14(3)
C(21A)	23(2)	29(2)	36(2)	7(2)	11(2)	8(1)
C(22A)	46(2)	49(2)	36(2)	17(2)	27(2)	15(2)
C(23A)	31(2)	28(2)	64(3)	7(2)	23(2)	3(2)
C(31A)	61(3)	37(2)	41(2)	19(2)	21(2)	30(2)
C(32A)	65(4)	36(3)	49(3)	21(2)	9(3)	15(3)
C(33A)	35(4)	45(3)	96(5)	32(3)	32(4)	22(3)
C(41A)	24(2)	27(2)	32(2)	0(2)	5(2)	14(2)
C(42A)	28(2)	34(2)	44(2)	0(2)	0(2)	18(2)
C(43A)	43(4)	41(3)	42(4)	0(3)	15(3)	23(3)
C(51A)	22(2)	35(2)	19(2)	0(1)	8(1)	11(1)
C(52A)	27(3)	30(3)	21(5)	8(2)	-1(3)	1(2)
C(53A)	32(4)	39(4)	21(3)	-16(3)	4(3)	8(3)
C(6)	21(1)	21(1)	19(1)	0(1)	5(1)	8(1)
C(7)	19(1)	20(1)	23(1)	-1(1)	4(1)	7(1)
C(8)	20(1)	23(1)	25(1)	-1(1)	0(1)	10(1)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(9)	26(1)	24(1)	18(1)	1(1)	0(1)	10(1)
C(10)	27(1)	25(1)	16(1)	1(1)	7(1)	10(1)
C(14)	23(1)	23(1)	18(1)	0(1)	5(1)	10(1)
C(15)	33(1)	37(1)	23(1)	6(1)	12(1)	22(1)
C(16)	30(1)	47(1)	31(1)	0(1)	11(1)	19(1)
C(17)	42(1)	34(1)	49(1)	-3(1)	20(1)	18(1)
C(24)	30(1)	38(1)	46(1)	18(1)	6(1)	14(1)
C(25)	36(1)	25(1)	53(1)	3(1)	6(1)	7(1)
C(26)	68(1)	58(1)	58(1)	35(1)	40(1)	43(1)
C(71)	20(1)	27(1)	33(1)	6(1)	10(1)	9(1)
C(72)	31(1)	37(1)	40(1)	10(1)	18(1)	17(1)
C(73)	26(1)	34(1)	64(1)	-6(1)	15(1)	1(1)

H-Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 35 (07185o).

	x	y	z	U(eq)
H(11)	6283	2659	2845	32
H(12A)	5310	1165	4201	61
H(12B)	6506	1207	3616	61
H(12C)	4764	668	3129	61
H(13A)	6041	3408	4651	85
H(13B)	7097	4214	4022	85
H(13C)	7496	3221	4547	85
H(21)	5376	2832	1489	38
H(22A)	4231	4295	422	63
H(22B)	3427	2879	268	63
H(22C)	5074	3554	96	63
H(23A)	7165	4733	1437	65
H(23B)	6981	4516	2475	65
H(23C)	6246	5302	1895	65
H(31)	1593	4511	2025	39
H(32A)	1797	3756	274	77
H(32B)	1057	4653	438	77
H(32C)	330	3316	686	77
H(33A)	4268	5553	1364	57
H(33B)	4175	5787	2408	57
H(33C)	3258	6207	1580	57
H(41)	752	2706	3853	34
H(42A)	-382	3804	2432	54
H(42B)	-1277	2792	3014	54
H(42C)	-667	2456	2183	54
H(43A)	2686	4674	4266	64
H(43B)	1050	4610	4236	64
H(43C)	1845	5099	3402	64
H(51)	4054	1866	4587	33
H(52A)	2049	682	5121	57
H(52B)	1611	396	4019	57
H(52C)	978	1197	4501	57
H(53A)	2692	3281	5162	54
H(53B)	4402	3804	5086	54
H(53C)	3844	2857	5803	54
H(11A)	4914	2060	4489	27
H(12D)	4717	582	3376	49
H(12E)	6263	1122	4134	49
H(12F)	6185	1535	3113	49
H(13D)	7089	3632	4826	48
H(13E)	6574	4105	3876	48
H(13F)	7543	3338	3909	48
H(21A)	6257	3123	2335	36
H(22D)	4790	2604	749	63
H(22E)	6506	3501	880	63
H(22F)	5228	3991	693	63
H(23D)	6298	5401	2032	64

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(23E)	7696	5077	2396	64
H(23F)	6599	5028	3058	64
H(31A)	4029	4562	1251	50
H(32D)	941	3543	594	78
H(32E)	2220	3564	91	78
H(32F)	1949	4740	225	78
H(33D)	3416	6086	1389	81
H(33E)	4030	5771	2388	81
H(33F)	2276	5400	2015	81
H(41A)	97	2576	3198	32
H(42D)	123	4137	1799	52
H(42E)	-1293	3290	2173	52
H(42F)	-537	2732	1559	52
H(43D)	1827	5082	3380	59
H(43E)	1735	4253	4206	59
H(43F)	296	4467	3714	59
H(51A)	1317	2246	4339	30
H(52D)	1595	390	4108	46
H(52E)	1410	738	5104	46
H(52F)	3027	945	4951	46
H(53D)	3622	3917	5065	49
H(53E)	4293	2982	5423	49
H(53F)	2882	3001	5760	49
H(8)	-875	911	1433	28
H(9)	647	1595	364	28
H(10)	2694	1082	455	28
H(15)	3717	-804	1978	33
H(16A)	4719	766	616	51
H(16B)	5601	61	1174	51
H(16C)	5409	1105	1704	51
H(17A)	1761	-2010	715	59
H(17B)	3361	-1831	545	59
H(17C)	2498	-1092	21	59
H(24A)	4081	-1136	4005	57
H(24B)	4165	-1601	3016	57
H(24C)	3483	-2528	3719	57
H(25A)	1181	-3383	1684	61
H(25B)	-263	-3089	1500	61
H(25C)	-74	-3952	2265	61
H(26A)	648	-2913	4276	77
H(26B)	-568	-2458	3763	77
H(26C)	919	-1557	4464	77
H(71)	-571	-943	3204	32
H(72A)	-1015	767	3390	50
H(72B)	-2540	-392	3279	50
H(72C)	-2223	378	2425	50
H(73A)	-2975	-2209	2356	66
H(73B)	-1755	-2250	1823	66
H(73C)	-2704	-1498	1468	66

9.2.3 Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 41 (0726o).

Summenformel	C ₂₉ H ₄₆ FeO	
Molmasse	466.51	
Temperatur	150(2) K	
Strahlung	MoK α	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Scanmodus	Ω -scans	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /c	
Zelldimensionen	$a = 14.6826(4)$ Å	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 14.3048(2)$ Å	$\beta = 104.364(3)^\circ$
	$c = 12.7632(4)$ Å	$\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2596.88(11) Å ³	
Formeleinheiten pro Zelle Z	4	
Berechnete Dichte	1.193 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	0.598 mm ⁻¹	
Kristallgröße	0.54 x 0.40 x 0.29 mm	
Gemessener θ -Bereich	2.85 bis 32.39°	
Anzahl der gemessenen Reflexe	38497	
Unabhängige Reflexe	8563 (Rint = 0.0347)	
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten	
Max. und min. Transmission	0.8456 und 0.7382	
Diffraktometer	Oxford Diffraction Gemini S Ultra	
Strukturlösung	Direkte Methoden	
Strukturlösungsprogramm	SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)	
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²	
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)	
Daten / Restraints / Parameter	8563 / 0 / 292	
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0528, wR2 = 0.1508	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0646, wR2 = 0.1566	
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0667P)^2 + 3.0888P]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$	
GooF (alle Daten)	1.152	
Größtes Maximum und Minimum	1.189 und -0.706 eÅ ⁻³	

Atomkoordinaten [x 10⁴] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [Å² x 10³] für 41 (0726o).

U(eq) wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Fe(1)	2894(1)	5568(1)	3266(1)	14(1)
O(1)	3140(1)	6911(1)	5546(1)	25(1)
C(1)	2476(1)	6144(1)	1740(2)	17(1)
C(2)	2596(1)	5157(1)	1664(2)	18(1)
C(3)	1958(1)	4713(1)	2208(2)	18(1)
C(4)	1433(1)	5444(1)	2581(2)	17(1)
C(5)	1762(1)	6325(1)	2294(2)	17(1)
C(20)	3203(2)	4705(2)	1012(2)	23(1)
C(21)	3983(2)	5338(2)	843(2)	34(1)
C(22)	2581(2)	4414(2)	-91(2)	41(1)
C(30)	1771(2)	3681(1)	2349(2)	25(1)
C(31)	2582(2)	3007(2)	2366(2)	31(1)
C(32)	895(2)	3354(2)	1492(3)	41(1)
C(40)	593(1)	5294(1)	3043(2)	22(1)
C(41)	590(2)	5883(2)	4046(2)	25(1)
C(42)	-317(2)	5456(2)	2158(2)	31(1)
C(50)	1314(1)	7270(1)	2351(2)	21(1)
C(51)	1986(2)	7996(2)	2982(2)	33(1)
C(52)	888(2)	7611(2)	1198(2)	36(1)
C(60)	3415(1)	6291(1)	4997(2)	18(1)
C(61)	3128(1)	5314(1)	5020(2)	17(1)
C(62)	3509(1)	4621(1)	4469(2)	19(1)
C(63)	4125(1)	4842(1)	3822(2)	19(1)
C(64)	4346(1)	5788(1)	3712(2)	18(1)
C(65)	3975(1)	6503(1)	4238(2)	17(1)
C(70)	2579(2)	5046(2)	5831(2)	22(1)
C(71)	1999(2)	4153(2)	5559(2)	30(1)
C(72)	3275(2)	4941(2)	6941(2)	33(1)
C(80)	4313(2)	7502(1)	4194(2)	21(1)
C(81)	4621(2)	7752(2)	3172(2)	31(1)
C(82)	5126(2)	7665(2)	5192(2)	26(1)

Bindungslängen [Å] und -winkel [°] für 41 (0726o).

Fe(1)-C(63)	2.0527(19)	C(41)-H(41B)	0.9800
Fe(1)-C(1)	2.0631(19)	C(41)-H(41C)	0.9800
Fe(1)-C(2)	2.068(2)	C(42)-H(42A)	0.9800
Fe(1)-C(3)	2.0706(19)	C(42)-H(42B)	0.9800
Fe(1)-C(62)	2.078(2)	C(42)-H(42C)	0.9800
Fe(1)-C(64)	2.089(2)	C(50)-C(51)	1.519(3)
Fe(1)-C(5)	2.1094(19)	C(50)-C(52)	1.529(3)
Fe(1)-C(4)	2.1126(19)	C(50)-H(50)	1.0000
Fe(1)-C(65)	2.209(2)	C(51)-H(51A)	0.9800
Fe(1)-C(60)	2.386(2)	C(51)-H(51B)	0.9800
O(1)-C(60)	1.258(2)	C(51)-H(51C)	0.9800
C(1)-C(5)	1.426(3)	C(52)-H(52A)	0.9800
C(1)-C(2)	1.428(3)	C(52)-H(52B)	0.9800
C(1)-H(1)	0.9500	C(52)-H(52C)	0.9800
C(2)-C(3)	1.444(3)	C(60)-C(65)	1.450(3)
C(2)-C(20)	1.508(3)	C(60)-C(61)	1.461(3)
C(3)-C(4)	1.448(3)	C(61)-C(62)	1.410(3)
C(3)-C(30)	1.521(3)	C(61)-C(70)	1.510(3)
C(4)-C(5)	1.429(3)	C(62)-C(63)	1.404(3)
C(4)-C(40)	1.509(3)	C(62)-H(62)	0.9500
C(5)-C(50)	1.514(3)	C(63)-C(64)	1.406(3)
C(20)-C(21)	1.518(3)	C(63)-H(63)	0.9500
C(20)-C(22)	1.533(3)	C(64)-C(65)	1.405(3)
C(20)-H(20)	1.0000	C(64)-H(64)	0.9500
C(21)-H(21A)	0.9800	C(65)-C(80)	1.519(3)
C(21)-H(21B)	0.9800	C(70)-C(71)	1.527(3)
C(21)-H(21C)	0.9800	C(70)-C(72)	1.534(3)
C(22)-H(22A)	0.9800	C(70)-H(70)	1.0000
C(22)-H(22B)	0.9800	C(71)-H(71A)	0.9800
C(22)-H(22C)	0.9800	C(71)-H(71B)	0.9800
C(30)-C(31)	1.528(3)	C(71)-H(71C)	0.9800
C(30)-C(32)	1.540(3)	C(72)-H(72A)	0.9800
C(30)-H(30)	1.0000	C(72)-H(72B)	0.9800
C(31)-H(31A)	0.9800	C(72)-H(72C)	0.9800
C(31)-H(31B)	0.9800	C(80)-C(81)	1.525(3)
C(31)-H(31C)	0.9800	C(80)-C(82)	1.532(3)
C(32)-H(32A)	0.9800	C(80)-H(80)	1.0000
C(32)-H(32B)	0.9800	C(81)-H(81A)	0.9800
C(32)-H(32C)	0.9800	C(81)-H(81B)	0.9800
C(40)-C(41)	1.533(3)	C(81)-H(81C)	0.9800
C(40)-C(42)	1.537(3)	C(82)-H(82A)	0.9800
C(40)-H(40)	1.0000	C(82)-H(82B)	0.9800
C(41)-H(41A)	0.9800	C(82)-H(82C)	0.9800

C(63)-Fe(1)-C(1)	123.92(8)	C(61)-Fe(1)-C(60)	36.82(7)
C(63)-Fe(1)-C(2)	98.62(8)	C(5)-C(1)-C(2)	109.33(17)
C(1)-Fe(1)-C(2)	40.46(7)	C(5)-C(1)-Fe(1)	71.77(11)
C(63)-Fe(1)-C(3)	108.15(8)	C(2)-C(1)-Fe(1)	69.95(11)
C(1)-Fe(1)-C(3)	68.05(8)	C(5)-C(1)-H(1)	125.3
C(2)-Fe(1)-C(3)	40.85(8)	C(2)-C(1)-H(1)	125.3
C(63)-Fe(1)-C(62)	39.73(8)	Fe(1)-C(1)-H(1)	124.5
C(1)-Fe(1)-C(62)	158.52(8)	C(1)-C(2)-C(3)	107.25(17)
C(2)-Fe(1)-C(62)	119.47(8)	C(1)-C(2)-C(20)	124.18(18)
C(3)-Fe(1)-C(62)	101.15(8)	C(3)-C(2)-C(20)	128.21(18)
C(63)-Fe(1)-C(64)	39.66(7)	C(1)-C(2)-Fe(1)	69.59(11)
C(1)-Fe(1)-C(64)	103.96(8)	C(3)-C(2)-Fe(1)	69.68(11)
C(2)-Fe(1)-C(64)	105.26(8)	C(20)-C(2)-Fe(1)	131.22(15)
C(3)-Fe(1)-C(64)	137.18(8)	C(4)-C(3)-C(2)	107.56(16)
C(62)-Fe(1)-C(64)	70.71(8)	C(4)-C(3)-C(30)	122.39(18)
C(63)-Fe(1)-C(5)	163.85(8)	C(2)-C(3)-C(30)	129.96(18)
C(1)-Fe(1)-C(5)	39.96(7)	C(4)-C(3)-Fe(1)	71.31(11)
C(2)-Fe(1)-C(5)	67.76(8)	C(2)-C(3)-Fe(1)	69.47(11)
C(3)-Fe(1)-C(5)	67.72(8)	C(30)-C(3)-Fe(1)	127.33(15)
C(62)-Fe(1)-C(5)	154.63(8)	C(5)-C(4)-C(3)	108.13(17)
C(64)-Fe(1)-C(5)	133.22(8)	C(5)-C(4)-C(40)	125.90(17)
C(63)-Fe(1)-C(4)	144.79(8)	C(3)-C(4)-C(40)	125.41(17)
C(1)-Fe(1)-C(4)	67.00(8)	C(5)-C(4)-Fe(1)	70.10(11)
C(2)-Fe(1)-C(4)	67.85(8)	C(3)-C(4)-Fe(1)	68.20(11)
C(3)-Fe(1)-C(4)	40.49(8)	C(40)-C(4)-Fe(1)	134.00(15)
C(62)-Fe(1)-C(4)	117.49(8)	C(4)-C(5)-C(1)	107.69(16)
C(64)-Fe(1)-C(4)	170.96(8)	C(4)-C(5)-C(50)	126.66(18)
C(5)-Fe(1)-C(4)	39.55(7)	C(1)-C(5)-C(50)	124.58(17)
C(63)-Fe(1)-C(65)	70.31(7)	C(4)-C(5)-Fe(1)	70.34(11)
C(1)-Fe(1)-C(65)	107.01(7)	C(1)-C(5)-Fe(1)	68.27(11)
C(2)-Fe(1)-C(65)	132.38(8)	C(50)-C(5)-Fe(1)	135.93(14)
C(3)-Fe(1)-C(65)	173.19(8)	C(2)-C(20)-C(21)	113.10(18)
C(62)-Fe(1)-C(65)	81.93(8)	C(2)-C(20)-C(22)	108.94(19)
C(64)-Fe(1)-C(65)	38.05(7)	C(21)-C(20)-C(22)	109.2(2)
C(5)-Fe(1)-C(65)	111.82(7)	C(2)-C(20)-H(20)	108.5
C(4)-Fe(1)-C(65)	142.97(7)	C(21)-C(20)-H(20)	108.5
C(63)-Fe(1)-C(61)	70.40(8)	C(22)-C(20)-H(20)	108.5
C(1)-Fe(1)-C(61)	163.24(7)	C(20)-C(21)-H(21A)	109.5
C(2)-Fe(1)-C(61)	153.81(8)	C(20)-C(21)-H(21B)	109.5
C(3)-Fe(1)-C(61)	118.39(8)	H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5
C(62)-Fe(1)-C(61)	38.24(7)	C(20)-C(21)-H(21C)	109.5
C(64)-Fe(1)-C(61)	81.77(8)	H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5
C(5)-Fe(1)-C(61)	125.61(7)	H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5
C(4)-Fe(1)-C(61)	107.01(8)	C(20)-C(22)-H(22A)	109.5
C(65)-Fe(1)-C(61)	67.71(7)	C(20)-C(22)-H(22B)	109.5
C(63)-Fe(1)-C(60)	81.18(7)	H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5
C(1)-Fe(1)-C(60)	130.76(7)	C(20)-C(22)-H(22C)	109.5
C(2)-Fe(1)-C(60)	168.29(7)	H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5
C(3)-Fe(1)-C(60)	150.26(8)	H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5
C(62)-Fe(1)-C(60)	67.53(7)	C(3)-C(30)-C(31)	116.80(19)
C(64)-Fe(1)-C(60)	67.14(7)	C(3)-C(30)-C(32)	110.8(2)
C(5)-Fe(1)-C(60)	110.31(7)	C(31)-C(30)-C(32)	109.2(2)
C(4)-Fe(1)-C(60)	118.61(7)	C(3)-C(30)-H(30)	106.5
C(65)-Fe(1)-C(60)	36.55(7)	C(31)-C(30)-H(30)	106.5

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(32)-C(30)-H(30)	106.5	C(61)-C(60)-Fe(1)	64.97(11)
C(30)-C(31)-H(31A)	109.5	C(62)-C(61)-C(60)	120.68(18)
C(30)-C(31)-H(31B)	109.5	C(62)-C(61)-C(70)	120.56(17)
H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5	C(60)-C(61)-C(70)	117.53(17)
C(30)-C(31)-H(31C)	109.5	C(62)-C(61)-Fe(1)	65.86(11)
H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5	C(60)-C(61)-Fe(1)	78.21(11)
H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5	C(70)-C(61)-Fe(1)	139.55(15)
C(30)-C(32)-H(32A)	109.5	C(61)-C(62)-C(63)	121.91(18)
C(30)-C(32)-H(32B)	109.5	C(61)-C(62)-Fe(1)	75.90(11)
H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5	C(63)-C(62)-Fe(1)	69.15(11)
C(30)-C(32)-H(32C)	109.5	C(61)-C(62)-H(62)	119.0
H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5	C(63)-C(62)-H(62)	119.0
H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5	Fe(1)-C(62)-H(62)	128.1
C(4)-C(40)-C(41)	114.84(17)	C(64)-C(63)-C(62)	118.24(18)
C(4)-C(40)-C(42)	109.74(19)	C(64)-C(63)-Fe(1)	71.58(11)
C(41)-C(40)-C(42)	110.41(18)	C(62)-C(63)-Fe(1)	71.12(11)
C(4)-C(40)-H(40)	107.2	C(64)-C(63)-H(63)	120.9
C(41)-C(40)-H(40)	107.2	C(62)-C(63)-H(63)	120.9
C(42)-C(40)-H(40)	107.2	Fe(1)-C(63)-H(63)	128.6
C(40)-C(41)-H(41A)	109.5	C(63)-C(64)-C(65)	121.80(19)
C(40)-C(41)-H(41B)	109.5	C(63)-C(64)-Fe(1)	68.76(11)
H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5	C(65)-C(64)-Fe(1)	75.50(11)
C(40)-C(41)-H(41C)	109.5	C(63)-C(64)-H(64)	119.1
H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5	C(65)-C(64)-H(64)	119.1
H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5	Fe(1)-C(64)-H(64)	129.0
C(40)-C(42)-H(42A)	109.5	C(64)-C(65)-C(60)	121.18(17)
C(40)-C(42)-H(42B)	109.5	C(64)-C(65)-C(80)	119.92(18)
H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5	C(60)-C(65)-C(80)	117.80(17)
C(40)-C(42)-H(42C)	109.5	C(64)-C(65)-Fe(1)	66.45(11)
H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5	C(60)-C(65)-Fe(1)	78.48(11)
H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5	C(80)-C(65)-Fe(1)	138.23(14)
C(5)-C(50)-C(51)	113.83(17)	C(61)-C(70)-C(71)	114.75(19)
C(5)-C(50)-C(52)	108.53(19)	C(61)-C(70)-C(72)	108.15(18)
C(51)-C(50)-C(52)	110.4(2)	C(71)-C(70)-C(72)	109.54(19)
C(5)-C(50)-H(50)	108.0	C(61)-C(70)-H(70)	108.1
C(51)-C(50)-H(50)	108.0	C(71)-C(70)-H(70)	108.1
C(52)-C(50)-H(50)	108.0	C(72)-C(70)-H(70)	108.1
C(50)-C(51)-H(51A)	109.5	C(70)-C(71)-H(71A)	109.5
C(50)-C(51)-H(51B)	109.5	C(70)-C(71)-H(71B)	109.5
H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5	H(71A)-C(71)-H(71B)	109.5
C(50)-C(51)-H(51C)	109.5	C(70)-C(71)-H(71C)	109.5
H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5	H(71A)-C(71)-H(71C)	109.5
H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5	H(71B)-C(71)-H(71C)	109.5
C(50)-C(52)-H(52A)	109.5	C(70)-C(72)-H(72A)	109.5
C(50)-C(52)-H(52B)	109.5	C(70)-C(72)-H(72B)	109.5
H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5	H(72A)-C(72)-H(72B)	109.5
C(50)-C(52)-H(52C)	109.5	C(70)-C(72)-H(72C)	109.5
H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5	H(72A)-C(72)-H(72C)	109.5
H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5	H(72B)-C(72)-H(72C)	109.5
O(1)-C(60)-C(65)	122.59(18)	C(65)-C(80)-C(81)	114.87(18)
O(1)-C(60)-C(61)	121.92(19)	C(65)-C(80)-C(82)	107.85(17)
C(65)-C(60)-C(61)	115.32(17)	C(81)-C(80)-C(82)	109.93(19)
O(1)-C(60)-Fe(1)	138.43(15)	C(65)-C(80)-H(80)	108.0
C(65)-C(60)-Fe(1)	64.98(10)	C(81)-C(80)-H(80)	108.0

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(82)-C(80)-H(80)	108.0
C(80)-C(81)-H(81A)	109.5
C(80)-C(81)-H(81B)	109.5
H(81A)-C(81)-H(81B)	109.5
C(80)-C(81)-H(81C)	109.5
H(81A)-C(81)-H(81C)	109.5
H(81B)-C(81)-H(81C)	109.5
C(80)-C(82)-H(82A)	109.5
C(80)-C(82)-H(82B)	109.5
H(82A)-C(82)-H(82B)	109.5
C(80)-C(82)-H(82C)	109.5
H(82A)-C(82)-H(82C)	109.5
H(82B)-C(82)-H(82C)	109.5

Anisotrope Auslenkungsparameter [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] für 41 (0726o).

Der Exponent des anisotropen Auslenkungsfaktors hat die Form: $-2\pi^2 [(ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^*b U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe(1)	16(1)	10(1)	16(1)	0(1)	3(1)	0(1)
O(1)	32(1)	18(1)	26(1)	-5(1)	10(1)	2(1)
C(1)	17(1)	16(1)	18(1)	2(1)	4(1)	1(1)
C(2)	20(1)	17(1)	15(1)	-1(1)	4(1)	1(1)
C(3)	20(1)	14(1)	16(1)	-1(1)	2(1)	-2(1)
C(4)	16(1)	16(1)	19(1)	0(1)	2(1)	-1(1)
C(5)	18(1)	15(1)	17(1)	2(1)	3(1)	1(1)
C(20)	26(1)	23(1)	20(1)	-4(1)	7(1)	2(1)
C(21)	36(1)	36(1)	37(1)	-4(1)	22(1)	-2(1)
C(22)	38(1)	60(2)	26(1)	-14(1)	8(1)	1(1)
C(30)	28(1)	14(1)	32(1)	-4(1)	7(1)	-4(1)
C(31)	40(1)	13(1)	40(1)	-5(1)	9(1)	0(1)
C(32)	35(1)	27(1)	57(2)	-16(1)	4(1)	-13(1)
C(40)	19(1)	18(1)	28(1)	1(1)	7(1)	-1(1)
C(41)	25(1)	24(1)	27(1)	2(1)	10(1)	4(1)
C(42)	17(1)	38(1)	36(1)	-4(1)	2(1)	-4(1)
C(50)	19(1)	16(1)	28(1)	2(1)	5(1)	4(1)
C(51)	29(1)	16(1)	50(2)	-5(1)	1(1)	2(1)
C(52)	39(1)	28(1)	36(1)	11(1)	0(1)	11(1)
C(60)	19(1)	16(1)	18(1)	1(1)	3(1)	1(1)
C(61)	20(1)	15(1)	17(1)	3(1)	4(1)	2(1)
C(62)	21(1)	13(1)	21(1)	2(1)	3(1)	3(1)
C(63)	18(1)	16(1)	22(1)	-1(1)	3(1)	4(1)
C(64)	16(1)	18(1)	20(1)	-1(1)	3(1)	0(1)
C(65)	17(1)	15(1)	17(1)	0(1)	1(1)	0(1)
C(70)	24(1)	22(1)	22(1)	5(1)	9(1)	3(1)
C(71)	33(1)	25(1)	33(1)	7(1)	14(1)	-2(1)
C(72)	36(1)	40(1)	22(1)	7(1)	7(1)	3(1)
C(80)	21(1)	15(1)	24(1)	0(1)	2(1)	-2(1)
C(81)	35(1)	24(1)	33(1)	6(1)	8(1)	-8(1)
C(82)	25(1)	18(1)	32(1)	-3(1)	-2(1)	-3(1)

**H-Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter [$\text{\AA}^2 \times 10^3$]
für 41 (0726o).**

	x	y	z	U(eq)
H(1)	2818	6607	1465	21
H(20)	3494	4130	1401	27
H(21A)	3710	5911	474	50
H(21B)	4343	5015	400	50
H(21C)	4402	5498	1545	50
H(22A)	2087	3991	15	62
H(22B)	2966	4094	-508	62
H(22C)	2294	4971	-485	62
H(30)	1616	3618	3066	30
H(31A)	2676	2950	1635	46
H(31B)	2432	2392	2618	46
H(31C)	3157	3247	2855	46
H(32A)	348	3719	1559	62
H(32B)	783	2690	1602	62
H(32C)	997	3443	768	62
H(40)	599	4623	3262	26
H(41A)	1238	6035	4427	37
H(41B)	292	5527	4527	37
H(41C)	238	6461	3824	37
H(42A)	-376	6121	1971	47
H(42B)	-858	5258	2425	47
H(42C)	-296	5090	1515	47
H(50)	790	7186	2716	25
H(51A)	2232	7780	3727	50
H(51B)	1651	8589	2985	50
H(51C)	2508	8089	2640	50
H(52A)	1389	7692	821	54
H(52B)	570	8210	1222	54
H(52C)	433	7150	812	54
H(62)	3344	3986	4537	23
H(63)	4386	4366	3467	23
H(64)	4756	5947	3271	22
H(70)	2140	5571	5877	27
H(71A)	1594	4199	4824	44
H(71B)	1609	4071	6074	44
H(71C)	2421	3616	5603	44
H(72A)	3672	4392	6936	49
H(72B)	2926	4865	7498	49
H(72C)	3670	5501	7097	49
H(80)	3787	7930	4244	25
H(81A)	5173	7379	3139	46
H(81B)	4780	8418	3184	46
H(81C)	4108	7619	2535	46
H(82A)	4920	7514	5846	40
H(82B)	5321	8321	5217	40
H(82C)	5657	7264	5152	40

9.2.4 Crystal data and structure refinement for 44 (091150).

Empirical formula	C ₃₂ H ₅₂ FeS	
Formula weight	524.65	
Crystal colour and habit	red prism	
Crystal size (mm)	0.15 x 0.12 x 0.08	
Temperature (K)	150(2)	
Wavelength (Å)	1.54184	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P2 ₁ /n	
Unit cell dimensions	$a = 10.9754(1) \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 16.5606(2) \text{ \AA}$	$\beta = 103.707(1)^\circ$
	$c = 17.4444(2) \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
Volume (Å ³)	3080.38(6)	
Z	4	
Calculated density (Mg/m ³)	1.131	
Absorption coefficient (mm ⁻¹)	4.659	
F(000)	1144	
θ -range for data collection (°)	4.34/62.67	
Index ranges	$-12 \leq h \leq 12, -18 \leq k \leq 18, -20 \leq l \leq 17$	
Reflections collected	16461	
Independent reflections	4839 ($R_{int} = 0.0273$)	
Completeness to $\theta = 62.67^\circ$	98.1 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents (Multiscan)	
Max. and min. transmission	1.00000 and 0.68238	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data/restraints/parameters	4839/0/357	
Goodness-of-fit on F ²	1.158	
Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0360, wR_2 = 0.1065$	
R indices (all data)	$R_1 = 0.0432, wR_2 = 0.1110$	
Largest diff. Peak and hole (e·Å ⁻³)	0.305/-0.233	

Atomic coordinates [$\times 10^4$] and equivalent isotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 44 (09115o).

U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
C(1)	3278(2)	2385(2)	1954(2)	36(1)
C(2)	3268(2)	2642(2)	1178(2)	35(1)
C(3)	3540(2)	1956(2)	751(1)	34(1)
C(4)	3713(2)	1284(2)	1271(2)	31(1)
C(5)	3557(2)	1551(2)	2010(1)	32(1)
C(10)	2922(5)	3107(5)	2426(4)	37(2)
C(20)	3052(5)	3397(4)	610(5)	37(2)
C(30)	3613(6)	1693(6)	-106(3)	36(2)
C(40)	3928(5)	353(4)	1259(5)	35(2)
C(50)	3502(5)	1224(5)	2830(3)	33(2)
C(10A)	3020(5)	2711(4)	2753(3)	22(1)
C(20A)	2968(4)	3559(3)	1066(4)	22(1)
C(30A)	3520(5)	2176(4)	-111(3)	22(1)
C(40A)	4016(5)	500(3)	862(4)	22(1)
C(50A)	3780(5)	842(4)	2638(3)	23(1)
C(11)	3933(2)	3355(2)	3113(1)	37(1)
C(12)	1636(2)	2986(2)	2582(2)	39(1)
C(21)	4035(2)	4022(2)	849(2)	38(1)
C(22)	1729(2)	3678(2)	443(2)	39(1)
C(31)	4772(3)	2019(2)	-307(2)	41(1)
C(32)	2413(3)	1731(2)	-660(1)	45(1)
C(41)	5259(3)	163(2)	1202(2)	43(1)
C(42)	2908(3)	-103(2)	806(2)	42(1)
C(51)	4798(2)	1008(2)	3331(2)	42(1)
C(52)	2493(2)	655(2)	2821(2)	40(1)
C(60)	8027(2)	2086(1)	1589(1)	24(1)
C(61)	8540(2)	1310(2)	1777(1)	27(1)
C(62)	9261(2)	983(2)	1295(1)	34(1)
C(63)	9482(2)	1402(2)	656(2)	41(1)
C(64)	8966(2)	2153(2)	477(2)	37(1)
C(65)	8231(2)	2516(2)	929(1)	28(1)
C(70)	8338(2)	837(2)	2483(1)	31(1)
C(71)	8472(3)	-72(2)	2413(2)	45(1)
C(72)	9212(3)	1139(2)	3252(2)	45(1)
C(80)	7702(2)	3356(2)	730(2)	38(1)
C(81)	7471(3)	3566(2)	-149(2)	55(1)
C(82)	8549(3)	3992(2)	1228(2)	50(1)
Fe(1)	5185(1)	2195(1)	1740(1)	25(1)
S(1)	7171(1)	2561(1)	2229(1)	29(1)

Bond lengths [Å] and angles [°] for 44 (09115o).

C(1)-C(5)	1.414(4)	C(11)-H(11B)	0.9800
C(1)-C(2)	1.417(4)	C(11)-H(11C)	0.9800
C(1)-C(10)	1.553(6)	C(11)-H(11D)	0.9800
C(1)-C(10A)	1.582(5)	C(11)-H(11E)	0.9800
C(1)-Fe(1)	2.235(2)	C(11)-H(11F)	0.9800
C(2)-C(3)	1.428(4)	C(12)-H(12A)	0.9800
C(2)-C(20A)	1.556(5)	C(12)-H(12B)	0.9800
C(2)-C(20)	1.578(6)	C(12)-H(12C)	0.9800
C(2)-Fe(1)	2.227(2)	C(12)-H(12D)	0.9800
C(3)-C(4)	1.419(4)	C(12)-H(12E)	0.9800
C(3)-C(30A)	1.542(5)	C(12)-H(12F)	0.9800
C(3)-C(30)	1.577(6)	C(21)-H(21A)	0.9800
C(3)-Fe(1)	2.217(2)	C(21)-H(21B)	0.9800
C(4)-C(5)	1.410(3)	C(21)-H(21C)	0.9800
C(4)-C(40A)	1.556(6)	C(21)-H(21D)	0.9800
C(4)-C(40)	1.561(6)	C(21)-H(21E)	0.9800
C(4)-Fe(1)	2.220(2)	C(21)-H(21F)	0.9800
C(5)-C(50)	1.545(5)	C(22)-H(22A)	0.9800
C(5)-C(50A)	1.586(6)	C(22)-H(22B)	0.9800
C(5)-Fe(1)	2.225(2)	C(22)-H(22C)	0.9800
C(10)-C(11)	1.485(6)	C(22)-H(22D)	0.9800
C(10)-C(12)	1.513(6)	C(22)-H(22E)	0.9800
C(10)-H(10)	1.0000	C(22)-H(22F)	0.9800
C(20)-C(21)	1.482(6)	C(31)-H(31A)	0.9800
C(20)-C(22)	1.486(6)	C(31)-H(31B)	0.9800
C(20)-H(20)	1.0000	C(31)-H(31C)	0.9800
C(30)-C(32)	1.439(7)	C(31)-H(31D)	0.9800
C(30)-C(31)	1.498(6)	C(31)-H(31E)	0.9800
C(30)-H(30)	1.0000	C(31)-H(31F)	0.9800
C(40)-C(42)	1.424(7)	C(32)-H(32A)	0.9800
C(40)-C(41)	1.521(6)	C(32)-H(32B)	0.9800
C(40)-H(40)	1.0000	C(32)-H(32C)	0.9800
C(50)-C(52)	1.452(6)	C(32)-H(32D)	0.9800
C(50)-C(51)	1.524(6)	C(32)-H(32E)	0.9800
C(50)-H(50)	1.0000	C(32)-H(32F)	0.9800
C(10A)-C(11)	1.496(6)	C(41)-H(41A)	0.9800
C(10A)-C(12)	1.545(6)	C(41)-H(41B)	0.9800
C(10A)-H(10A)	1.0000	C(41)-H(41C)	0.9800
C(20A)-C(21)	1.521(5)	C(41)-H(41D)	0.9800
C(20A)-C(22)	1.539(6)	C(41)-H(41E)	0.9800
C(20A)-H(20A)	1.0000	C(41)-H(41F)	0.9800
C(30A)-C(31)	1.515(6)	C(42)-H(42A)	0.9800
C(30A)-C(32)	1.545(6)	C(42)-H(42B)	0.9800
C(30A)-H(30A)	1.0000	C(42)-H(42C)	0.9800
C(40A)-C(41)	1.463(6)	C(42)-H(42D)	0.9800
C(40A)-C(42)	1.558(6)	C(42)-H(42E)	0.9800
C(40A)-H(40A)	1.0000	C(42)-H(42F)	0.9800
C(50A)-C(51)	1.464(6)	C(51)-H(51A)	0.9800
C(50A)-C(52)	1.551(6)	C(51)-H(51B)	0.9800
C(50A)-H(50A)	1.0000	C(51)-H(51C)	0.9800
C(11)-H(11A)	0.9800	C(51)-H(51D)	0.9800

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(51)-H(51E)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20A)	111.5(3)
C(51)-H(51F)	0.9800	C(3)-C(2)-C(20A)	140.8(3)
C(52)-H(52A)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20)	143.5(4)
C(52)-H(52B)	0.9800	C(3)-C(2)-C(20)	108.8(4)
C(52)-H(52C)	0.9800	C(20A)-C(2)-C(20)	32.0(2)
C(52)-H(52D)	0.9800	C(1)-C(2)-Fe(1)	71.77(14)
C(52)-H(52E)	0.9800	C(3)-C(2)-Fe(1)	70.86(13)
C(52)-H(52F)	0.9800	C(20A)-C(2)-Fe(1)	121.9(2)
C(60)-C(61)	1.409(3)	C(20)-C(2)-Fe(1)	121.7(2)
C(60)-C(65)	1.416(3)	C(4)-C(3)-C(2)	107.7(2)
C(60)-S(1)	1.801(2)	C(4)-C(3)-C(30A)	140.9(3)
C(61)-C(62)	1.392(3)	C(2)-C(3)-C(30A)	111.4(3)
C(61)-C(70)	1.521(3)	C(4)-C(3)-C(30)	111.1(4)
C(62)-C(63)	1.383(4)	C(2)-C(3)-C(30)	141.0(4)
C(62)-H(62)	0.9500	C(30A)-C(3)-C(30)	29.9(2)
C(63)-C(64)	1.370(4)	C(4)-C(3)-Fe(1)	71.47(13)
C(63)-H(63)	0.9500	C(2)-C(3)-Fe(1)	71.64(14)
C(64)-C(65)	1.391(3)	C(30A)-C(3)-Fe(1)	122.5(2)
C(64)-H(64)	0.9500	C(30)-C(3)-Fe(1)	124.8(3)
C(65)-C(80)	1.516(4)	C(5)-C(4)-C(3)	108.1(2)
C(70)-C(71)	1.521(4)	C(5)-C(4)-C(40A)	140.0(3)
C(70)-C(72)	1.537(4)	C(3)-C(4)-C(40A)	111.9(3)
C(70)-H(70)	1.0000	C(5)-C(4)-C(40)	111.9(4)
C(71)-H(71A)	0.9800	C(3)-C(4)-C(40)	139.8(4)
C(71)-H(71B)	0.9800	C(40A)-C(4)-C(40)	28.3(2)
C(71)-H(71C)	0.9800	C(5)-C(4)-Fe(1)	71.70(13)
C(72)-H(72A)	0.9800	C(3)-C(4)-Fe(1)	71.21(14)
C(72)-H(72B)	0.9800	C(40A)-C(4)-Fe(1)	121.3(2)
C(72)-H(72C)	0.9800	C(40)-C(4)-Fe(1)	125.2(3)
C(80)-C(82)	1.531(4)	C(4)-C(5)-C(1)	108.4(2)
C(80)-C(81)	1.535(4)	C(4)-C(5)-C(50)	141.0(4)
C(80)-H(80)	1.0000	C(1)-C(5)-C(50)	110.5(4)
C(81)-H(81A)	0.9800	C(4)-C(5)-C(50A)	111.6(3)
C(81)-H(81B)	0.9800	C(1)-C(5)-C(50A)	140.0(3)
C(81)-H(81C)	0.9800	C(50)-C(5)-C(50A)	29.9(2)
C(82)-H(82A)	0.9800	C(4)-C(5)-Fe(1)	71.30(13)
C(82)-H(82B)	0.9800	C(1)-C(5)-Fe(1)	71.87(13)
C(82)-H(82C)	0.9800	C(50)-C(5)-Fe(1)	125.0(2)
Fe(1)-S(1)	2.2278(6)	C(50A)-C(5)-Fe(1)	120.1(2)
		C(11)-C(10)-C(12)	116.3(4)
		C(11)-C(10)-C(1)	114.0(4)
		C(12)-C(10)-C(1)	110.8(4)
		C(11)-C(10)-H(10)	104.8
		C(12)-C(10)-H(10)	104.8
		C(1)-C(10)-H(10)	104.8
C(5)-C(1)-C(2)	108.1(2)	C(21)-C(20)-C(22)	116.7(4)
C(5)-C(1)-C(10)	142.6(4)	C(21)-C(20)-C(2)	112.7(4)
C(2)-C(1)-C(10)	109.2(4)	C(22)-C(20)-C(2)	111.4(4)
C(5)-C(1)-C(10A)	110.8(3)	C(21)-C(20)-H(20)	104.9
C(2)-C(1)-C(10A)	141.0(3)	C(22)-C(20)-H(20)	104.9
C(10)-C(1)-C(10A)	31.8(3)	C(2)-C(20)-H(20)	104.9
C(5)-C(1)-Fe(1)	71.17(13)	C(32)-C(30)-C(31)	121.3(5)
C(2)-C(1)-Fe(1)	71.20(13)	C(32)-C(30)-C(3)	112.4(4)
C(10)-C(1)-Fe(1)	124.1(3)	C(31)-C(30)-C(3)	111.1(4)
C(10A)-C(1)-Fe(1)	124.5(2)		
C(1)-C(2)-C(3)	107.7(2)		

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(32)-C(30)-H(30)	103.2	H(11B)-C(11)-H(11C)	109.5
C(31)-C(30)-H(30)	103.2	C(10)-C(11)-H(11D)	109.5
C(3)-C(30)-H(30)	103.2	C(10A)-C(11)-H(11D)	92.6
C(42)-C(40)-C(41)	119.6(4)	H(11A)-C(11)-H(11D)	141.1
C(42)-C(40)-C(4)	115.4(5)	H(11B)-C(11)-H(11D)	56.3
C(41)-C(40)-C(4)	110.9(4)	H(11C)-C(11)-H(11D)	56.3
C(42)-C(40)-H(40)	102.7	C(10)-C(11)-H(11E)	109.5
C(41)-C(40)-H(40)	102.7	C(10A)-C(11)-H(11E)	142.9
C(4)-C(40)-H(40)	102.7	H(11A)-C(11)-H(11E)	56.3
C(52)-C(50)-C(51)	117.4(5)	H(11B)-C(11)-H(11E)	141.1
C(52)-C(50)-C(5)	114.4(4)	H(11C)-C(11)-H(11E)	56.3
C(51)-C(50)-C(5)	112.2(4)	H(11D)-C(11)-H(11E)	109.5
C(52)-C(50)-H(50)	103.6	C(10)-C(11)-H(11F)	109.5
C(51)-C(50)-H(50)	103.6	C(10A)-C(11)-H(11F)	89.5
C(5)-C(50)-H(50)	103.6	H(11A)-C(11)-H(11F)	56.3
C(11)-C(10A)-C(12)	113.7(4)	H(11B)-C(11)-H(11F)	56.3
C(11)-C(10A)-C(1)	111.7(4)	H(11C)-C(11)-H(11F)	141.1
C(12)-C(10A)-C(1)	107.6(4)	H(11D)-C(11)-H(11F)	109.5
C(11)-C(10A)-H(10A)	107.8	H(11E)-C(11)-H(11F)	109.5
C(12)-C(10A)-H(10A)	107.8	C(10)-C(12)-C(10A)	32.6(3)
C(1)-C(10A)-H(10A)	107.8	C(10)-C(12)-H(12A)	109.5
C(21)-C(20A)-C(22)	111.3(4)	C(10A)-C(12)-H(12A)	120.9
C(21)-C(20A)-C(2)	111.8(3)	C(10)-C(12)-H(12B)	109.5
C(22)-C(20A)-C(2)	109.8(3)	C(10A)-C(12)-H(12B)	123.7
C(21)-C(20A)-H(20A)	107.9	H(12A)-C(12)-H(12B)	109.5
C(22)-C(20A)-H(20A)	107.9	C(10)-C(12)-H(12C)	109.5
C(2)-C(20A)-H(20A)	107.9	C(10A)-C(12)-H(12C)	76.9
C(31)-C(30A)-C(3)	112.1(4)	H(12A)-C(12)-H(12C)	109.5
C(31)-C(30A)-C(32)	113.6(4)	H(12B)-C(12)-H(12C)	109.5
C(3)-C(30A)-C(32)	108.6(4)	C(10)-C(12)-H(12D)	109.5
C(31)-C(30A)-H(30A)	107.4	C(10A)-C(12)-H(12D)	92.7
C(3)-C(30A)-H(30A)	107.4	H(12A)-C(12)-H(12D)	141.1
C(32)-C(30A)-H(30A)	107.4	H(12B)-C(12)-H(12D)	56.3
C(41)-C(40A)-C(4)	114.4(4)	H(12C)-C(12)-H(12D)	56.3
C(41)-C(40A)-C(42)	114.8(4)	C(10)-C(12)-H(12E)	109.5
C(4)-C(40A)-C(42)	108.3(4)	C(10A)-C(12)-H(12E)	90.4
C(41)-C(40A)-H(40A)	106.2	H(12A)-C(12)-H(12E)	56.3
C(4)-C(40A)-H(40A)	106.2	H(12B)-C(12)-H(12E)	141.1
C(42)-C(40A)-H(40A)	106.2	H(12C)-C(12)-H(12E)	56.3
C(51)-C(50A)-C(52)	115.0(4)	H(12D)-C(12)-H(12E)	109.5
C(51)-C(50A)-C(5)	113.2(4)	C(10)-C(12)-H(12F)	109.5
C(52)-C(50A)-C(5)	106.9(3)	C(10A)-C(12)-H(12F)	142.1
C(51)-C(50A)-H(50A)	107.1	H(12A)-C(12)-H(12F)	56.3
C(52)-C(50A)-H(50A)	107.1	H(12B)-C(12)-H(12F)	56.3
C(5)-C(50A)-H(50A)	107.1	H(12C)-C(12)-H(12F)	141.1
C(10)-C(11)-C(10A)	33.5(3)	H(12D)-C(12)-H(12F)	109.5
C(10)-C(11)-H(11A)	109.5	H(12E)-C(12)-H(12F)	109.5
C(10A)-C(11)-H(11A)	120.7	C(20)-C(21)-C(20A)	33.4(3)
C(10)-C(11)-H(11B)	109.5	C(20)-C(21)-H(21A)	109.5
C(10A)-C(11)-H(11B)	76.0	C(20A)-C(21)-H(21A)	119.2
H(11A)-C(11)-H(11B)	109.5	C(20)-C(21)-H(21B)	109.5
C(10)-C(11)-H(11C)	109.5	C(20A)-C(21)-H(21B)	76.2
C(10A)-C(11)-H(11C)	124.4	H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11C)	109.5	C(20)-C(21)-H(21C)	109.5

C(20A)-C(21)-H(21C)	125.8	H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5	C(30)-C(31)-H(31C)	109.5
H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5	C(30A)-C(31)-H(31C)	126.5
C(20)-C(21)-H(21D)	109.5	H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5
C(20A)-C(21)-H(21D)	93.9	H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21D)	141.1	C(30)-C(31)-H(31D)	109.5
H(21B)-C(21)-H(21D)	56.3	C(30A)-C(31)-H(31D)	96.7
H(21C)-C(21)-H(21D)	56.3	H(31A)-C(31)-H(31D)	141.1
C(20)-C(21)-H(21E)	109.5	H(31B)-C(31)-H(31D)	56.3
C(20A)-C(21)-H(21E)	142.6	H(31C)-C(31)-H(31D)	56.3
H(21A)-C(21)-H(21E)	56.3	C(30)-C(31)-H(31E)	109.5
H(21B)-C(21)-H(21E)	141.1	C(30A)-C(31)-H(31E)	139.9
H(21C)-C(21)-H(21E)	56.3	H(31A)-C(31)-H(31E)	56.3
H(21D)-C(21)-H(21E)	109.5	H(31B)-C(31)-H(31E)	141.1
C(20)-C(21)-H(21F)	109.5	H(31C)-C(31)-H(31E)	56.3
C(20A)-C(21)-H(21F)	88.3	H(31D)-C(31)-H(31E)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21F)	56.3	C(30)-C(31)-H(31F)	109.5
H(21B)-C(21)-H(21F)	56.3	C(30A)-C(31)-H(31F)	88.7
H(21C)-C(21)-H(21F)	141.1	H(31A)-C(31)-H(31F)	56.3
H(21D)-C(21)-H(21F)	109.5	H(31B)-C(31)-H(31F)	56.3
H(21E)-C(21)-H(21F)	109.5	H(31C)-C(31)-H(31F)	141.1
C(20)-C(22)-C(20A)	33.2(3)	H(31D)-C(31)-H(31F)	109.5
C(20)-C(22)-H(22A)	109.5	H(31E)-C(31)-H(31F)	109.5
C(20A)-C(22)-H(22A)	119.4	C(30)-C(32)-C(30A)	31.1(3)
C(20)-C(22)-H(22B)	109.5	C(30)-C(32)-H(32A)	109.5
C(20A)-C(22)-H(22B)	125.5	C(30A)-C(32)-H(32A)	118.7
H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5	C(30)-C(32)-H(32B)	109.5
C(20)-C(22)-H(22C)	109.5	C(30A)-C(32)-H(32B)	125.0
C(20A)-C(22)-H(22C)	76.5	H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5
H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5	C(30)-C(32)-H(32C)	109.5
H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5	C(30A)-C(32)-H(32C)	78.6
C(20)-C(22)-H(22D)	109.5	H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5
C(20A)-C(22)-H(22D)	93.9	H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5
H(22A)-C(22)-H(22D)	141.1	C(30)-C(32)-H(32D)	109.5
H(22B)-C(22)-H(22D)	56.3	C(30A)-C(32)-H(32D)	95.2
H(22C)-C(22)-H(22D)	56.3	H(32A)-C(32)-H(32D)	141.1
C(20)-C(22)-H(22E)	109.5	H(32B)-C(32)-H(32D)	56.3
C(20A)-C(22)-H(22E)	88.7	H(32C)-C(32)-H(32D)	56.3
H(22A)-C(22)-H(22E)	56.3	C(30)-C(32)-H(32E)	109.5
H(22B)-C(22)-H(22E)	141.1	C(30A)-C(32)-H(32E)	89.8
H(22C)-C(22)-H(22E)	56.3	H(32A)-C(32)-H(32E)	56.3
H(22D)-C(22)-H(22E)	109.5	H(32B)-C(32)-H(32E)	141.1
C(20)-C(22)-H(22F)	109.5	H(32C)-C(32)-H(32E)	56.3
C(20A)-C(22)-H(22F)	142.4	H(32D)-C(32)-H(32E)	109.5
H(22A)-C(22)-H(22F)	56.3	C(30)-C(32)-H(32F)	109.5
H(22B)-C(22)-H(22F)	56.3	C(30A)-C(32)-H(32F)	140.3
H(22C)-C(22)-H(22F)	141.1	H(32A)-C(32)-H(32F)	56.3
H(22D)-C(22)-H(22F)	109.5	H(32B)-C(32)-H(32F)	56.3
H(22E)-C(22)-H(22F)	109.5	H(32C)-C(32)-H(32F)	141.1
C(30)-C(31)-C(30A)	31.0(3)	H(32D)-C(32)-H(32F)	109.5
C(30)-C(31)-H(31A)	109.5	H(32E)-C(32)-H(32F)	109.5
C(30A)-C(31)-H(31A)	117.1	C(40A)-C(41)-C(40)	29.5(2)
C(30)-C(31)-H(31B)	109.5	C(40A)-C(41)-H(41A)	115.4
C(30A)-C(31)-H(31B)	78.9	C(40)-C(41)-H(41A)	109.5

C(40A)-C(41)-H(41B)	80.6	C(50A)-C(51)-H(51A)	117.9
C(40)-C(41)-H(41B)	109.5	C(50)-C(51)-H(51A)	109.5
H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5	C(50A)-C(51)-H(51B)	78.4
C(40A)-C(41)-H(41C)	127.2	C(50)-C(51)-H(51B)	109.5
C(40)-C(41)-H(41C)	109.5	H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5
H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5	C(50A)-C(51)-H(51C)	125.9
H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5	C(50)-C(51)-H(51C)	109.5
C(40A)-C(41)-H(41D)	98.7	H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5
C(40)-C(41)-H(41D)	109.5	H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5
H(41A)-C(41)-H(41D)	141.1	C(50A)-C(51)-H(51D)	95.8
H(41B)-C(41)-H(41D)	56.3	C(50)-C(51)-H(51D)	109.5
H(41C)-C(41)-H(41D)	56.3	H(51A)-C(51)-H(51D)	141.1
C(40A)-C(41)-H(41E)	138.0	H(51B)-C(51)-H(51D)	56.3
C(40)-C(41)-H(41E)	109.5	H(51C)-C(51)-H(51D)	56.3
H(41A)-C(41)-H(41E)	56.3	C(50A)-C(51)-H(51E)	140.4
H(41B)-C(41)-H(41E)	141.1	C(50)-C(51)-H(51E)	109.5
H(41C)-C(41)-H(41E)	56.3	H(51A)-C(51)-H(51E)	56.3
H(41D)-C(41)-H(41E)	109.5	H(51B)-C(51)-H(51E)	141.1
C(40A)-C(41)-H(41F)	88.6	H(51C)-C(51)-H(51E)	56.3
C(40)-C(41)-H(41F)	109.5	H(51D)-C(51)-H(51E)	109.5
H(41A)-C(41)-H(41F)	56.3	C(50A)-C(51)-H(51F)	89.0
H(41B)-C(41)-H(41F)	56.3	C(50)-C(51)-H(51F)	109.5
H(41C)-C(41)-H(41F)	141.1	H(51A)-C(51)-H(51F)	56.3
H(41D)-C(41)-H(41F)	109.5	H(51B)-C(51)-H(51F)	56.3
H(41E)-C(41)-H(41F)	109.5	H(51C)-C(51)-H(51F)	141.1
C(40)-C(42)-C(40A)	29.2(3)	H(51D)-C(51)-H(51F)	109.5
C(40)-C(42)-H(42A)	109.5	H(51E)-C(51)-H(51F)	109.5
C(40A)-C(42)-H(42A)	119.2	C(50)-C(52)-C(50A)	31.0(3)
C(40)-C(42)-H(42B)	109.5	C(50)-C(52)-H(52A)	109.5
C(40A)-C(42)-H(42B)	123.6	C(50A)-C(52)-H(52A)	121.1
H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5	C(50)-C(52)-H(52B)	109.5
C(40)-C(42)-H(42C)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52B)	122.7
C(40A)-C(42)-H(42C)	80.4	H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5
H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5	C(50)-C(52)-H(52C)	109.5
H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52C)	78.4
C(40)-C(42)-H(42D)	109.5	H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5
C(40A)-C(42)-H(42D)	95.4	H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5
H(42A)-C(42)-H(42D)	141.1	C(50)-C(52)-H(52D)	109.5
H(42B)-C(42)-H(42D)	56.3	C(50A)-C(52)-H(52D)	93.1
H(42C)-C(42)-H(42D)	56.3	H(52A)-C(52)-H(52D)	141.1
C(40)-C(42)-H(42E)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52D)	56.3
C(40A)-C(42)-H(42E)	91.7	H(52C)-C(52)-H(52D)	56.3
H(42A)-C(42)-H(42E)	56.3	C(50)-C(52)-H(52E)	109.5
H(42B)-C(42)-H(42E)	141.1	C(50A)-C(52)-H(52E)	91.7
H(42C)-C(42)-H(42E)	56.3	H(52A)-C(52)-H(52E)	56.3
H(42D)-C(42)-H(42E)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52E)	141.1
C(40)-C(42)-H(42F)	109.5	H(52C)-C(52)-H(52E)	56.3
C(40A)-C(42)-H(42F)	138.5	H(52D)-C(52)-H(52E)	109.5
H(42A)-C(42)-H(42F)	56.3	C(50)-C(52)-H(52F)	109.5
H(42B)-C(42)-H(42F)	56.3	C(50A)-C(52)-H(52F)	140.5
H(42C)-C(42)-H(42F)	141.1	H(52A)-C(52)-H(52F)	56.3
H(42D)-C(42)-H(42F)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52F)	56.3
H(42E)-C(42)-H(42F)	109.5	H(52C)-C(52)-H(52F)	141.1
C(50A)-C(51)-C(50)	31.3(2)	H(52D)-C(52)-H(52F)	109.5

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(52E)-C(52)-H(52F)	109.5	H(82B)-C(82)-H(82C)	109.5
C(61)-C(60)-C(65)	121.0(2)	C(3)-Fe(1)-C(4)	37.31(10)
C(61)-C(60)-S(1)	119.51(17)	C(3)-Fe(1)-C(5)	62.10(9)
C(65)-C(60)-S(1)	119.37(18)	C(4)-Fe(1)-C(5)	36.99(9)
C(62)-C(61)-C(60)	117.9(2)	C(3)-Fe(1)-C(2)	37.49(10)
C(62)-C(61)-C(70)	120.1(2)	C(4)-Fe(1)-C(2)	62.25(9)
C(60)-C(61)-C(70)	122.1(2)	C(5)-Fe(1)-C(2)	61.96(9)
C(63)-C(62)-C(61)	121.6(2)	C(3)-Fe(1)-S(1)	152.75(6)
C(63)-C(62)-H(62)	119.2	C(4)-Fe(1)-S(1)	152.40(6)
C(61)-C(62)-H(62)	119.2	C(5)-Fe(1)-S(1)	144.19(6)
C(64)-C(63)-C(62)	119.8(2)	C(2)-Fe(1)-S(1)	144.58(7)
C(64)-C(63)-H(63)	120.1	C(3)-Fe(1)-C(1)	62.14(9)
C(62)-C(63)-H(63)	120.1	C(4)-Fe(1)-C(1)	61.86(9)
C(63)-C(64)-C(65)	121.8(2)	C(5)-Fe(1)-C(1)	36.96(10)
C(63)-C(64)-H(64)	119.1	C(2)-Fe(1)-C(1)	37.03(10)
C(65)-C(64)-H(64)	119.1	S(1)-Fe(1)-C(1)	140.16(7)
C(64)-C(65)-C(60)	117.9(2)	C(60)-S(1)-Fe(1)	104.51(7)
C(64)-C(65)-C(80)	120.6(2)		
C(60)-C(65)-C(80)	121.5(2)		
C(71)-C(70)-C(61)	114.2(2)		
C(71)-C(70)-C(72)	109.9(2)		
C(61)-C(70)-C(72)	111.0(2)		
C(71)-C(70)-H(70)	107.1		
C(61)-C(70)-H(70)	107.1		
C(72)-C(70)-H(70)	107.1		
C(70)-C(71)-H(71A)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71B)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71B)	109.5		
C(70)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71A)-C(71)-H(71C)	109.5		
H(71B)-C(71)-H(71C)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72A)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72B)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72B)	109.5		
C(70)-C(72)-H(72C)	109.5		
H(72A)-C(72)-H(72C)	109.5		
H(72B)-C(72)-H(72C)	109.5		
C(65)-C(80)-C(82)	110.7(2)		
C(65)-C(80)-C(81)	113.6(2)		
C(82)-C(80)-C(81)	110.2(2)		
C(65)-C(80)-H(80)	107.3		
C(82)-C(80)-H(80)	107.3		
C(81)-C(80)-H(80)	107.3		
C(80)-C(81)-H(81A)	109.5		
C(80)-C(81)-H(81B)	109.5		
H(81A)-C(81)-H(81B)	109.5		
C(80)-C(81)-H(81C)	109.5		
H(81A)-C(81)-H(81C)	109.5		
H(81B)-C(81)-H(81C)	109.5		
C(80)-C(82)-H(82A)	109.5		
C(80)-C(82)-H(82B)	109.5		
H(82A)-C(82)-H(82B)	109.5		
C(80)-C(82)-H(82C)	109.5		
H(82A)-C(82)-H(82C)	109.5		

Anisotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 44 (09115o).

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2[(ha)^*U_{11} + \dots + 2hka^*b^*U_{12}]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	20(1)	43(2)	47(2)	-23(1)	12(1)	-7(1)
C(2)	20(1)	22(1)	61(2)	10(1)	3(1)	0(1)
C(3)	22(1)	56(2)	24(1)	2(1)	5(1)	-3(1)
C(4)	22(1)	23(1)	44(2)	-12(1)	-1(1)	1(1)
C(5)	26(1)	42(2)	25(1)	7(1)	1(1)	-13(1)
C(10)	33(3)	43(4)	38(4)	-15(3)	12(3)	5(3)
C(20)	38(3)	26(3)	45(4)	13(3)	5(3)	3(2)
C(30)	47(3)	39(4)	25(3)	-6(3)	13(2)	-10(3)
C(40)	40(3)	25(3)	43(4)	-5(3)	18(3)	-1(2)
C(50)	35(3)	42(4)	20(3)	9(3)	4(2)	1(3)
C(10A)	25(2)	19(3)	22(3)	0(2)	8(2)	3(2)
C(20A)	27(2)	22(3)	18(3)	-5(2)	6(2)	1(2)
C(30A)	34(3)	13(3)	22(3)	-1(2)	10(2)	0(3)
C(40A)	33(3)	18(3)	19(3)	-3(2)	14(2)	-10(2)
C(50A)	31(3)	17(3)	26(3)	0(2)	15(2)	8(2)
C(11)	40(1)	37(2)	32(1)	-13(1)	8(1)	-1(1)
C(12)	30(1)	45(2)	44(2)	-7(1)	14(1)	10(1)
C(21)	38(1)	27(1)	50(2)	5(1)	10(1)	-1(1)
C(22)	35(1)	36(2)	42(2)	7(1)	-2(1)	6(1)
C(31)	54(2)	36(2)	40(2)	-3(1)	26(1)	-2(1)
C(32)	54(2)	53(2)	24(1)	-7(1)	4(1)	-11(2)
C(41)	47(2)	30(2)	54(2)	-10(1)	17(1)	10(1)
C(42)	51(2)	24(1)	53(2)	-5(1)	20(1)	-8(1)
C(51)	40(2)	52(2)	34(1)	13(1)	7(1)	10(1)
C(52)	44(2)	41(2)	38(2)	10(1)	18(1)	-4(1)
C(60)	18(1)	28(1)	27(1)	-7(1)	5(1)	-1(1)
C(61)	21(1)	31(1)	28(1)	-4(1)	4(1)	-3(1)
C(62)	32(1)	32(1)	37(1)	-5(1)	10(1)	6(1)
C(63)	39(1)	49(2)	38(2)	-8(1)	18(1)	6(1)
C(64)	33(1)	48(2)	33(1)	5(1)	13(1)	-1(1)
C(65)	22(1)	33(1)	29(1)	-1(1)	5(1)	-4(1)
C(70)	26(1)	32(1)	36(1)	0(1)	7(1)	1(1)
C(71)	43(2)	35(2)	57(2)	11(1)	12(1)	8(1)
C(72)	43(2)	59(2)	32(1)	3(1)	5(1)	1(1)
C(80)	31(1)	36(2)	50(2)	11(1)	17(1)	3(1)
C(81)	54(2)	57(2)	57(2)	25(2)	18(2)	7(2)
C(82)	41(2)	32(2)	82(2)	-2(2)	27(2)	0(1)
Fe(1)	20(1)	26(1)	29(1)	-3(1)	7(1)	0(1)
S(1)	23(1)	33(1)	32(1)	-10(1)	9(1)	-1(1)

Hydrogen coordinates [$\times 10^4$] and isotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 44 (09115o).

	x	y	z	U(eq)
H(10)	2821	3575	2054	45
H(20)	3166	3188	94	45
H(30)	3783	1100	-50	44
H(40)	3935	191	1813	42
H(50)	3258	1708	3103	39
H(10A)	3125	2250	3133	26
H(20A)	2853	3777	1579	26
H(30A)	3349	2768	-175	27
H(40A)	4013	654	307	26
H(50A)	4027	353	2374	28
H(11A)	4717	3427	2944	55
H(11B)	4048	2937	3521	55
H(11C)	3703	3865	3326	55
H(11D)	3595	3392	3583	55
H(11E)	4264	3883	3006	55
H(11F)	4609	2954	3201	55
H(12A)	1041	2833	2090	58
H(12B)	1359	3489	2783	58
H(12C)	1676	2556	2974	58
H(12D)	1676	3085	3141	58
H(12E)	1358	2430	2448	58
H(12F)	1041	3362	2258	58
H(21A)	4864	3769	936	57
H(21B)	3945	4281	1338	57
H(21C)	3947	4429	431	57
H(21D)	3640	4550	867	57
H(21E)	4559	4038	466	57
H(21F)	4557	3891	1372	57
H(22A)	1166	3217	286	59
H(22B)	1585	4075	14	59
H(22C)	1564	3927	918	59
H(22D)	1711	4263	526	59
H(22E)	1292	3404	797	59
H(22F)	1312	3553	-106	59
H(31A)	5495	1929	136	61
H(31B)	4671	2600	-413	61
H(31C)	4908	1743	-777	61
H(31D)	4554	2252	-839	61
H(31E)	5379	1581	-289	61
H(31F)	5142	2438	74	61
H(32A)	1776	1479	-428	67
H(32B)	2457	1443	-1144	67
H(32C)	2188	2296	-786	67
H(32D)	2505	2000	-1144	67
H(32E)	1824	2036	-428	67
H(32F)	2092	1182	-786	67
H(41A)	5847	528	1548	64

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(41B)	5326	235	656	64
H(41C)	5463	-397	1365	64
H(41D)	5244	-284	831	64
H(41E)	5764	9	1723	64
H(41F)	5628	641	1014	64
H(42A)	2121	93	910	62
H(42B)	3021	-674	951	62
H(42C)	2882	-40	243	62
H(42D)	3229	-507	493	62
H(42E)	2328	260	452	62
H(42F)	2467	-374	1160	62
H(51A)	5392	1439	3290	63
H(51B)	5078	500	3141	63
H(51C)	4757	946	3882	63
H(51D)	4759	484	3585	63
H(51E)	5073	1423	3735	63
H(51F)	5394	977	2993	63
H(52A)	1712	865	2485	59
H(52B)	2388	581	3359	59
H(52C)	2696	136	2612	59
H(52D)	2819	189	3152	59
H(52E)	2143	474	2278	59
H(52F)	1835	919	3025	59
H(62)	9609	459	1409	40
H(63)	9990	1171	342	49
H(64)	9115	2432	33	45
H(70)	7458	944	2523	38
H(71A)	7910	-261	1923	68
H(71B)	8251	-338	2864	68
H(71C)	9341	-204	2408	68
H(72A)	10086	1034	3238	68
H(72B)	9019	856	3701	68
H(72C)	9091	1721	3306	68
H(80)	6874	3378	874	46
H(81A)	8276	3640	-290	82
H(81B)	6982	4066	-255	82
H(81C)	7005	3126	-464	82
H(82A)	8667	3862	1789	74
H(82B)	8157	4525	1123	74
H(82C)	9365	3997	1091	74

9.2.5 Crystal data and structure refinement for 47 (09174o).

Empirical formula	C ₃₀ H ₄₂ BrNNi	
Formula weight	555.27	
Crystal colour and habit	red block	
Crystal size (mm)	0.11 x 0.10 x 0.04	
Temperature (K)	150(2)	
Wavelength (Å)	1.54184	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	Cc	
Unit cell dimensions	$a = 17.5710(6) \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 17.2638(8) \text{ \AA}$	$\beta = 100.440(5)^\circ$
	$c = 37.9120(25) \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
Volume (Å ³)	11309.9(10)	
Z	16	
Calculated density (Mg/m ³)	1.304	
Absorption coefficient (mm ⁻¹)	2.753	
F(000)	4672	
θ -range for data collection (°)	3.62/63.25	
Index ranges	$-20 \leq h \leq 20, -19 \leq k \leq 19, -43 \leq l \leq 43$	
Reflections collected	55373	
Independent reflections	16507 ($R_{int} = 0.0846$)	
Completeness to $\theta = 63.25^\circ$	98.1 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents (Multiscan)	
Max. and min. transmission	1.00000 and 0.64007	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data/restraints/parameters	16507/2/1230	
Goodness-of-fit on F ²	0.945	
Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0529, wR_2 = 0.1278$	
R indices (all data)	$R_1 = 0.0812, wR_2 = 0.1387$	
Absolute structure parameter	0.79(2)	
Largest diff. Peak and hole (e·Å ⁻³)	1.936/-0.561	

Atomic coordinates [$\times 10^4$] and equivalent isotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 47 (09174o).U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
C(1)	3715(6)	-359(6)	3372(3)	21(2)
C(2)	3844(5)	-75(4)	3027(2)	29(2)
C(3)	3154(5)	-221(5)	2767(3)	29(2)
C(4)	2616(5)	-661(4)	2956(2)	30(2)
C(5)	2986(4)	-732(4)	3326(2)	26(2)
C(6)	2818(6)	-5557(6)	3987(3)	54(3)
C(7)	3319(5)	-6829(5)	3973(3)	44(3)
C(8)	3970(5)	-5707(5)	3734(2)	36(2)
C(9)	3816(6)	-5281(6)	3381(3)	23(2)
C(10)	4298(4)	-327(5)	3721(2)	29(2)
C(11)	4191(7)	963(5)	3954(3)	51(3)
C(12)	5439(6)	537(6)	3887(3)	42(3)
C(16)	4276(7)	-3728(6)	3880(3)	45(3)
C(17)	5425(6)	-4423(6)	3747(3)	42(3)
C(18)	4652(5)	-4031(5)	3591(2)	35(2)
C(19)	4141(4)	-4559(4)	3322(2)	28(2)
C(20)	4567(5)	330(5)	2960(2)	38(2)
C(21)	4441(7)	1208(6)	2885(3)	52(3)
C(22)	4941(5)	-60(5)	2670(3)	48(2)
C(26)	3824(6)	-2883(5)	2894(3)	44(2)
C(27)	5002(6)	-3627(5)	2750(3)	43(2)
C(28)	4115(6)	-3626(5)	2754(3)	38(2)
C(29)	3895(4)	-4358(4)	2948(2)	27(2)
C(30)	3038(7)	-20(7)	2366(3)	33(3)
C(31)	2306(8)	528(7)	2255(4)	49(3)
C(32)	3018(6)	-755(5)	2143(2)	43(2)
C(36)	2465(7)	-4321(6)	2260(3)	39(3)
C(37)	3631(5)	-5128(5)	2148(2)	43(2)
C(38)	3042(7)	-5006(7)	2375(3)	35(3)
C(39)	3403(5)	-4973(5)	2776(3)	29(2)
C(40)	1840(5)	-962(5)	2777(2)	33(2)
C(41)	1158(5)	-601(5)	2925(3)	43(2)
C(42)	1819(5)	-1846(5)	2781(3)	45(2)
C(46)	2061(6)	-6215(6)	2930(3)	51(3)
C(47)	3168(6)	-6833(4)	2686(2)	44(2)
C(48)	2938(5)	-6324(5)	2987(2)	38(2)
C(49)	3384(4)	-5566(4)	3043(2)	27(2)
C(50)	2602(4)	-1134(4)	3615(2)	33(2)
C(51)	2420(6)	-596(6)	3888(3)	42(3)
C(52)	3094(6)	-1827(5)	3778(3)	44(3)
C(60)	4917(5)	-968(5)	3768(2)	28(2)
C(61)	5088(4)	-1381(5)	3484(3)	29(2)
C(62)	5618(7)	-1987(6)	3535(3)	35(3)
C(63)	5976(7)	-2160(6)	3822(3)	42(3)
C(64)	5864(5)	-1778(6)	4183(3)	24(2)
C(65)	5283(6)	-1203(6)	4129(3)	33(3)
C(66)	6264(7)	-1995(6)	4502(3)	36(3)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(67)	6150(7)	-1633(6)	4809(4)	40(3)
C(68)	5441(6)	-992(6)	4772(3)	34(3)
C(69)	5130(6)	-826(6)	4456(3)	40(3)
C(70)	4661(5)	-6270(5)	3772(3)	35(2)
C(71)	4857(6)	-6645(5)	3476(3)	37(2)
C(72)	5470(6)	-7161(5)	3519(3)	28(2)
C(73)	5897(5)	-7276(6)	3801(3)	35(3)
C(74)	5809(6)	-6886(6)	4158(3)	32(3)
C(75)	5170(7)	-6398(6)	4120(3)	34(3)
C(76)	6295(7)	-7026(6)	4468(3)	34(3)
C(77)	6214(5)	-6644(6)	4777(3)	31(2)
C(78)	5456(7)	-6061(8)	4748(4)	47(3)
C(79)	5062(8)	-5996(7)	4455(4)	51(3)
C(101)	-457(6)	7844(6)	917(3)	28(3)
C(102)	-4(5)	8081(4)	1251(2)	31(2)
C(103)	-68(6)	7504(6)	1511(3)	36(2)
C(104)	-530(5)	6873(4)	1342(2)	31(2)
C(105)	-765(4)	7062(4)	971(2)	28(2)
C(106)	-862(6)	11487(6)	316(3)	41(3)
C(107)	-2121(6)	11937(6)	395(3)	40(3)
C(108)	-938(5)	12820(4)	565(2)	30(2)
C(109)	-376(6)	12883(6)	913(3)	29(3)
C(110)	-588(5)	8241(4)	555(2)	28(2)
C(111)	624(7)	8081(6)	304(3)	51(3)
C(112)	85(6)	9378(5)	314(3)	47(3)
C(116)	948(5)	13059(6)	365(3)	39(2)
C(117)	284(5)	14325(6)	496(3)	51(3)
C(118)	759(4)	13615(4)	669(2)	36(2)
C(119)	396(5)	13227(4)	959(2)	31(2)
C(120)	412(4)	8847(4)	1310(2)	32(2)
C(121)	1300(5)	8748(6)	1371(3)	46(3)
C(122)	176(5)	9358(5)	1609(2)	42(2)
C(126)	2225(5)	13098(5)	1349(3)	42(2)
C(127)	1560(6)	14346(5)	1490(3)	49(3)
C(128)	1549(5)	13457(6)	1498(3)	41(3)
C(129)	763(5)	13148(4)	1324(2)	29(2)
C(130)	345(7)	7538(6)	1896(3)	31(2)
C(131)	900(7)	6879(8)	2019(4)	48(3)
C(132)	-284(5)	7616(5)	2150(3)	45(2)
C(136)	1089(7)	12024(6)	2019(3)	39(3)
C(137)	404(5)	13256(5)	2143(2)	45(2)
C(138)	392(7)	12534(6)	1895(3)	27(2)
C(139)	232(5)	12741(5)	1505(3)	30(2)
C(140)	-750(6)	6159(5)	1532(3)	36(2)
C(141)	-469(5)	5389(5)	1398(2)	41(2)
C(142)	-1618(6)	6121(5)	1531(3)	48(3)
C(146)	-1052(6)	11291(5)	1404(3)	46(3)
C(147)	-1546(5)	12544(5)	1629(2)	46(2)
C(148)	-1187(5)	12160(5)	1335(2)	33(2)
C(149)	-448(4)	12572(4)	1256(2)	27(2)
C(150)	-1278(5)	6551(5)	699(2)	32(2)
C(151)	-858(7)	6244(5)	384(3)	41(3)
C(152)	-2069(6)	6895(7)	539(3)	48(3)
C(160)	-1273(5)	8764(5)	512(2)	27(2)
C(161)	-1469(5)	9160(5)	796(3)	34(2)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(162)	-2125(7)	9657(7)	766(4)	54(4)
C(163)	-2600(6)	9755(6)	402(3)	29(2)
C(164)	-2373(7)	9377(7)	140(3)	37(3)
C(165)	-1733(5)	8865(5)	165(3)	28(2)
C(166)	-2860(6)	9445(7)	-235(4)	42(3)
C(167)	-2651(6)	9046(6)	-507(3)	33(3)
C(168)	-2131(7)	8640(6)	-482(3)	32(3)
C(169)	-1587(5)	8489(5)	-139(3)	23(2)
C(170)	-1495(5)	13474(5)	525(3)	31(2)
C(171)	-1674(6)	13858(5)	822(3)	42(3)
C(172)	-2256(6)	14450(5)	795(3)	37(3)
C(173)	-2648(5)	14679(6)	427(3)	36(3)
C(174)	-2456(7)	14302(7)	159(3)	41(3)
C(175)	-1902(6)	13694(5)	180(3)	31(3)
C(176)	-2867(7)	14465(8)	-225(5)	56(4)
C(177)	-2664(7)	14075(8)	-504(3)	45(3)
C(178)	-2218(6)	13605(7)	-476(3)	32(3)
C(179)	-1734(6)	13368(6)	-130(3)	32(3)
N(1)	4629(4)	467(4)	3768(2)	31(2)
N(2)	3250(4)	-6079(4)	3808(2)	33(2)
N(3)	144(4)	8616(4)	495(2)	38(2)
N(4)	-1283(4)	12020(4)	521(2)	32(2)
Br(1)	2220(1)	1545(1)	3283(1)	48(1)
Br(2)	1874(1)	-3825(1)	3284(1)	52(1)
Br(3)	1504(1)	6341(1)	1015(1)	52(1)
Br(4)	1152(1)	10940(1)	1007(1)	49(1)
Ni(1)	2865(1)	461(1)	3190(1)	26(1)
Ni(2)	2918(1)	-4501(1)	3200(1)	27(1)
Ni(3)	464(1)	7017(1)	1103(1)	32(1)
Ni(4)	513(1)	12020(1)	1099(1)	31(1)

Bond lengths [Å] and angles [°] for 47 (09174o).

C(1)-C(5)	1.416(13)	C(19)-C(29)	1.448(11)
C(1)-C(2)	1.453(13)	C(19)-Ni(2)	2.118(8)
C(1)-C(10)	1.521(12)	C(20)-C(22)	1.534(12)
C(1)-Ni(1)	2.083(10)	C(20)-C(21)	1.550(13)
C(2)-C(3)	1.439(12)	C(20)-H(20)	1.0000
C(2)-C(20)	1.511(12)	C(21)-H(21A)	0.9800
C(2)-Ni(1)	2.141(8)	C(21)-H(21B)	0.9800
C(3)-C(4)	1.493(13)	C(21)-H(21C)	0.9800
C(3)-C(30)	1.538(15)	C(22)-H(22A)	0.9800
C(3)-Ni(1)	2.122(9)	C(22)-H(22B)	0.9800
C(4)-C(5)	1.439(11)	C(22)-H(22C)	0.9800
C(4)-C(40)	1.502(12)	C(26)-C(28)	1.512(13)
C(4)-Ni(1)	2.142(7)	C(26)-H(26A)	0.9800
C(5)-C(50)	1.550(11)	C(26)-H(26B)	0.9800
C(5)-Ni(1)	2.124(7)	C(26)-H(26C)	0.9800
C(6)-N(2)	1.427(12)	C(27)-C(28)	1.561(14)
C(6)-H(6A)	0.9800	C(27)-H(27A)	0.9800
C(6)-H(6B)	0.9800	C(27)-H(27B)	0.9800
C(6)-H(6C)	0.9800	C(27)-H(27C)	0.9800
C(7)-N(2)	1.434(11)	C(28)-C(29)	1.544(13)
C(7)-H(7A)	0.9800	C(28)-H(28)	1.0000
C(7)-H(7B)	0.9800	C(29)-C(39)	1.449(12)
C(7)-H(7C)	0.9800	C(29)-Ni(2)	2.126(8)
C(8)-N(2)	1.490(11)	C(30)-C(32)	1.522(14)
C(8)-C(9)	1.507(14)	C(30)-C(31)	1.591(16)
C(8)-C(70)	1.541(11)	C(30)-H(30)	1.0000
C(8)-H(8)	1.0000	C(31)-H(31A)	0.9800
C(9)-C(19)	1.406(13)	C(31)-H(31B)	0.9800
C(9)-C(49)	1.452(13)	C(31)-H(31C)	0.9800
C(9)-Ni(2)	2.094(10)	C(32)-H(32A)	0.9800
C(10)-N(1)	1.488(10)	C(32)-H(32B)	0.9800
C(10)-C(60)	1.538(11)	C(32)-H(32C)	0.9800
C(10)-H(10)	1.0000	C(36)-C(38)	1.567(15)
C(11)-N(1)	1.421(13)	C(36)-H(36A)	0.9800
C(11)-H(11A)	0.9800	C(36)-H(36B)	0.9800
C(11)-H(11B)	0.9800	C(36)-H(36C)	0.9800
C(11)-H(11C)	0.9800	C(37)-C(38)	1.474(16)
C(12)-N(1)	1.417(13)	C(37)-H(37A)	0.9800
C(12)-H(12A)	0.9800	C(37)-H(37B)	0.9800
C(12)-H(12B)	0.9800	C(37)-H(37C)	0.9800
C(12)-H(12C)	0.9800	C(38)-C(39)	1.540(15)
C(16)-C(18)	1.475(14)	C(38)-H(38)	1.0000
C(16)-H(16A)	0.9800	C(39)-C(49)	1.443(12)
C(16)-H(16B)	0.9800	C(39)-Ni(2)	2.114(9)
C(16)-H(16C)	0.9800	C(40)-C(42)	1.527(12)
C(17)-C(18)	1.537(13)	C(40)-C(41)	1.543(12)
C(17)-H(17A)	0.9800	C(40)-H(40)	1.0000
C(17)-H(17B)	0.9800	C(41)-H(41A)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800	C(41)-H(41B)	0.9800
C(18)-C(19)	1.533(11)	C(41)-H(41C)	0.9800
C(18)-H(18)	1.0000	C(42)-H(42A)	0.9800

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(42)-H(42B)	0.9800	C(77)-H(77)	0.9500
C(42)-H(42C)	0.9800	C(78)-C(79)	1.204(18)
C(46)-C(48)	1.528(13)	C(78)-H(78)	0.9500
C(46)-H(46A)	0.9800	C(79)-H(79)	0.9500
C(46)-H(46B)	0.9800	C(101)-C(102)	1.430(14)
C(46)-H(46C)	0.9800	C(101)-C(105)	1.482(14)
C(47)-C(48)	1.551(11)	C(101)-C(110)	1.514(15)
C(47)-H(47A)	0.9800	C(101)-Ni(3)	2.178(11)
C(47)-H(47B)	0.9800	C(102)-C(103)	1.419(14)
C(47)-H(47C)	0.9800	C(102)-C(120)	1.507(10)
C(48)-C(49)	1.521(11)	C(102)-Ni(3)	2.131(7)
C(48)-H(48)	1.0000	C(103)-C(104)	1.436(13)
C(49)-Ni(2)	2.141(8)	C(103)-C(130)	1.511(15)
C(50)-C(51)	1.468(13)	C(103)-Ni(3)	2.122(11)
C(50)-C(52)	1.540(12)	C(104)-C(105)	1.430(12)
C(50)-H(50)	1.0000	C(104)-C(140)	1.512(12)
C(51)-H(51A)	0.9800	C(104)-Ni(3)	2.124(8)
C(51)-H(51B)	0.9800	C(105)-C(150)	1.522(11)
C(51)-H(51C)	0.9800	C(105)-Ni(3)	2.128(8)
C(52)-H(52A)	0.9800	C(106)-N(4)	1.487(12)
C(52)-H(52B)	0.9800	C(106)-H(10A)	0.9800
C(52)-H(52C)	0.9800	C(106)-H(10B)	0.9800
C(60)-C(61)	1.368(13)	C(106)-H(10C)	0.9800
C(60)-C(65)	1.461(14)	C(107)-N(4)	1.471(11)
C(61)-C(62)	1.391(14)	C(107)-H(10D)	0.9800
C(61)-H(61)	0.9500	C(107)-H(10E)	0.9800
C(62)-C(63)	1.190(16)	C(107)-H(10F)	0.9800
C(62)-H(62)	0.9500	C(108)-C(170)	1.484(11)
C(63)-C(64)	1.565(16)	C(108)-C(109)	1.500(14)
C(63)-H(63)	0.9500	C(108)-N(4)	1.504(10)
C(64)-C(66)	1.335(15)	C(108)-H(108)	1.0000
C(64)-C(65)	1.412(15)	C(109)-C(149)	1.432(15)
C(65)-C(69)	1.468(16)	C(109)-C(119)	1.463(14)
C(66)-C(67)	1.370(18)	C(109)-Ni(4)	2.182(11)
C(66)-H(66)	0.9500	C(110)-C(160)	1.489(11)
C(67)-C(68)	1.653(15)	C(110)-N(3)	1.492(10)
C(67)-H(67)	0.9500	C(110)-H(110)	1.0000
C(68)-C(69)	1.257(16)	C(111)-N(3)	1.522(12)
C(68)-H(68)	0.9500	C(111)-H(11D)	0.9800
C(69)-H(69)	0.9500	C(111)-H(11E)	0.9800
C(70)-C(71)	1.393(14)	C(111)-H(11F)	0.9800
C(70)-C(75)	1.470(15)	C(112)-N(3)	1.479(11)
C(71)-C(72)	1.385(13)	C(112)-H(11G)	0.9800
C(71)-H(71)	0.9500	C(112)-H(11H)	0.9800
C(72)-C(73)	1.207(15)	C(112)-H(11I)	0.9800
C(72)-H(72)	0.9500	C(116)-C(118)	1.580(12)
C(73)-C(74)	1.542(16)	C(116)-H(11J)	0.9800
C(73)-H(73)	0.9500	C(116)-H(11K)	0.9800
C(74)-C(76)	1.345(16)	C(116)-H(11L)	0.9800
C(74)-C(75)	1.391(15)	C(117)-C(118)	1.560(12)
C(75)-C(79)	1.489(18)	C(117)-H(11M)	0.9800
C(76)-C(77)	1.372(17)	C(117)-H(11N)	0.9800
C(76)-H(76)	0.9500	C(117)-H(11O)	0.9800
C(77)-C(78)	1.656(16)	C(118)-C(119)	1.524(11)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(118)-H(118)	1.0000	C(146)-C(148)	1.534(12)
C(119)-C(129)	1.423(11)	C(146)-H(14G)	0.9800
C(119)-Ni(4)	2.152(7)	C(146)-H(14H)	0.9800
C(120)-C(121)	1.545(12)	C(146)-H(14I)	0.9800
C(120)-C(122)	1.551(11)	C(147)-C(148)	1.527(12)
C(120)-H(120)	1.0000	C(147)-H(14J)	0.9800
C(121)-H(12D)	0.9800	C(147)-H(14K)	0.9800
C(121)-H(12E)	0.9800	C(147)-H(14L)	0.9800
C(121)-H(12F)	0.9800	C(148)-C(149)	1.556(11)
C(122)-H(12G)	0.9800	C(148)-H(148)	1.0000
C(122)-H(12H)	0.9800	C(149)-Ni(4)	2.116(8)
C(122)-H(12I)	0.9800	C(150)-C(152)	1.532(13)
C(126)-C(128)	1.536(13)	C(150)-C(151)	1.604(13)
C(126)-H(12J)	0.9800	C(150)-H(150)	1.0000
C(126)-H(12K)	0.9800	C(151)-H(15A)	0.9800
C(126)-H(12L)	0.9800	C(151)-H(15B)	0.9800
C(127)-C(128)	1.536(13)	C(151)-H(15C)	0.9800
C(127)-H(12M)	0.9800	C(152)-H(15D)	0.9800
C(127)-H(12N)	0.9800	C(152)-H(15E)	0.9800
C(127)-H(12O)	0.9800	C(152)-H(15F)	0.9800
C(128)-C(129)	1.515(12)	C(160)-C(161)	1.371(13)
C(128)-H(128)	1.0000	C(160)-C(165)	1.426(14)
C(129)-C(139)	1.436(13)	C(161)-C(162)	1.426(16)
C(129)-Ni(4)	2.139(8)	C(161)-H(161)	0.9500
C(130)-C(131)	1.514(16)	C(162)-C(163)	1.488(16)
C(130)-C(132)	1.597(14)	C(162)-H(162)	0.9500
C(130)-H(130)	1.0000	C(163)-C(164)	1.308(17)
C(131)-H(13A)	0.9800	C(163)-H(163)	0.9500
C(131)-H(13B)	0.9800	C(164)-C(165)	1.421(16)
C(131)-H(13C)	0.9800	C(164)-C(166)	1.526(16)
C(132)-H(13D)	0.9800	C(165)-C(169)	1.387(15)
C(132)-H(13E)	0.9800	C(166)-C(167)	1.347(18)
C(132)-H(13F)	0.9800	C(166)-H(166)	0.9500
C(136)-C(138)	1.512(15)	C(167)-C(168)	1.141(15)
C(136)-H(13G)	0.9800	C(167)-H(167)	0.9500
C(136)-H(13H)	0.9800	C(168)-C(169)	1.491(14)
C(136)-H(13I)	0.9800	C(168)-H(168)	0.9500
C(137)-C(138)	1.559(13)	C(169)-H(169)	0.9500
C(137)-H(13J)	0.9800	C(170)-C(171)	1.393(14)
C(137)-H(13K)	0.9800	C(170)-C(175)	1.422(14)
C(137)-H(13L)	0.9800	C(171)-C(172)	1.437(14)
C(138)-C(139)	1.499(14)	C(171)-H(171)	0.9500
C(138)-H(138)	1.0000	C(172)-C(173)	1.494(16)
C(139)-C(149)	1.412(12)	C(172)-H(172)	0.9500
C(139)-Ni(4)	2.105(9)	C(173)-C(174)	1.301(18)
C(140)-C(142)	1.527(14)	C(173)-H(173)	0.9500
C(140)-C(141)	1.537(13)	C(174)-C(175)	1.423(17)
C(140)-H(140)	1.0000	C(174)-C(176)	1.530(18)
C(141)-H(14A)	0.9800	C(175)-C(179)	1.384(16)
C(141)-H(14B)	0.9800	C(176)-C(177)	1.36(2)
C(141)-H(14C)	0.9800	C(176)-H(176)	0.9500
C(142)-H(14D)	0.9800	C(177)-C(178)	1.121(17)
C(142)-H(14E)	0.9800	C(177)-H(177)	0.9500
C(142)-H(14F)	0.9800	C(178)-C(179)	1.485(14)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(178)-H(178)	0.9500	N(2)-C(8)-C(70)	113.0(7)
C(179)-H(179)	0.9500	C(9)-C(8)-C(70)	113.8(8)
Br(1)-Ni(1)	2.2483(19)	N(2)-C(8)-H(8)	106.2
Br(2)-Ni(2)	2.244(2)	C(9)-C(8)-H(8)	106.2
Br(3)-Ni(3)	2.242(2)	C(70)-C(8)-H(8)	106.2
Br(4)-Ni(4)	2.236(2)	C(19)-C(9)-C(49)	108.9(8)
		C(19)-C(9)-C(8)	124.0(9)
		C(49)-C(9)-C(8)	126.8(9)
		C(19)-C(9)-Ni(2)	71.4(5)
		C(49)-C(9)-Ni(2)	71.7(5)
		C(8)-C(9)-Ni(2)	127.5(7)
C(5)-C(1)-C(2)	109.1(8)	N(1)-C(10)-C(1)	108.9(7)
C(5)-C(1)-C(10)	125.1(8)	N(1)-C(10)-C(60)	113.3(6)
C(2)-C(1)-C(10)	125.6(9)	C(1)-C(10)-C(60)	115.1(7)
C(5)-C(1)-Ni(1)	71.9(5)	N(1)-C(10)-H(10)	106.3
C(2)-C(1)-Ni(1)	72.0(5)	C(1)-C(10)-H(10)	106.3
C(10)-C(1)-Ni(1)	126.5(6)	C(60)-C(10)-H(10)	106.3
C(3)-C(2)-C(1)	107.9(8)	N(1)-C(11)-H(11A)	109.5
C(3)-C(2)-C(20)	126.6(8)	N(1)-C(11)-H(11B)	109.5
C(1)-C(2)-C(20)	125.4(8)	H(11A)-C(11)-H(11B)	109.5
C(3)-C(2)-Ni(1)	69.6(5)	N(1)-C(11)-H(11C)	109.5
C(1)-C(2)-Ni(1)	67.7(5)	H(11A)-C(11)-H(11C)	109.5
C(20)-C(2)-Ni(1)	126.4(5)	H(11B)-C(11)-H(11C)	109.5
C(2)-C(3)-C(4)	106.8(7)	N(1)-C(12)-H(12A)	109.5
C(2)-C(3)-C(30)	125.5(9)	N(1)-C(12)-H(12B)	109.5
C(4)-C(3)-C(30)	127.5(8)	H(12A)-C(12)-H(12B)	109.5
C(2)-C(3)-Ni(1)	71.0(5)	N(1)-C(12)-H(12C)	109.5
C(4)-C(3)-Ni(1)	70.2(5)	H(12A)-C(12)-H(12C)	109.5
C(30)-C(3)-Ni(1)	127.9(6)	H(12B)-C(12)-H(12C)	109.5
C(5)-C(4)-C(3)	107.3(7)	C(18)-C(16)-H(16A)	109.5
C(5)-C(4)-C(40)	128.6(8)	C(18)-C(16)-H(16B)	109.5
C(3)-C(4)-C(40)	124.1(8)	H(16A)-C(16)-H(16B)	109.5
C(5)-C(4)-Ni(1)	69.6(4)	C(18)-C(16)-H(16C)	109.5
C(3)-C(4)-Ni(1)	68.8(5)	H(16A)-C(16)-H(16C)	109.5
C(40)-C(4)-Ni(1)	126.9(6)	H(16B)-C(16)-H(16C)	109.5
C(1)-C(5)-C(4)	108.7(7)	C(18)-C(17)-H(17A)	109.5
C(1)-C(5)-C(50)	128.0(7)	C(18)-C(17)-H(17B)	109.5
C(4)-C(5)-C(50)	123.2(7)	H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(1)-C(5)-Ni(1)	68.8(5)	C(18)-C(17)-H(17C)	109.5
C(4)-C(5)-Ni(1)	70.9(4)	H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
C(50)-C(5)-Ni(1)	124.6(5)	H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
N(2)-C(6)-H(6A)	109.5	C(16)-C(18)-C(19)	114.7(8)
N(2)-C(6)-H(6B)	109.5	C(16)-C(18)-C(17)	110.8(9)
H(6A)-C(6)-H(6B)	109.5	C(19)-C(18)-C(17)	111.4(7)
N(2)-C(6)-H(6C)	109.5	C(16)-C(18)-H(18)	106.5
H(6A)-C(6)-H(6C)	109.5	C(19)-C(18)-H(18)	106.5
H(6B)-C(6)-H(6C)	109.5	C(17)-C(18)-H(18)	106.5
N(2)-C(7)-H(7A)	109.5	C(9)-C(19)-C(29)	108.1(7)
N(2)-C(7)-H(7B)	109.5	C(9)-C(19)-C(18)	128.9(8)
H(7A)-C(7)-H(7B)	109.5	C(29)-C(19)-C(18)	123.0(7)
N(2)-C(7)-H(7C)	109.5	C(9)-C(19)-Ni(2)	69.6(5)
H(7A)-C(7)-H(7C)	109.5	C(29)-C(19)-Ni(2)	70.3(4)
H(7B)-C(7)-H(7C)	109.5	C(18)-C(19)-Ni(2)	124.5(5)
N(2)-C(8)-C(9)	110.8(7)	C(2)-C(20)-C(22)	113.5(7)

C(2)-C(20)-C(21)	112.7(8)	C(30)-C(32)-H(32B)	109.5
C(22)-C(20)-C(21)	111.3(8)	H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5
C(2)-C(20)-H(20)	106.2	C(30)-C(32)-H(32C)	109.5
C(22)-C(20)-H(20)	106.2	H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5
C(21)-C(20)-H(20)	106.2	H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5
C(20)-C(21)-H(21A)	109.5	C(38)-C(36)-H(36A)	109.5
C(20)-C(21)-H(21B)	109.5	C(38)-C(36)-H(36B)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5	H(36A)-C(36)-H(36B)	109.5
C(20)-C(21)-H(21C)	109.5	C(38)-C(36)-H(36C)	109.5
H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5	H(36A)-C(36)-H(36C)	109.5
H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5	H(36B)-C(36)-H(36C)	109.5
C(20)-C(22)-H(22A)	109.5	C(38)-C(37)-H(37A)	109.5
C(20)-C(22)-H(22B)	109.5	C(38)-C(37)-H(37B)	109.5
H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5	H(37A)-C(37)-H(37B)	109.5
C(20)-C(22)-H(22C)	109.5	C(38)-C(37)-H(37C)	109.5
H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5	H(37A)-C(37)-H(37C)	109.5
H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5	H(37B)-C(37)-H(37C)	109.5
C(28)-C(26)-H(26A)	109.5	C(37)-C(38)-C(39)	112.0(9)
C(28)-C(26)-H(26B)	109.5	C(37)-C(38)-C(36)	115.8(10)
H(26A)-C(26)-H(26B)	109.5	C(39)-C(38)-C(36)	112.0(10)
C(28)-C(26)-H(26C)	109.5	C(37)-C(38)-H(38)	105.3
H(26A)-C(26)-H(26C)	109.5	C(39)-C(38)-H(38)	105.3
H(26B)-C(26)-H(26C)	109.5	C(36)-C(38)-H(38)	105.3
C(28)-C(27)-H(27A)	109.5	C(49)-C(39)-C(29)	107.0(8)
C(28)-C(27)-H(27B)	109.5	C(49)-C(39)-C(38)	127.5(9)
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5	C(29)-C(39)-C(38)	125.2(8)
C(28)-C(27)-H(27C)	109.5	C(49)-C(39)-Ni(2)	71.2(5)
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5	C(29)-C(39)-Ni(2)	70.5(5)
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5	C(38)-C(39)-Ni(2)	127.9(7)
C(26)-C(28)-C(29)	113.5(8)	C(4)-C(40)-C(42)	111.2(7)
C(26)-C(28)-C(27)	113.9(8)	C(4)-C(40)-C(41)	113.4(7)
C(29)-C(28)-C(27)	110.0(7)	C(42)-C(40)-C(41)	112.3(8)
C(26)-C(28)-H(28)	106.3	C(4)-C(40)-H(40)	106.4
C(29)-C(28)-H(28)	106.3	C(42)-C(40)-H(40)	106.4
C(27)-C(28)-H(28)	106.3	C(41)-C(40)-H(40)	106.4
C(19)-C(29)-C(39)	108.2(7)	C(40)-C(41)-H(41A)	109.5
C(19)-C(29)-C(28)	127.3(7)	C(40)-C(41)-H(41B)	109.5
C(39)-C(29)-C(28)	124.5(8)	H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5
C(19)-C(29)-Ni(2)	69.8(4)	C(40)-C(41)-H(41C)	109.5
C(39)-C(29)-Ni(2)	69.6(5)	H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5
C(28)-C(29)-Ni(2)	126.9(6)	H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5
C(32)-C(30)-C(3)	110.3(8)	C(40)-C(42)-H(42A)	109.5
C(32)-C(30)-C(31)	114.4(9)	C(40)-C(42)-H(42B)	109.5
C(3)-C(30)-C(31)	110.5(10)	H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5
C(32)-C(30)-H(30)	107.1	C(40)-C(42)-H(42C)	109.5
C(3)-C(30)-H(30)	107.1	H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5
C(31)-C(30)-H(30)	107.1	H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5
C(30)-C(31)-H(31A)	109.5	C(48)-C(46)-H(46A)	109.5
C(30)-C(31)-H(31B)	109.5	C(48)-C(46)-H(46B)	109.5
H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5	H(46A)-C(46)-H(46B)	109.5
C(30)-C(31)-H(31C)	109.5	C(48)-C(46)-H(46C)	109.5
H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5	H(46A)-C(46)-H(46C)	109.5
H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5	H(46B)-C(46)-H(46C)	109.5
C(30)-C(32)-H(32A)	109.5	C(48)-C(47)-H(47A)	109.5

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(48)-C(47)-H(47B)	109.5	C(64)-C(66)-H(66)	119.7
H(47A)-C(47)-H(47B)	109.5	C(67)-C(66)-H(66)	119.7
C(48)-C(47)-H(47C)	109.5	C(66)-C(67)-C(68)	117.2(10)
H(47A)-C(47)-H(47C)	109.5	C(66)-C(67)-H(67)	121.4
H(47B)-C(47)-H(47C)	109.5	C(68)-C(67)-H(67)	121.4
C(49)-C(48)-C(46)	113.2(7)	C(69)-C(68)-C(67)	115.2(11)
C(49)-C(48)-C(47)	113.2(7)	C(69)-C(68)-H(68)	122.4
C(46)-C(48)-C(47)	110.9(8)	C(67)-C(68)-H(68)	122.4
C(49)-C(48)-H(48)	106.3	C(68)-C(69)-C(65)	126.2(11)
C(46)-C(48)-H(48)	106.3	C(68)-C(69)-H(69)	116.9
C(47)-C(48)-H(48)	106.3	C(65)-C(69)-H(69)	116.9
C(39)-C(49)-C(9)	107.7(8)	C(71)-C(70)-C(75)	117.0(8)
C(39)-C(49)-C(48)	126.2(8)	C(71)-C(70)-C(8)	121.5(8)
C(9)-C(49)-C(48)	126.0(8)	C(75)-C(70)-C(8)	121.3(8)
C(39)-C(49)-Ni(2)	69.2(5)	C(72)-C(71)-C(70)	120.3(9)
C(9)-C(49)-Ni(2)	68.2(5)	C(72)-C(71)-H(71)	119.8
C(48)-C(49)-Ni(2)	124.4(5)	C(70)-C(71)-H(71)	119.8
C(51)-C(50)-C(52)	112.6(8)	C(73)-C(72)-C(71)	123.8(10)
C(51)-C(50)-C(5)	113.2(7)	C(73)-C(72)-H(72)	118.1
C(52)-C(50)-C(5)	110.4(7)	C(71)-C(72)-H(72)	118.1
C(51)-C(50)-H(50)	106.7	C(72)-C(73)-C(74)	124.1(10)
C(52)-C(50)-H(50)	106.7	C(72)-C(73)-H(73)	118.0
C(5)-C(50)-H(50)	106.7	C(74)-C(73)-H(73)	118.0
C(50)-C(51)-H(51A)	109.5	C(76)-C(74)-C(75)	124.8(12)
C(50)-C(51)-H(51B)	109.5	C(76)-C(74)-C(73)	122.7(10)
H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5	C(75)-C(74)-C(73)	112.5(10)
C(50)-C(51)-H(51C)	109.5	C(74)-C(75)-C(70)	122.1(11)
H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5	C(74)-C(75)-C(79)	114.9(10)
H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5	C(70)-C(75)-C(79)	123.0(10)
C(50)-C(52)-H(52A)	109.5	C(74)-C(76)-C(77)	120.9(11)
C(50)-C(52)-H(52B)	109.5	C(74)-C(76)-H(76)	119.6
H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5	C(77)-C(76)-H(76)	119.6
C(50)-C(52)-H(52C)	109.5	C(76)-C(77)-C(78)	116.2(10)
H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5	C(76)-C(77)-H(77)	121.9
H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5	C(78)-C(77)-H(77)	121.9
C(61)-C(60)-C(65)	117.9(8)	C(79)-C(78)-C(77)	116.1(14)
C(61)-C(60)-C(10)	122.5(8)	C(79)-C(78)-H(78)	122.0
C(65)-C(60)-C(10)	119.3(8)	C(77)-C(78)-H(78)	122.0
C(60)-C(61)-C(62)	121.4(9)	C(78)-C(79)-C(75)	127.0(13)
C(60)-C(61)-H(61)	119.3	C(78)-C(79)-H(79)	116.5
C(62)-C(61)-H(61)	119.3	C(75)-C(79)-H(79)	116.5
C(63)-C(62)-C(61)	123.0(11)	C(102)-C(101)-C(105)	107.2(9)
C(63)-C(62)-H(62)	118.5	C(102)-C(101)-C(110)	130.0(9)
C(61)-C(62)-H(62)	118.5	C(105)-C(101)-C(110)	122.6(9)
C(62)-C(63)-C(64)	124.4(10)	C(102)-C(101)-Ni(3)	68.9(5)
C(62)-C(63)-H(63)	117.8	C(105)-C(101)-Ni(3)	68.1(5)
C(64)-C(63)-H(63)	117.8	C(110)-C(101)-Ni(3)	124.9(7)
C(66)-C(64)-C(65)	125.3(11)	C(103)-C(102)-C(101)	108.2(8)
C(66)-C(64)-C(63)	123.0(10)	C(103)-C(102)-C(120)	127.7(8)
C(65)-C(64)-C(63)	111.7(9)	C(101)-C(102)-C(120)	124.0(8)
C(64)-C(65)-C(60)	121.1(10)	C(103)-C(102)-Ni(3)	70.2(5)
C(64)-C(65)-C(69)	115.2(10)	C(101)-C(102)-Ni(3)	72.4(5)
C(60)-C(65)-C(69)	123.5(9)	C(120)-C(102)-Ni(3)	126.6(6)
C(64)-C(66)-C(67)	120.5(11)	C(102)-C(103)-C(104)	109.5(8)

C(102)-C(103)-C(130)	124.0(9)	N(3)-C(112)-H(11H)	109.5
C(104)-C(103)-C(130)	126.4(9)	H(11G)-C(112)-H(11H)	109.5
C(102)-C(103)-Ni(3)	70.9(5)	N(3)-C(112)-H(11I)	109.5
C(104)-C(103)-Ni(3)	70.3(5)	H(11G)-C(112)-H(11I)	109.5
C(130)-C(103)-Ni(3)	121.5(7)	H(11H)-C(112)-H(11I)	109.5
C(105)-C(104)-C(103)	107.7(7)	C(118)-C(116)-H(11J)	109.5
C(105)-C(104)-C(140)	126.9(8)	C(118)-C(116)-H(11K)	109.5
C(103)-C(104)-C(140)	125.4(9)	H(11J)-C(116)-H(11K)	109.5
C(105)-C(104)-Ni(3)	70.5(5)	C(118)-C(116)-H(11L)	109.5
C(103)-C(104)-Ni(3)	70.2(5)	H(11J)-C(116)-H(11L)	109.5
C(140)-C(104)-Ni(3)	126.8(6)	H(11K)-C(116)-H(11L)	109.5
C(104)-C(105)-C(101)	107.3(8)	C(118)-C(117)-H(11M)	109.5
C(104)-C(105)-C(150)	124.3(7)	C(118)-C(117)-H(11N)	109.5
C(101)-C(105)-C(150)	128.3(8)	H(11M)-C(117)-H(11N)	109.5
C(104)-C(105)-Ni(3)	70.2(4)	C(118)-C(117)-H(11O)	109.5
C(101)-C(105)-Ni(3)	71.7(5)	H(11M)-C(117)-H(11O)	109.5
C(150)-C(105)-Ni(3)	126.0(5)	H(11N)-C(117)-H(11O)	109.5
N(4)-C(106)-H(10A)	109.5	C(119)-C(118)-C(117)	112.8(7)
N(4)-C(106)-H(10B)	109.5	C(119)-C(118)-C(116)	115.5(7)
H(10A)-C(106)-H(10B)	109.5	C(117)-C(118)-C(116)	109.8(8)
N(4)-C(106)-H(10C)	109.5	C(119)-C(118)-H(118)	106.0
H(10A)-C(106)-H(10C)	109.5	C(117)-C(118)-H(118)	106.0
H(10B)-C(106)-H(10C)	109.5	C(116)-C(118)-H(118)	106.0
N(4)-C(107)-H(10D)	109.5	C(129)-C(119)-C(109)	108.9(8)
N(4)-C(107)-H(10E)	109.5	C(129)-C(119)-C(118)	124.8(7)
H(10D)-C(107)-H(10E)	109.5	C(109)-C(119)-C(118)	126.3(8)
N(4)-C(107)-H(10F)	109.5	C(129)-C(119)-Ni(4)	70.2(4)
H(10D)-C(107)-H(10F)	109.5	C(109)-C(119)-Ni(4)	71.4(5)
H(10E)-C(107)-H(10F)	109.5	C(118)-C(119)-Ni(4)	124.7(5)
C(170)-C(108)-C(109)	110.7(7)	C(102)-C(120)-C(121)	111.9(6)
C(170)-C(108)-N(4)	116.3(7)	C(102)-C(120)-C(122)	114.9(7)
C(109)-C(108)-N(4)	110.6(7)	C(121)-C(120)-C(122)	110.4(7)
C(170)-C(108)-H(108)	106.2	C(102)-C(120)-H(120)	106.3
C(109)-C(108)-H(108)	106.2	C(121)-C(120)-H(120)	106.3
N(4)-C(108)-H(108)	106.2	C(122)-C(120)-H(120)	106.3
C(149)-C(109)-C(119)	106.0(9)	C(120)-C(121)-H(12D)	109.5
C(149)-C(109)-C(108)	128.1(9)	C(120)-C(121)-H(12E)	109.5
C(119)-C(109)-C(108)	125.7(10)	H(12D)-C(121)-H(12E)	109.5
C(149)-C(109)-Ni(4)	68.0(5)	C(120)-C(121)-H(12F)	109.5
C(119)-C(109)-Ni(4)	69.2(5)	H(12D)-C(121)-H(12F)	109.5
C(108)-C(109)-Ni(4)	123.6(7)	H(12E)-C(121)-H(12F)	109.5
C(160)-C(110)-N(3)	115.0(6)	C(120)-C(122)-H(12G)	109.5
C(160)-C(110)-C(101)	111.1(7)	C(120)-C(122)-H(12H)	109.5
N(3)-C(110)-C(101)	109.8(7)	H(12G)-C(122)-H(12H)	109.5
C(160)-C(110)-H(110)	106.8	C(120)-C(122)-H(12I)	109.5
N(3)-C(110)-H(110)	106.8	H(12G)-C(122)-H(12I)	109.5
C(101)-C(110)-H(110)	106.8	H(12H)-C(122)-H(12I)	109.5
N(3)-C(111)-H(11D)	109.5	C(128)-C(126)-H(12J)	109.5
N(3)-C(111)-H(11E)	109.5	C(128)-C(126)-H(12K)	109.5
H(11D)-C(111)-H(11E)	109.5	H(12J)-C(126)-H(12K)	109.5
N(3)-C(111)-H(11F)	109.5	C(128)-C(126)-H(12L)	109.5
H(11D)-C(111)-H(11F)	109.5	H(12J)-C(126)-H(12L)	109.5
H(11E)-C(111)-H(11F)	109.5	H(12K)-C(126)-H(12L)	109.5
N(3)-C(112)-H(11G)	109.5	C(128)-C(127)-H(12M)	109.5

C(128)-C(127)-H(12N)	109.5	C(149)-C(139)-C(138)	126.5(9)
H(12M)-C(127)-H(12N)	109.5	C(129)-C(139)-C(138)	124.4(9)
C(128)-C(127)-H(12O)	109.5	C(149)-C(139)-Ni(4)	70.9(5)
H(12M)-C(127)-H(12O)	109.5	C(129)-C(139)-Ni(4)	71.5(5)
H(12N)-C(127)-H(12O)	109.5	C(138)-C(139)-Ni(4)	123.5(6)
C(129)-C(128)-C(126)	113.8(8)	C(104)-C(140)-C(142)	112.1(8)
C(129)-C(128)-C(127)	111.0(8)	C(104)-C(140)-C(141)	115.1(9)
C(126)-C(128)-C(127)	112.5(8)	C(142)-C(140)-C(141)	110.1(8)
C(129)-C(128)-H(128)	106.3	C(104)-C(140)-H(140)	106.3
C(126)-C(128)-H(128)	106.3	C(142)-C(140)-H(140)	106.3
C(127)-C(128)-H(128)	106.3	C(141)-C(140)-H(140)	106.3
C(119)-C(129)-C(139)	106.9(7)	C(140)-C(141)-H(14A)	109.5
C(119)-C(129)-C(128)	127.2(8)	C(140)-C(141)-H(14B)	109.5
C(139)-C(129)-C(128)	125.9(8)	H(14A)-C(141)-H(14B)	109.5
C(119)-C(129)-Ni(4)	71.1(4)	C(140)-C(141)-H(14C)	109.5
C(139)-C(129)-Ni(4)	69.0(5)	H(14A)-C(141)-H(14C)	109.5
C(128)-C(129)-Ni(4)	126.8(6)	H(14B)-C(141)-H(14C)	109.5
C(103)-C(130)-C(131)	115.9(9)	C(140)-C(142)-H(14D)	109.5
C(103)-C(130)-C(132)	108.7(9)	C(140)-C(142)-H(14E)	109.5
C(131)-C(130)-C(132)	110.9(10)	H(14D)-C(142)-H(14E)	109.5
C(103)-C(130)-H(130)	107.0	C(140)-C(142)-H(14F)	109.5
C(131)-C(130)-H(130)	107.0	H(14D)-C(142)-H(14F)	109.5
C(132)-C(130)-H(130)	107.0	H(14E)-C(142)-H(14F)	109.5
C(130)-C(131)-H(13A)	109.5	C(148)-C(146)-H(14G)	109.5
C(130)-C(131)-H(13B)	109.5	C(148)-C(146)-H(14H)	109.5
H(13A)-C(131)-H(13B)	109.5	H(14G)-C(146)-H(14H)	109.5
C(130)-C(131)-H(13C)	109.5	C(148)-C(146)-H(14I)	109.5
H(13A)-C(131)-H(13C)	109.5	H(14G)-C(146)-H(14I)	109.5
H(13B)-C(131)-H(13C)	109.5	H(14H)-C(146)-H(14I)	109.5
C(130)-C(132)-H(13D)	109.5	C(148)-C(147)-H(14J)	109.5
C(130)-C(132)-H(13E)	109.5	C(148)-C(147)-H(14K)	109.5
H(13D)-C(132)-H(13E)	109.5	H(14J)-C(147)-H(14K)	109.5
C(130)-C(132)-H(13F)	109.5	C(148)-C(147)-H(14L)	109.5
H(13D)-C(132)-H(13F)	109.5	H(14J)-C(147)-H(14L)	109.5
H(13E)-C(132)-H(13F)	109.5	H(14K)-C(147)-H(14L)	109.5
C(138)-C(136)-H(13G)	109.5	C(147)-C(148)-C(146)	111.9(8)
C(138)-C(136)-H(13H)	109.5	C(147)-C(148)-C(149)	114.2(7)
H(13G)-C(136)-H(13H)	109.5	C(146)-C(148)-C(149)	111.8(7)
C(138)-C(136)-H(13I)	109.5	C(147)-C(148)-H(148)	106.1
H(13G)-C(136)-H(13I)	109.5	C(146)-C(148)-H(148)	106.1
H(13H)-C(136)-H(13I)	109.5	C(149)-C(148)-H(148)	106.1
C(138)-C(137)-H(13J)	109.5	C(139)-C(149)-C(109)	109.0(8)
C(138)-C(137)-H(13K)	109.5	C(139)-C(149)-C(148)	126.9(8)
H(13J)-C(137)-H(13K)	109.5	C(109)-C(149)-C(148)	124.0(8)
C(138)-C(137)-H(13L)	109.5	C(139)-C(149)-Ni(4)	70.1(5)
H(13J)-C(137)-H(13L)	109.5	C(109)-C(149)-Ni(4)	73.1(5)
H(13K)-C(137)-H(13L)	109.5	C(148)-C(149)-Ni(4)	125.8(5)
C(139)-C(138)-C(136)	116.2(9)	C(105)-C(150)-C(152)	115.3(7)
C(139)-C(138)-C(137)	112.6(8)	C(105)-C(150)-C(151)	113.6(7)
C(136)-C(138)-C(137)	110.9(9)	C(152)-C(150)-C(151)	109.8(8)
C(139)-C(138)-H(138)	105.4	C(105)-C(150)-H(150)	105.8
C(136)-C(138)-H(138)	105.4	C(152)-C(150)-H(150)	105.8
C(137)-C(138)-H(138)	105.4	C(151)-C(150)-H(150)	105.8
C(149)-C(139)-C(129)	109.1(8)	C(150)-C(151)-H(15A)	109.5

C(150)-C(151)-H(15B)	109.5	C(173)-C(174)-C(176)	120.4(12)
H(15A)-C(151)-H(15B)	109.5	C(175)-C(174)-C(176)	112.8(12)
C(150)-C(151)-H(15C)	109.5	C(179)-C(175)-C(170)	121.5(9)
H(15A)-C(151)-H(15C)	109.5	C(179)-C(175)-C(174)	120.2(10)
H(15B)-C(151)-H(15C)	109.5	C(170)-C(175)-C(174)	118.2(10)
C(150)-C(152)-H(15D)	109.5	C(177)-C(176)-C(174)	120.5(11)
C(150)-C(152)-H(15E)	109.5	C(177)-C(176)-H(176)	119.8
H(15D)-C(152)-H(15E)	109.5	C(174)-C(176)-H(176)	119.8
C(150)-C(152)-H(15F)	109.5	C(178)-C(177)-C(176)	124.3(13)
H(15D)-C(152)-H(15F)	109.5	C(178)-C(177)-H(177)	117.8
H(15E)-C(152)-H(15F)	109.5	C(176)-C(177)-H(177)	117.8
C(161)-C(160)-C(165)	118.9(8)	C(177)-C(178)-C(179)	124.2(13)
C(161)-C(160)-C(110)	122.0(8)	C(177)-C(178)-H(178)	117.9
C(165)-C(160)-C(110)	119.1(8)	C(179)-C(178)-H(178)	117.9
C(160)-C(161)-C(162)	123.4(9)	C(175)-C(179)-C(178)	117.6(10)
C(160)-C(161)-H(161)	118.3	C(175)-C(179)-H(179)	121.2
C(162)-C(161)-H(161)	118.3	C(178)-C(179)-H(179)	121.2
C(161)-C(162)-C(163)	117.0(11)	C(12)-N(1)-C(11)	113.2(8)
C(161)-C(162)-H(162)	121.5	C(12)-N(1)-C(10)	117.7(7)
C(163)-C(162)-H(162)	121.5	C(11)-N(1)-C(10)	112.3(7)
C(164)-C(163)-C(162)	116.7(11)	C(6)-N(2)-C(7)	111.9(7)
C(164)-C(163)-H(163)	121.7	C(6)-N(2)-C(8)	111.2(7)
C(162)-C(163)-H(163)	121.7	C(7)-N(2)-C(8)	117.7(6)
C(163)-C(164)-C(165)	127.4(11)	C(112)-N(3)-C(110)	117.7(7)
C(163)-C(164)-C(166)	118.2(11)	C(112)-N(3)-C(111)	108.5(7)
C(165)-C(164)-C(166)	114.4(11)	C(110)-N(3)-C(111)	112.1(7)
C(169)-C(165)-C(164)	120.1(10)	C(107)-N(4)-C(106)	109.4(7)
C(169)-C(165)-C(160)	123.4(9)	C(107)-N(4)-C(108)	119.0(7)
C(164)-C(165)-C(160)	116.6(10)	C(106)-N(4)-C(108)	113.4(7)
C(167)-C(166)-C(164)	119.4(10)	C(1)-Ni(1)-C(3)	67.6(4)
C(167)-C(166)-H(166)	120.3	C(1)-Ni(1)-C(5)	39.3(4)
C(164)-C(166)-H(166)	120.3	C(3)-Ni(1)-C(5)	67.6(3)
C(168)-C(167)-C(166)	125.1(12)	C(1)-Ni(1)-C(2)	40.2(4)
C(168)-C(167)-H(167)	117.4	C(3)-Ni(1)-C(2)	39.4(3)
C(166)-C(167)-H(167)	117.4	C(5)-Ni(1)-C(2)	66.4(3)
C(167)-C(168)-C(169)	123.9(12)	C(1)-Ni(1)-C(4)	66.6(4)
C(167)-C(168)-H(168)	118.0	C(3)-Ni(1)-C(4)	41.0(3)
C(169)-C(168)-H(168)	118.0	C(5)-Ni(1)-C(4)	39.4(3)
C(165)-C(169)-C(168)	117.1(9)	C(2)-Ni(1)-C(4)	66.7(3)
C(165)-C(169)-H(169)	121.4	C(1)-Ni(1)-Br(1)	149.9(3)
C(168)-C(169)-H(169)	121.4	C(3)-Ni(1)-Br(1)	140.9(3)
C(171)-C(170)-C(175)	117.8(8)	C(5)-Ni(1)-Br(1)	143.2(2)
C(171)-C(170)-C(108)	121.3(9)	C(2)-Ni(1)-Br(1)	149.2(2)
C(175)-C(170)-C(108)	120.8(8)	C(4)-Ni(1)-Br(1)	138.3(2)
C(170)-C(171)-C(172)	122.9(10)	C(9)-Ni(2)-C(39)	67.5(4)
C(170)-C(171)-H(171)	118.5	C(9)-Ni(2)-C(19)	39.0(4)
C(172)-C(171)-H(171)	118.5	C(39)-Ni(2)-C(19)	67.3(3)
C(171)-C(172)-C(173)	117.2(10)	C(9)-Ni(2)-C(29)	66.4(4)
C(171)-C(172)-H(172)	121.4	C(39)-Ni(2)-C(29)	40.0(3)
C(173)-C(172)-H(172)	121.4	C(19)-Ni(2)-C(29)	39.9(3)
C(174)-C(173)-C(172)	117.1(10)	C(9)-Ni(2)-C(49)	40.1(4)
C(174)-C(173)-H(173)	121.5	C(39)-Ni(2)-C(49)	39.7(3)
C(172)-C(173)-H(173)	121.5	C(19)-Ni(2)-C(49)	66.1(3)
C(173)-C(174)-C(175)	126.7(11)	C(29)-Ni(2)-C(49)	66.0(3)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(9)-Ni(2)-Br(2)	151.0(3)
C(39)-Ni(2)-Br(2)	139.6(3)
C(19)-Ni(2)-Br(2)	144.8(2)
C(29)-Ni(2)-Br(2)	138.7(2)
C(49)-Ni(2)-Br(2)	148.2(2)
C(103)-Ni(3)-C(104)	39.6(4)
C(103)-Ni(3)-C(105)	66.0(3)
C(104)-Ni(3)-C(105)	39.3(3)
C(103)-Ni(3)-C(102)	39.0(4)
C(104)-Ni(3)-C(102)	66.5(3)
C(105)-Ni(3)-C(102)	66.8(3)
C(103)-Ni(3)-C(101)	64.9(4)
C(104)-Ni(3)-C(101)	66.1(4)
C(105)-Ni(3)-C(101)	40.3(3)
C(102)-Ni(3)-C(101)	38.7(4)
C(103)-Ni(3)-Br(3)	142.5(3)
C(104)-Ni(3)-Br(3)	139.3(2)
C(105)-Ni(3)-Br(3)	143.5(2)
C(102)-Ni(3)-Br(3)	148.4(3)
C(101)-Ni(3)-Br(3)	150.5(3)
C(139)-Ni(4)-C(149)	39.1(3)
C(139)-Ni(4)-C(129)	39.5(3)
C(149)-Ni(4)-C(129)	66.1(3)
C(139)-Ni(4)-C(119)	65.3(3)
C(149)-Ni(4)-C(119)	65.6(3)
C(129)-Ni(4)-C(119)	38.7(3)
C(139)-Ni(4)-C(109)	65.4(4)
C(149)-Ni(4)-C(109)	38.9(4)
C(129)-Ni(4)-C(109)	65.8(3)
C(119)-Ni(4)-C(109)	39.5(4)
C(139)-Ni(4)-Br(4)	143.1(3)
C(149)-Ni(4)-Br(4)	150.3(2)
C(129)-Ni(4)-Br(4)	138.5(2)
C(119)-Ni(4)-Br(4)	142.8(3)
C(109)-Ni(4)-Br(4)	150.3(3)

Anisotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 47 (09174o).

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2[(h a^*)^2 U_{11} + \dots + 2h k a^* b^* U_{12}]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	27(5)	20(4)	17(5)	4(4)	6(4)	15(4)
C(2)	24(4)	28(4)	33(5)	1(4)	3(4)	6(4)
C(3)	25(5)	35(5)	26(5)	4(4)	1(4)	19(4)
C(4)	31(4)	22(4)	36(5)	-7(3)	5(4)	0(3)
C(5)	23(4)	22(4)	31(5)	4(3)	4(3)	1(3)
C(6)	41(6)	39(5)	96(9)	19(5)	49(7)	7(5)
C(7)	21(5)	23(4)	89(9)	2(5)	11(5)	-11(4)
C(8)	22(4)	38(5)	47(6)	1(4)	4(4)	11(4)
C(9)	32(5)	18(4)	20(5)	8(4)	6(4)	14(4)
C(10)	18(4)	32(4)	34(5)	-9(4)	-1(3)	-3(4)
C(11)	42(6)	21(5)	83(9)	-26(5)	-7(5)	-2(4)
C(12)	30(5)	25(4)	72(8)	7(5)	12(5)	-12(4)
C(16)	45(6)	52(7)	36(6)	3(5)	-2(5)	2(5)
C(17)	25(5)	36(5)	55(7)	-20(5)	-19(5)	-7(4)
C(18)	27(4)	27(4)	47(6)	-1(4)	1(4)	-6(4)
C(19)	23(4)	20(4)	43(5)	-1(3)	13(4)	1(3)
C(20)	31(5)	41(5)	41(6)	3(4)	3(4)	-3(4)
C(21)	49(8)	42(6)	66(9)	-8(5)	13(7)	-6(5)
C(22)	41(5)	55(5)	53(6)	0(5)	20(5)	2(4)
C(26)	40(5)	31(5)	58(7)	14(4)	2(5)	7(4)
C(27)	29(5)	42(5)	59(7)	9(5)	10(5)	3(4)
C(28)	42(6)	29(5)	41(6)	7(4)	4(5)	-3(4)
C(29)	18(4)	28(4)	35(5)	-1(4)	2(4)	10(3)
C(30)	28(5)	36(6)	32(6)	9(5)	-9(4)	5(4)
C(31)	52(7)	52(6)	39(7)	10(5)	-2(5)	24(5)
C(32)	47(5)	48(5)	34(5)	1(4)	4(4)	2(4)
C(36)	44(6)	28(5)	41(6)	0(4)	-4(5)	7(4)
C(37)	48(5)	48(5)	34(5)	-3(4)	8(4)	0(4)
C(38)	32(6)	33(6)	32(6)	5(5)	-13(5)	-5(5)
C(39)	20(4)	29(5)	37(5)	4(4)	4(4)	12(4)
C(40)	28(5)	33(5)	37(5)	-5(4)	5(4)	-2(4)
C(41)	25(4)	42(5)	60(6)	-4(4)	2(4)	0(4)
C(42)	37(5)	28(4)	64(7)	-6(4)	-4(5)	3(4)
C(46)	41(6)	46(6)	69(8)	-17(6)	23(5)	-17(5)
C(47)	53(6)	27(4)	50(6)	-2(4)	9(5)	-1(4)
C(48)	38(4)	32(5)	41(5)	-2(4)	0(4)	-5(4)
C(49)	19(4)	25(4)	35(5)	3(4)	1(4)	-1(3)
C(50)	25(4)	30(4)	45(5)	1(4)	12(4)	-7(4)
C(51)	47(6)	40(5)	41(6)	2(4)	14(5)	-9(5)
C(52)	51(6)	30(5)	53(7)	16(5)	11(5)	2(4)
C(60)	21(4)	28(4)	34(5)	-3(4)	0(4)	-4(4)
C(61)	13(4)	34(5)	40(5)	4(4)	4(4)	-4(4)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(62)	34(5)	32(5)	43(7)	-14(4)	17(5)	5(4)
C(63)	44(6)	24(5)	64(8)	5(5)	28(6)	16(4)
C(64)	8(4)	19(4)	45(6)	-3(4)	2(4)	1(3)
C(65)	25(5)	36(5)	37(6)	-4(4)	8(4)	-3(4)
C(66)	39(6)	26(5)	46(7)	2(5)	12(6)	-6(4)
C(67)	31(5)	29(5)	51(7)	16(5)	-20(5)	0(4)
C(68)	33(5)	23(4)	45(7)	2(4)	5(5)	4(4)
C(69)	36(5)	29(5)	50(7)	-6(4)	-3(5)	-10(4)
C(70)	30(5)	26(5)	47(6)	3(4)	3(4)	5(4)
C(71)	47(6)	25(5)	41(6)	10(4)	11(5)	20(4)
C(72)	24(5)	17(4)	51(6)	-4(4)	29(5)	-5(4)
C(73)	15(4)	31(5)	57(7)	-14(5)	6(5)	-1(4)
C(74)	21(5)	19(5)	59(8)	10(4)	18(5)	13(4)
C(75)	43(6)	26(5)	35(6)	9(4)	8(4)	-2(4)
C(76)	29(5)	26(5)	48(6)	12(4)	10(5)	-8(4)
C(77)	9(4)	36(5)	46(6)	7(4)	-2(4)	3(3)
C(78)	40(6)	43(6)	55(8)	12(5)	-1(6)	-12(5)
C(79)	50(7)	47(6)	54(8)	22(5)	8(6)	15(5)
C(101)	12(4)	28(5)	45(7)	-7(4)	4(4)	-1(4)
C(102)	28(4)	17(4)	47(6)	-10(4)	4(4)	6(3)
C(103)	30(5)	37(5)	38(6)	-5(4)	-3(5)	9(4)
C(104)	20(4)	25(4)	48(6)	6(4)	10(4)	-1(3)
C(105)	18(4)	24(4)	42(5)	-2(3)	6(3)	6(3)
C(106)	33(5)	55(6)	34(6)	-17(5)	0(4)	13(4)
C(107)	21(5)	34(5)	62(8)	-15(5)	-3(5)	-6(4)
C(108)	24(4)	26(4)	41(5)	-3(4)	8(4)	-4(4)
C(109)	24(5)	15(4)	44(7)	-4(4)	-3(4)	0(4)
C(110)	30(4)	26(4)	29(5)	5(3)	12(4)	-1(4)
C(111)	65(8)	42(5)	55(7)	11(5)	29(6)	9(5)
C(112)	54(6)	28(5)	62(7)	16(5)	18(6)	-2(4)
C(116)	31(5)	42(5)	50(6)	-6(4)	25(5)	3(4)
C(117)	17(5)	36(5)	95(9)	3(6)	2(5)	-3(4)
C(118)	24(4)	35(5)	51(6)	-1(4)	12(4)	3(4)
C(119)	28(4)	14(3)	48(5)	5(3)	5(4)	3(3)
C(120)	23(4)	28(4)	45(5)	-2(4)	6(3)	1(3)
C(121)	32(5)	41(5)	63(7)	0(5)	3(5)	-7(5)
C(122)	44(5)	43(5)	43(6)	-7(4)	15(4)	-1(4)
C(126)	23(4)	38(4)	66(7)	4(4)	8(4)	5(4)
C(127)	41(5)	36(5)	71(7)	-19(5)	8(5)	-12(4)
C(128)	31(5)	38(5)	55(7)	-11(5)	8(5)	0(4)
C(129)	28(4)	20(4)	36(5)	0(3)	0(4)	5(3)
C(130)	41(6)	24(5)	30(6)	-8(4)	14(5)	3(4)
C(131)	48(7)	54(6)	36(7)	-5(5)	-11(5)	20(5)
C(132)	47(5)	46(5)	42(6)	2(4)	10(4)	6(4)
C(136)	43(6)	41(6)	33(6)	11(4)	7(5)	4(5)
C(137)	44(5)	49(5)	39(5)	-9(4)	3(4)	10(4)
C(138)	32(5)	32(5)	19(5)	-3(4)	9(4)	5(4)
C(139)	28(5)	26(5)	34(5)	-1(4)	5(4)	3(4)
C(140)	29(5)	24(4)	56(7)	2(4)	11(5)	-2(4)
C(141)	43(5)	30(4)	50(6)	8(4)	9(5)	11(4)
C(142)	50(7)	37(5)	66(7)	14(5)	34(6)	0(4)
C(146)	42(7)	28(5)	74(9)	0(5)	28(6)	-13(4)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(147)	36(5)	51(5)	53(6)	1(4)	16(4)	-1(4)
C(148)	29(4)	37(4)	31(5)	6(4)	2(4)	-7(4)
C(149)	22(4)	16(4)	45(6)	-1(3)	10(4)	3(3)
C(150)	34(5)	25(4)	36(5)	5(4)	1(4)	-5(4)
C(151)	51(6)	25(5)	48(6)	-25(4)	12(5)	-9(4)
C(152)	34(5)	33(5)	77(9)	19(5)	13(5)	5(4)
C(160)	22(4)	29(5)	35(5)	4(4)	12(4)	8(4)
C(161)	16(4)	45(6)	41(6)	-5(4)	3(4)	-8(4)
C(162)	43(6)	59(7)	54(8)	-8(6)	-12(5)	8(6)
C(163)	26(4)	25(4)	31(5)	13(4)	-11(4)	1(4)
C(164)	31(5)	26(5)	49(7)	12(5)	-4(5)	-19(4)
C(165)	11(4)	26(5)	44(6)	3(4)	-1(4)	2(4)
C(166)	22(5)	36(6)	59(9)	13(5)	-16(5)	10(4)
C(167)	17(5)	45(6)	36(6)	14(4)	4(4)	5(4)
C(168)	44(6)	32(5)	19(5)	12(4)	4(4)	-2(5)
C(169)	13(4)	26(4)	28(5)	5(3)	-4(3)	-9(3)
C(170)	22(4)	21(4)	55(6)	4(4)	19(4)	2(4)
C(171)	59(6)	25(5)	42(6)	4(4)	8(5)	10(5)
C(172)	30(5)	27(5)	54(7)	6(4)	9(5)	-9(4)
C(173)	8(4)	29(5)	63(7)	8(5)	-15(4)	-6(3)
C(174)	46(6)	33(5)	39(7)	17(5)	-6(5)	-10(5)
C(175)	29(5)	21(5)	39(6)	13(4)	-4(4)	9(4)
C(176)	24(6)	41(7)	93(12)	28(7)	-19(7)	10(5)
C(177)	31(6)	67(8)	36(6)	20(6)	4(5)	-15(6)
C(178)	22(5)	46(6)	25(5)	12(4)	-5(4)	0(5)
C(179)	34(5)	45(5)	16(5)	17(4)	0(4)	6(4)
N(1)	28(4)	24(3)	40(4)	-4(3)	1(3)	-6(3)
N(2)	31(4)	32(4)	38(4)	9(3)	14(3)	-1(3)
N(3)	26(4)	37(4)	53(5)	2(3)	14(3)	5(3)
N(4)	29(4)	22(3)	40(4)	-1(3)	-4(3)	-1(3)
Br(1)	42(1)	30(1)	72(1)	-5(1)	14(1)	12(1)
Br(2)	35(1)	44(1)	80(1)	3(1)	23(1)	16(1)
Br(3)	36(1)	41(1)	84(1)	6(1)	26(1)	12(1)
Br(4)	41(1)	32(1)	75(1)	-6(1)	13(1)	9(1)
Ni(1)	24(1)	19(1)	37(1)	-1(1)	7(1)	12(1)
Ni(2)	18(1)	26(1)	39(1)	1(1)	8(1)	14(1)
Ni(3)	28(1)	28(1)	40(1)	-1(1)	5(1)	-6(1)
Ni(4)	32(1)	24(1)	36(1)	-1(1)	2(1)	-5(1)

Hydrogen coordinates [$\times 10^4$] and isotropic displacement parameters [$\text{\AA}^2 \times 10^3$] for 47 (09174o).

	x	y	z	U(eq)
H(6A)	2304	-5775	3990	82
H(6B)	2763	-5060	3860	82
H(6C)	3089	-5478	4234	82
H(7A)	3547	-7191	3822	66
H(7B)	2806	-7014	4000	66
H(7C)	3653	-6795	4209	66
H(8)	4115	-5303	3923	43
H(10)	3996	-403	3918	34
H(11A)	4347	882	4213	76
H(11B)	3639	845	3882	76
H(11C)	4285	1504	3896	76
H(12A)	5612	1043	3815	63
H(12B)	5705	126	3779	63
H(12C)	5558	491	4149	63
H(16A)	3805	-3445	3775	68
H(16B)	4631	-3378	4033	68
H(16C)	4140	-4160	4025	68
H(17A)	5727	-4084	3928	63
H(17B)	5717	-4519	3554	63
H(17C)	5325	-4916	3859	63
H(18)	4781	-3571	3453	42
H(20)	4952	289	3189	46
H(21A)	3999	1281	2689	78
H(21B)	4906	1430	2817	78
H(21C)	4337	1466	3102	78
H(22A)	4952	-622	2707	72
H(22B)	5471	133	2686	72
H(22C)	4639	61	2433	72
H(26A)	3261	-2909	2872	66
H(26B)	3962	-2445	2753	66
H(26C)	4062	-2814	3146	66
H(27A)	5290	-3596	2996	64
H(27B)	5131	-3179	2612	64
H(27C)	5141	-4105	2637	64
H(28)	3849	-3674	2499	45
H(30)	3502	283	2328	40
H(31A)	2261	680	2004	73
H(31B)	2367	991	2407	73
H(31C)	1837	249	2288	73
H(32A)	3520	-1016	2199	65
H(32B)	2906	-622	1887	65
H(32C)	2613	-1101	2199	65
H(36A)	2746	-3828	2295	58
H(36B)	2061	-4327	2408	58

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(36C)	2228	-4378	2007	58
H(37A)	3994	-4692	2178	65
H(37B)	3377	-5165	1896	65
H(37C)	3913	-5609	2220	65
H(38)	2716	-5485	2345	42
H(40)	1773	-804	2520	39
H(41A)	1185	-761	3175	64
H(41B)	668	-777	2781	64
H(41C)	1188	-35	2913	64
H(42A)	2244	-2049	2673	67
H(42B)	1324	-2027	2644	67
H(42C)	1877	-2029	3029	67
H(46A)	1922	-5964	3141	76
H(46B)	1806	-6721	2894	76
H(46C)	1893	-5890	2718	76
H(47A)	3014	-6573	2454	65
H(47B)	2907	-7335	2680	65
H(47C)	3730	-6912	2733	65
H(48)	3084	-6625	3215	45
H(50)	2098	-1349	3488	39
H(51A)	2061	-846	4023	63
H(51B)	2180	-128	3771	63
H(51C)	2897	-457	4052	63
H(52A)	3573	-1637	3927	66
H(52B)	3221	-2153	3586	66
H(52C)	2801	-2131	3927	66
H(61)	4839	-1252	3248	35
H(62)	5699	-2276	3332	42
H(63)	6354	-2557	3832	50
H(66)	6631	-2403	4515	44
H(67)	6465	-1746	5035	48
H(68)	5281	-765	4975	41
H(69)	4761	-418	4426	47
H(71)	4568	-6547	3243	45
H(72)	5560	-7441	3314	34
H(73)	6313	-7629	3804	42
H(76)	6699	-7393	4474	40
H(77)	6572	-6711	4995	37
H(78)	5340	-5794	4951	56
H(79)	4635	-5650	4435	61
H(10A)	-1037	10955	342	62
H(10B)	-305	11522	408	62
H(10C)	-966	11634	62	62
H(10D)	-2245	12053	138	60
H(10E)	-2398	12298	526	60
H(10F)	-2278	11405	436	60
H(108)	-627	12882	371	36
H(110)	-712	7826	370	33
H(11D)	602	7553	396	77
H(11E)	1162	8259	346	77
H(11F)	416	8085	46	77

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(11G)	-220	9326	72	71
H(11H)	604	9566	300	71
H(11I)	-170	9747	451	71
H(11J)	1306	12653	473	58
H(11K)	1188	13358	195	58
H(11L)	469	12821	239	58
H(11M)	-234	14155	381	76
H(11N)	548	14560	316	76
H(11O)	240	14708	682	76
H(118)	1268	13826	793	43
H(120)	266	9144	1081	38
H(12D)	1467	8413	1580	69
H(12E)	1549	9255	1414	69
H(12F)	1447	8511	1158	69
H(12G)	400	9143	1844	63
H(12H)	-389	9368	1582	63
H(12I)	369	9887	1590	63
H(12J)	2186	12532	1354	63
H(12K)	2716	13262	1496	63
H(12L)	2205	13272	1101	63
H(12M)	1429	14526	1241	74
H(12N)	2077	14532	1597	74
H(12O)	1181	14549	1627	74
H(128)	1624	13305	1756	50
H(130)	657	8026	1924	37
H(13A)	614	6389	2001	73
H(13B)	1150	6965	2268	73
H(13C)	1294	6857	1866	73
H(13D)	-646	8034	2061	67
H(13E)	-24	7734	2395	67
H(13F)	-569	7127	2149	67
H(13G)	1017	11527	1892	58
H(13H)	1147	11935	2278	58
H(13I)	1554	12280	1966	58
H(13J)	852	13580	2124	67
H(13K)	438	13086	2392	67
H(13L)	-72	13556	2070	67
H(138)	-64	12221	1935	32
H(140)	-492	6210	1788	43
H(14A)	-783	5260	1164	61
H(14B)	-519	4978	1570	61
H(14C)	75	5438	1373	61
H(14D)	-1767	6552	1673	72
H(14E)	-1742	5629	1636	72
H(14F)	-1902	6159	1284	72
H(14G)	-895	11051	1194	69
H(14H)	-1531	11050	1448	69
H(14I)	-643	11218	1614	69
H(14J)	-1198	12484	1860	68
H(14K)	-2044	12300	1639	68
H(14L)	-1626	13097	1575	68

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(148)	-1582	12201	1110	39
H(150)	-1389	6080	835	39
H(15A)	-1182	5849	244	62
H(15B)	-356	6017	489	62
H(15C)	-779	6677	228	62
H(15D)	-2280	7167	727	71
H(15E)	-2422	6478	440	71
H(15F)	-2009	7260	348	71
H(161)	-1150	9100	1025	41
H(162)	-2253	9915	969	65
H(163)	-3047	10077	361	35
H(166)	-3307	9765	-276	50
H(167)	-2959	9107	-739	39
H(168)	-2040	8383	-692	39
H(169)	-1158	8149	-129	28
H(171)	-1399	13722	1053	50
H(172)	-2386	14686	1003	44
H(173)	-3022	15083	390	43
H(176)	-3266	14842	-268	67
H(177)	-2918	14209	-739	54
H(178)	-2144	13341	-688	39
H(179)	-1324	13005	-123	39

9.2.6 Crystal data and structure refinement for 48 (09193o).

Identification code	09193o
Empirical formula	C ₄₀ H ₇₀ Fe ₂ N ₂
Formula weight	690.68
Temperature	150(2) K
Wavelength	1.54184 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	C2/c
Unit cell dimensions	a = 27.1132(6) Å α = 90°. b = 9.9683(2) Å β = 108.155(2)°. c = 16.3910(4) Å γ = 90°.
Volume	4209.50(16) Å ³
Z	4
Density (calculated)	1.090 Mg/m ³
Absorption coefficient	5.700 mm ⁻¹
F(000)	1504
Crystal colour and habit	green prism
Crystal size	0.20 x 0.12 x 0.10 mm ³
Theta range for data collection	3.43 to 62.60°.
Index ranges	-31 ≤ h ≤ 29, -11 ≤ k ≤ 11, -17 ≤ l ≤ 18
Reflections collected	7416
Independent reflections	3360 [R(int) = 0.0228]
Completeness to theta = 62.60°	99.5 %
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents (Multiscan)
Max. and min. transmission	1.00000 and 0.51331
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3360 / 78 / 255
Goodness-of-fit on F ²	0.946
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0343, wR2 = 0.0987
R indices (all data)	R1 = 0.0466, wR2 = 0.1096
Largest diff. peak and hole	0.487 and -0.312 e.Å ⁻³

Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 48 (09193o).

U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
C(1)	8739(1)	3667(3)	6469(2)	40(1)
C(2)	8739(1)	2308(3)	6706(2)	39(1)
C(3)	8833(1)	1529(2)	6060(2)	39(1)
C(4)	8891(1)	2395(3)	5417(2)	41(1)
C(5)	8832(1)	3726(3)	5670(2)	41(1)
C(11)	8202(1)	5499(3)	6904(2)	44(1)
C(12)	9183(1)	5432(3)	7551(2)	46(1)
C(21)	8185(1)	1594(3)	7648(2)	47(1)
C(22)	9166(1)	1746(3)	8263(2)	47(1)
C(31)	8441(1)	-837(3)	5766(2)	54(1)
C(32)	9402(1)	-523(3)	6495(2)	53(1)
C(41)	8616(1)	1676(3)	3839(2)	44(1)
C(42)	9564(1)	1791(3)	4705(2)	47(1)
C(51)	8451(1)	5529(3)	4538(2)	45(1)
C(52)	9408(1)	5515(3)	5360(2)	49(1)
C(10)	8684(2)	4640(5)	7198(3)	34(1)
C(20)	8707(2)	1445(6)	7489(3)	35(1)
C(30)	8919(2)	23(4)	5855(4)	36(1)
C(40)	9027(2)	2384(5)	4558(3)	33(1)
C(50)	8855(2)	5215(4)	5380(3)	34(1)
C(10A)	8714(2)	5164(6)	6759(4)	33(2)
C(20A)	8668(2)	2301(8)	7627(4)	36(2)
C(30A)	8846(2)	-3(5)	6343(5)	36(2)
C(40A)	9008(2)	1494(7)	4698(4)	33(2)
C(50A)	8930(2)	4677(6)	4959(4)	36(2)
Fe(1)	8063(1)	2620(1)	5479(1)	30(1)
N(1)	7418(1)	3505(6)	5394(4)	83(3)
N(1A)	7445(2)	1804(8)	5603(4)	65(3)

Bond lengths [Å] and angles [°] for 48 (09193o).

C(1)-C(2)	1.409(4)	C(22)-H(22A)	0.9800
C(1)-C(5)	1.410(4)	C(22)-H(22B)	0.9800
C(1)-C(10A)	1.573(5)	C(22)-H(22C)	0.9800
C(1)-C(10)	1.580(5)	C(22)-H(22D)	0.9800
C(1)-Fe(1)	2.286(3)	C(22)-H(22E)	0.9800
C(2)-C(3)	1.398(4)	C(22)-H(22F)	0.9800
C(2)-C(20)	1.571(5)	C(31)-C(30A)	1.465(6)
C(2)-C(20A)	1.581(6)	C(31)-C(30)	1.522(5)
C(2)-Fe(1)	2.282(3)	C(31)-H(31A)	0.9800
C(3)-C(4)	1.408(4)	C(31)-H(31B)	0.9800
C(3)-C(30)	1.572(5)	C(31)-H(31C)	0.9800
C(3)-C(30A)	1.594(6)	C(31)-H(31D)	0.9800
C(3)-Fe(1)	2.281(2)	C(31)-H(31E)	0.9800
C(4)-C(5)	1.413(4)	C(31)-H(31F)	0.9800
C(4)-C(40)	1.564(5)	C(32)-C(30)	1.501(5)
C(4)-C(40A)	1.591(6)	C(32)-C(30A)	1.538(6)
C(4)-Fe(1)	2.288(2)	C(32)-H(32A)	0.9800
C(5)-C(50)	1.566(5)	C(32)-H(32B)	0.9800
C(5)-C(50A)	1.589(6)	C(32)-H(32C)	0.9800
C(5)-Fe(1)	2.291(2)	C(32)-H(32D)	0.9800
C(11)-C(10)	1.511(5)	C(32)-H(32E)	0.9800
C(11)-C(10A)	1.518(6)	C(32)-H(32F)	0.9800
C(11)-H(11A)	0.9800	C(41)-C(40A)	1.489(6)
C(11)-H(11B)	0.9800	C(41)-C(40)	1.521(5)
C(11)-H(11C)	0.9800	C(41)-H(41A)	0.9800
C(11)-H(11D)	0.9800	C(41)-H(41B)	0.9800
C(11)-H(11E)	0.9800	C(41)-H(41C)	0.9800
C(11)-H(11F)	0.9800	C(41)-H(41D)	0.9800
C(12)-C(10)	1.516(5)	C(41)-H(41E)	0.9800
C(12)-C(10A)	1.531(6)	C(41)-H(41F)	0.9800
C(12)-H(12A)	0.9800	C(42)-C(40)	1.518(5)
C(12)-H(12B)	0.9800	C(42)-C(40A)	1.533(6)
C(12)-H(12C)	0.9800	C(42)-H(42A)	0.9800
C(12)-H(12D)	0.9800	C(42)-H(42B)	0.9800
C(12)-H(12E)	0.9800	C(42)-H(42C)	0.9800
C(12)-H(12F)	0.9800	C(42)-H(42D)	0.9800
C(21)-C(20A)	1.497(6)	C(42)-H(42E)	0.9800
C(21)-C(20)	1.523(5)	C(42)-H(42F)	0.9800
C(21)-H(21A)	0.9800	C(51)-C(50)	1.503(5)
C(21)-H(21B)	0.9800	C(51)-C(50A)	1.526(6)
C(21)-H(21C)	0.9800	C(51)-H(51A)	0.9800
C(21)-H(21D)	0.9800	C(51)-H(51B)	0.9800
C(21)-H(21E)	0.9800	C(51)-H(51C)	0.9800
C(21)-H(21F)	0.9800	C(51)-H(51D)	0.9800
C(22)-C(20)	1.505(5)	C(51)-H(51E)	0.9800
C(22)-C(20A)	1.529(6)	C(51)-H(51F)	0.9800
		C(52)-C(50A)	1.509(6)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(52)-C(50)	1.540(5)	C(3)-C(2)-C(20)	112.6(3)
C(52)-H(52A)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20)	139.1(3)
C(52)-H(52B)	0.9800	C(3)-C(2)-C(20A)	145.7(4)
C(52)-H(52C)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20A)	106.1(4)
C(52)-H(52D)	0.9800	C(20)-C(2)-C(20A)	33.1(2)
C(52)-H(52E)	0.9800	C(3)-C(2)-Fe(1)	72.14(15)
C(52)-H(52F)	0.9800	C(1)-C(2)-Fe(1)	72.21(15)
C(10)-H(11F)	1.5644	C(20)-C(2)-Fe(1)	124.1(2)
C(10)-H(12E)	1.5719	C(20A)-C(2)-Fe(1)	122.6(3)
C(10)-H(10)	1.0000	C(2)-C(3)-C(4)	108.4(2)
C(20)-H(21F)	1.5774	C(2)-C(3)-C(30)	140.0(3)
C(20)-H(22E)	1.5677	C(4)-C(3)-C(30)	111.6(3)
C(20)-H(20)	1.0000	C(2)-C(3)-C(30A)	107.7(4)
C(30)-H(31F)	1.5861	C(4)-C(3)-C(30A)	143.9(4)
C(30)-H(32E)	1.5823	C(30)-C(3)-C(30A)	32.3(3)
C(30)-H(30)	1.0000	C(2)-C(3)-Fe(1)	72.17(14)
C(40)-H(41F)	1.5592	C(4)-C(3)-Fe(1)	72.32(15)
C(40)-H(42E)	1.5665	C(30)-C(3)-Fe(1)	122.9(2)
C(40)-H(40)	1.0000	C(30A)-C(3)-Fe(1)	120.9(3)
C(50)-H(51F)	1.5371	C(3)-C(4)-C(5)	107.8(2)
C(50)-H(52E)	1.5695	C(3)-C(4)-C(40)	141.5(3)
C(50)-H(50)	1.0000	C(5)-C(4)-C(40)	110.6(3)
C(10A)-H(10A)	1.0000	C(3)-C(4)-C(40A)	107.6(3)
C(20A)-H(20A)	1.0000	C(5)-C(4)-C(40A)	144.6(3)
C(30A)-H(30A)	1.0000	C(40)-C(4)-C(40A)	34.0(2)
C(40A)-H(40A)	1.0000	C(3)-C(4)-Fe(1)	71.78(14)
C(50A)-H(50A)	1.0000	C(5)-C(4)-Fe(1)	72.14(14)
Fe(1)-N(1)	1.924(4)	C(40)-C(4)-Fe(1)	123.5(2)
Fe(1)-N(1A)	1.930(5)	C(40A)-C(4)-Fe(1)	120.9(2)
Fe(1)-N(1)#1	1.961(4)	C(1)-C(5)-C(4)	107.7(2)
Fe(1)-N(1A)#1	1.962(5)	C(1)-C(5)-C(50)	110.9(3)
Fe(1)-Fe(1)#1	2.9759(7)	C(4)-C(5)-C(50)	141.4(3)
N(1)-Fe(1)#1	1.961(4)	C(1)-C(5)-C(50A)	145.7(3)
N(1A)-Fe(1)#1	1.962(5)	C(4)-C(5)-C(50A)	106.5(3)
		C(50)-C(5)-C(50A)	34.9(2)
		C(1)-C(5)-Fe(1)	71.86(14)
		C(4)-C(5)-Fe(1)	71.91(14)
		C(50)-C(5)-Fe(1)	122.3(2)
		C(50A)-C(5)-Fe(1)	122.7(3)
C(2)-C(1)-C(5)	108.1(2)	C(10)-C(11)-C(10A)	35.1(3)
C(2)-C(1)-C(10A)	145.6(4)	C(10)-C(11)-H(11A)	109.5
C(5)-C(1)-C(10A)	106.1(3)	C(10A)-C(11)-H(11A)	122.1
C(2)-C(1)-C(10)	112.0(3)	C(10)-C(11)-H(11B)	109.5
C(5)-C(1)-C(10)	139.7(3)	C(10A)-C(11)-H(11B)	74.4
C(10A)-C(1)-C(10)	33.6(2)	H(11A)-C(11)-H(11B)	109.5
C(2)-C(1)-Fe(1)	71.87(15)	C(10)-C(11)-H(11C)	109.5
C(5)-C(1)-Fe(1)	72.25(15)	C(10A)-C(11)-H(11C)	123.7
C(10A)-C(1)-Fe(1)	123.2(3)	H(11A)-C(11)-H(11C)	109.5
C(10)-C(1)-Fe(1)	125.0(2)	H(11B)-C(11)-H(11C)	109.5
C(3)-C(2)-C(1)	108.1(2)	C(10)-C(11)-H(11D)	122.3

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(10A)-C(11)-H(11D)	109.6	H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11D)	38.5	C(20A)-C(21)-H(21C)	124.1
H(11B)-C(11)-H(11D)	71.0	C(20)-C(21)-H(21C)	109.5
H(11C)-C(11)-H(11D)	125.0	H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5
C(10)-C(11)-H(11E)	123.6	H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5
C(10A)-C(11)-H(11E)	109.4	C(20A)-C(21)-H(21D)	109.7
H(11A)-C(11)-H(11E)	125.3	C(20)-C(21)-H(21D)	123.5
H(11B)-C(11)-H(11E)	66.3	H(21A)-C(21)-H(21D)	39.8
H(11C)-C(11)-H(11E)	43.2	H(21B)-C(21)-H(21D)	69.7
H(11D)-C(11)-H(11E)	109.5	H(21C)-C(21)-H(21D)	124.3
C(10)-C(11)-H(11F)	74.4	C(20A)-C(21)-H(21E)	109.5
C(10A)-C(11)-H(11F)	109.4	C(20)-C(21)-H(21E)	122.2
H(11A)-C(11)-H(11F)	71.0	H(21A)-C(21)-H(21E)	126.4
H(11B)-C(11)-H(11F)	175.3	H(21B)-C(21)-H(21E)	67.3
H(11C)-C(11)-H(11F)	66.3	H(21C)-C(21)-H(21E)	42.2
H(11D)-C(11)-H(11F)	109.5	H(21D)-C(21)-H(21E)	109.5
H(11E)-C(11)-H(11F)	109.5	C(20A)-C(21)-H(21F)	109.2
C(10)-C(12)-C(10A)	34.8(3)	C(20)-C(21)-H(21F)	74.6
C(10)-C(12)-H(12A)	109.5	H(21A)-C(21)-H(21F)	69.8
C(10A)-C(12)-H(12A)	122.3	H(21B)-C(21)-H(21F)	175.7
C(10)-C(12)-H(12B)	109.5	H(21C)-C(21)-H(21F)	67.3
C(10A)-C(12)-H(12B)	123.5	H(21D)-C(21)-H(21F)	109.5
H(12A)-C(12)-H(12B)	109.5	H(21E)-C(21)-H(21F)	109.5
C(10)-C(12)-H(12C)	109.5	C(20)-C(22)-C(20A)	34.4(3)
C(10A)-C(12)-H(12C)	74.6	C(20)-C(22)-H(22A)	109.5
H(12A)-C(12)-H(12C)	109.5	C(20A)-C(22)-H(22A)	122.2
H(12B)-C(12)-H(12C)	109.5	C(20)-C(22)-H(22B)	109.5
C(10)-C(12)-H(12D)	122.2	C(20A)-C(22)-H(22B)	123.3
C(10A)-C(12)-H(12D)	109.6	H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5
H(12A)-C(12)-H(12D)	38.8	C(20)-C(22)-H(22C)	109.5
H(12B)-C(12)-H(12D)	125.3	C(20A)-C(22)-H(22C)	75.1
H(12C)-C(12)-H(12D)	70.7	H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5
C(10)-C(12)-H(12E)	74.6	H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5
C(10A)-C(12)-H(12E)	109.4	C(20)-C(22)-H(22D)	122.5
H(12A)-C(12)-H(12E)	70.7	C(20A)-C(22)-H(22D)	109.5
H(12B)-C(12)-H(12E)	66.3	H(22A)-C(22)-H(22D)	40.0
H(12C)-C(12)-H(12E)	175.2	H(22B)-C(22)-H(22D)	125.4
H(12D)-C(12)-H(12E)	109.5	H(22C)-C(22)-H(22D)	69.5
C(10)-C(12)-H(12F)	123.6	C(20)-C(22)-H(22E)	74.9
C(10A)-C(12)-H(12F)	109.4	C(20A)-C(22)-H(22E)	109.3
H(12A)-C(12)-H(12F)	125.3	H(22A)-C(22)-H(22E)	69.5
H(12B)-C(12)-H(12F)	43.1	H(22B)-C(22)-H(22E)	67.2
H(12C)-C(12)-H(12F)	66.3	H(22C)-C(22)-H(22E)	175.4
H(12D)-C(12)-H(12F)	109.5	H(22D)-C(22)-H(22E)	109.5
H(12E)-C(12)-H(12F)	109.5	C(20)-C(22)-H(22F)	123.1
C(20A)-C(21)-C(20)	34.5(3)	C(20A)-C(22)-H(22F)	109.7
C(20A)-C(21)-H(21A)	121.5	H(22A)-C(22)-H(22F)	125.5
C(20)-C(21)-H(21A)	109.5	H(22B)-C(22)-H(22F)	42.3
C(20A)-C(21)-H(21B)	75.0	H(22C)-C(22)-H(22F)	67.2
C(20)-C(21)-H(21B)	109.5	H(22D)-C(22)-H(22F)	109.5

H(22E)-C(22)-H(22F)	109.5	C(30)-C(32)-H(32F)	125.4
C(30A)-C(31)-C(30)	34.3(3)	C(30A)-C(32)-H(32F)	109.6
C(30A)-C(31)-H(31A)	121.4	H(32A)-C(32)-H(32F)	124.0
C(30)-C(31)-H(31A)	109.5	H(32B)-C(32)-H(32F)	45.2
C(30A)-C(31)-H(31B)	75.2	H(32C)-C(32)-H(32F)	64.3
C(30)-C(31)-H(31B)	109.5	H(32D)-C(32)-H(32F)	109.5
H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5	H(32E)-C(32)-H(32F)	109.5
C(30A)-C(31)-H(31C)	124.0	C(40A)-C(41)-C(40)	35.7(3)
C(30)-C(31)-H(31C)	109.5	C(40A)-C(41)-H(41A)	122.8
H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5	C(40)-C(41)-H(41A)	109.5
H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5	C(40A)-C(41)-H(41B)	73.8
C(30A)-C(31)-H(31D)	109.5	C(40)-C(41)-H(41B)	109.5
C(30)-C(31)-H(31D)	121.7	H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5
H(31A)-C(31)-H(31D)	37.5	C(40A)-C(41)-H(41C)	123.4
H(31B)-C(31)-H(31D)	72.0	C(40)-C(41)-H(41C)	109.5
H(31C)-C(31)-H(31D)	125.3	H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5
C(30A)-C(31)-H(31E)	109.4	H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5
C(30)-C(31)-H(31E)	123.8	C(40A)-C(41)-H(41D)	109.5
H(31A)-C(31)-H(31E)	125.5	C(40)-C(41)-H(41D)	122.3
H(31B)-C(31)-H(31E)	64.5	H(41A)-C(41)-H(41D)	38.9
H(31C)-C(31)-H(31E)	45.0	H(41B)-C(41)-H(41D)	70.6
H(31D)-C(31)-H(31E)	109.5	H(41C)-C(41)-H(41D)	125.2
C(30A)-C(31)-H(31F)	109.5	C(40A)-C(41)-H(41E)	109.6
C(30)-C(31)-H(31F)	75.2	C(40)-C(41)-H(41E)	124.0
H(31A)-C(31)-H(31F)	72.0	H(41A)-C(41)-H(41E)	124.6
H(31B)-C(31)-H(31F)	173.7	H(41B)-C(41)-H(41E)	67.5
H(31C)-C(31)-H(31F)	64.5	H(41C)-C(41)-H(41E)	42.0
H(31D)-C(31)-H(31F)	109.5	H(41D)-C(41)-H(41E)	109.5
H(31E)-C(31)-H(31F)	109.5	C(40A)-C(41)-H(41F)	109.3
C(30)-C(32)-C(30A)	33.7(3)	C(40)-C(41)-H(41F)	73.6
C(30)-C(32)-H(32A)	109.5	H(41A)-C(41)-H(41F)	70.6
C(30A)-C(32)-H(32A)	123.0	H(41B)-C(41)-H(41F)	176.5
C(30)-C(32)-H(32B)	109.5	H(41C)-C(41)-H(41F)	67.5
C(30A)-C(32)-H(32B)	122.2	H(41D)-C(41)-H(41F)	109.5
H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5	H(41E)-C(41)-H(41F)	109.5
C(30)-C(32)-H(32C)	109.5	C(40)-C(42)-C(40A)	35.2(2)
C(30A)-C(32)-H(32C)	75.8	C(40)-C(42)-H(42A)	109.5
H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5	C(40A)-C(42)-H(42A)	123.4
H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5	C(40)-C(42)-H(42B)	109.5
C(30)-C(32)-H(32D)	119.7	C(40A)-C(42)-H(42B)	122.5
C(30A)-C(32)-H(32D)	109.3	H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5
H(32A)-C(32)-H(32D)	38.0	C(40)-C(42)-H(42C)	109.5
H(32B)-C(32)-H(32D)	127.4	C(40A)-C(42)-H(42C)	74.3
H(32C)-C(32)-H(32D)	71.6	H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5
C(30)-C(32)-H(32E)	76.0	H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5
C(30A)-C(32)-H(32E)	109.6	C(40)-C(42)-H(42D)	121.3
H(32A)-C(32)-H(32E)	71.4	C(40A)-C(42)-H(42D)	109.4
H(32B)-C(32)-H(32E)	64.3	H(42A)-C(42)-H(42D)	39.1
H(32C)-C(32)-H(32E)	173.2	H(42B)-C(42)-H(42D)	126.2
H(32D)-C(32)-H(32E)	109.5	H(42C)-C(42)-H(42D)	70.4

C(40)-C(42)-H(42E)	74.2	H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5
C(40A)-C(42)-H(42E)	109.3	C(50A)-C(52)-H(52D)	109.4
H(42A)-C(42)-H(42E)	70.3	C(50)-C(52)-H(52D)	123.1
H(42B)-C(42)-H(42E)	67.2	H(52A)-C(52)-H(52D)	39.7
H(42C)-C(42)-H(42E)	175.9	H(52B)-C(52)-H(52D)	124.7
H(42D)-C(42)-H(42E)	109.5	H(52C)-C(52)-H(52D)	69.8
C(40)-C(42)-H(42F)	124.7	C(50A)-C(52)-H(52E)	109.4
C(40A)-C(42)-H(42F)	109.7	C(50)-C(52)-H(52E)	73.3
H(42A)-C(42)-H(42F)	124.0	H(52A)-C(52)-H(52E)	69.8
H(42B)-C(42)-H(42F)	42.4	H(52B)-C(52)-H(52E)	68.5
H(42C)-C(42)-H(42F)	67.1	H(52C)-C(52)-H(52E)	177.1
H(42D)-C(42)-H(42F)	109.5	H(52D)-C(52)-H(52E)	109.5
H(42E)-C(42)-H(42F)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52F)	109.6
C(50)-C(51)-C(50A)	36.4(3)	C(50)-C(52)-H(52F)	123.3
C(50)-C(51)-H(51A)	109.5	H(52A)-C(52)-H(52F)	124.9
C(50A)-C(51)-H(51A)	123.7	H(52B)-C(52)-H(52F)	41.0
C(50)-C(51)-H(51B)	109.5	H(52C)-C(52)-H(52F)	68.5
C(50A)-C(51)-H(51B)	73.1	H(52D)-C(52)-H(52F)	109.5
H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5	H(52E)-C(52)-H(52F)	109.5
C(50)-C(51)-H(51C)	109.5	C(11)-C(10)-C(12)	114.0(3)
C(50A)-C(51)-H(51C)	122.7	C(11)-C(10)-C(1)	112.5(3)
H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5	C(12)-C(10)-C(1)	109.0(3)
H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5	C(11)-C(10)-H(11F)	37.1
C(50)-C(51)-H(51D)	122.1	C(12)-C(10)-H(11F)	124.6
C(50A)-C(51)-H(51D)	109.3	C(1)-C(10)-H(11F)	125.1
H(51A)-C(51)-H(51D)	39.6	C(11)-C(10)-H(12E)	124.7
H(51B)-C(51)-H(51D)	69.9	C(12)-C(10)-H(12E)	36.9
H(51C)-C(51)-H(51D)	125.6	C(1)-C(10)-H(12E)	121.2
C(50)-C(51)-H(51E)	124.3	H(11F)-C(10)-H(12E)	109.2
C(50A)-C(51)-H(51E)	109.6	C(11)-C(10)-H(10)	107.0
H(51A)-C(51)-H(51E)	123.9	C(12)-C(10)-H(10)	107.0
H(51B)-C(51)-H(51E)	68.6	C(1)-C(10)-H(10)	107.0
H(51C)-C(51)-H(51E)	40.8	H(11F)-C(10)-H(10)	69.9
H(51D)-C(51)-H(51E)	109.5	H(12E)-C(10)-H(10)	70.0
C(50)-C(51)-H(51F)	73.1	C(22)-C(20)-C(21)	114.0(3)
C(50A)-C(51)-H(51F)	109.5	C(22)-C(20)-C(2)	109.7(3)
H(51A)-C(51)-H(51F)	69.9	C(21)-C(20)-C(2)	112.2(3)
H(51B)-C(51)-H(51F)	177.3	C(22)-C(20)-H(21F)	126.0
H(51C)-C(51)-H(51F)	68.7	C(21)-C(20)-H(21F)	36.8
H(51D)-C(51)-H(51F)	109.5	C(2)-C(20)-H(21F)	123.1
H(51E)-C(51)-H(51F)	109.5	C(22)-C(20)-H(22E)	37.1
C(50A)-C(52)-C(50)	36.1(3)	C(21)-C(20)-H(22E)	126.3
C(50A)-C(52)-H(52A)	122.7	C(2)-C(20)-H(22E)	120.0
C(50)-C(52)-H(52A)	109.5	H(21F)-C(20)-H(22E)	111.8
C(50A)-C(52)-H(52B)	123.6	C(22)-C(20)-H(20)	106.8
C(50)-C(52)-H(52B)	109.5	C(21)-C(20)-H(20)	106.8
H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5	C(2)-C(20)-H(20)	106.8
C(50A)-C(52)-H(52C)	73.4	H(21F)-C(20)-H(20)	70.0
C(50)-C(52)-H(52C)	109.5	H(22E)-C(20)-H(20)	69.7
H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5	C(32)-C(30)-C(31)	113.2(4)

C(32)-C(30)-C(3)	110.6(3)	C(21)-C(20A)-C(22)	114.0(4)
C(31)-C(30)-C(3)	112.3(3)	C(21)-C(20A)-C(2)	113.1(4)
C(32)-C(30)-H(31F)	123.2	C(22)-C(20A)-C(2)	107.9(4)
C(31)-C(30)-H(31F)	36.7	C(21)-C(20A)-H(20A)	107.2
C(3)-C(30)-H(31F)	124.8	C(22)-C(20A)-H(20A)	107.2
C(32)-C(30)-H(32E)	36.9	C(2)-C(20A)-H(20A)	107.2
C(31)-C(30)-H(32E)	123.7	C(31)-C(30A)-C(32)	114.4(4)
C(3)-C(30)-H(32E)	122.6	C(31)-C(30A)-C(3)	114.3(4)
H(31F)-C(30)-H(32E)	108.1	C(32)-C(30A)-C(3)	107.6(4)
C(32)-C(30)-H(30)	106.7	C(31)-C(30A)-H(30A)	106.7
C(31)-C(30)-H(30)	106.7	C(32)-C(30A)-H(30A)	106.7
C(3)-C(30)-H(30)	106.7	C(3)-C(30A)-H(30A)	106.7
H(31F)-C(30)-H(30)	70.1	C(41)-C(40A)-C(42)	113.2(4)
H(32E)-C(30)-H(30)	69.8	C(41)-C(40A)-C(4)	112.5(4)
C(42)-C(40)-C(41)	112.3(3)	C(42)-C(40A)-C(4)	108.0(4)
C(42)-C(40)-C(4)	110.1(3)	C(41)-C(40A)-H(40A)	107.6
C(41)-C(40)-C(4)	112.2(3)	C(42)-C(40A)-H(40A)	107.6
C(42)-C(40)-H(41F)	123.9	C(4)-C(40A)-H(40A)	107.6
C(41)-C(40)-H(41F)	37.1	C(52)-C(50A)-C(51)	112.5(4)
C(4)-C(40)-H(41F)	124.4	C(52)-C(50A)-C(5)	109.2(4)
C(42)-C(40)-H(42E)	37.0	C(51)-C(50A)-C(5)	110.5(4)
C(41)-C(40)-H(42E)	124.1	C(52)-C(50A)-H(50A)	108.2
C(4)-C(40)-H(42E)	121.9	C(51)-C(50A)-H(50A)	108.2
H(41F)-C(40)-H(42E)	109.6	C(5)-C(50A)-H(50A)	108.2
C(42)-C(40)-H(40)	107.3	N(1)-Fe(1)-N(1A)	53.2(3)
C(41)-C(40)-H(40)	107.3	N(1)-Fe(1)-N(1)#1	80.01(19)
C(4)-C(40)-H(40)	107.3	N(1A)-Fe(1)-N(1)#1	55.5(3)
H(41F)-C(40)-H(40)	70.2	N(1)-Fe(1)-N(1A)#1	55.6(3)
H(42E)-C(40)-H(40)	70.3	N(1A)-Fe(1)-N(1A)#1	80.3(2)
C(51)-C(50)-C(52)	112.1(3)	N(1)#1-Fe(1)-N(1A)#1	52.2(3)
C(51)-C(50)-C(5)	112.9(3)	N(1)-Fe(1)-C(3)	160.2(2)
C(52)-C(50)-C(5)	108.8(3)	N(1A)-Fe(1)-C(3)	117.8(2)
C(51)-C(50)-H(51F)	37.6	N(1)#1-Fe(1)-C(3)	110.24(15)
C(52)-C(50)-H(51F)	124.8	N(1A)#1-Fe(1)-C(3)	144.1(2)
C(5)-C(50)-H(51F)	124.9	N(1)-Fe(1)-C(2)	126.05(18)
C(51)-C(50)-H(52E)	124.6	N(1A)-Fe(1)-C(2)	109.58(17)
C(52)-C(50)-H(52E)	36.7	N(1)#1-Fe(1)-C(2)	137.27(19)
C(5)-C(50)-H(52E)	120.2	N(1A)#1-Fe(1)-C(2)	169.01(19)
H(51F)-C(50)-H(52E)	110.8	C(3)-Fe(1)-C(2)	35.69(9)
C(51)-C(50)-H(50)	107.6	N(1)-Fe(1)-C(1)	110.54(14)
C(52)-C(50)-H(50)	107.6	N(1A)-Fe(1)-C(1)	130.3(2)
C(5)-C(50)-H(50)	107.6	N(1)#1-Fe(1)-C(1)	169.44(13)
H(51F)-C(50)-H(50)	70.0	N(1A)#1-Fe(1)-C(1)	133.6(2)
H(52E)-C(50)-H(50)	70.9	C(3)-Fe(1)-C(1)	59.67(9)
C(11)-C(10A)-C(12)	112.8(4)	C(2)-Fe(1)-C(1)	35.92(9)
C(11)-C(10A)-C(1)	112.5(4)	N(1)-Fe(1)-C(4)	157.4(2)
C(12)-C(10A)-C(1)	108.6(4)	N(1A)-Fe(1)-C(4)	149.2(3)
C(11)-C(10A)-H(10A)	107.6	N(1)#1-Fe(1)-C(4)	110.50(15)
C(12)-C(10A)-H(10A)	107.6	N(1A)#1-Fe(1)-C(4)	114.23(18)
C(1)-C(10A)-H(10A)	107.6	C(3)-Fe(1)-C(4)	35.90(10)

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(2)-Fe(1)-C(4)	59.73(10)
C(1)-Fe(1)-C(4)	59.78(9)
N(1)-Fe(1)-C(5)	123.85(19)
N(1A)-Fe(1)-C(5)	166.2(2)
N(1)#1-Fe(1)-C(5)	138.2(2)
N(1A)#1-Fe(1)-C(5)	109.61(17)
C(3)-Fe(1)-C(5)	59.82(10)
C(2)-Fe(1)-C(5)	59.85(9)
C(1)-Fe(1)-C(5)	35.89(10)
C(4)-Fe(1)-C(5)	35.95(9)
N(1)-Fe(1)-Fe(1)#1	40.46(12)
N(1A)-Fe(1)-Fe(1)#1	40.53(16)
N(1)#1-Fe(1)-Fe(1)#1	39.55(11)
N(1A)#1-Fe(1)-Fe(1)#1	39.73(14)
C(3)-Fe(1)-Fe(1)#1	146.75(6)
C(2)-Fe(1)-Fe(1)#1	149.83(7)
C(1)-Fe(1)-Fe(1)#1	151.00(6)
C(4)-Fe(1)-Fe(1)#1	145.86(7)
C(5)-Fe(1)-Fe(1)#1	148.33(7)
Fe(1)-N(1)-Fe(1)#1	99.99(19)
Fe(1)-N(1A)-Fe(1)#1	99.7(2)

Symmetry transformations used to generate
equivalent atoms:

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

Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 48 (09193o).

The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	33(1)	36(2)	49(2)	-21(1)	9(1)	-1(1)
C(2)	33(1)	59(2)	25(1)	10(1)	7(1)	-4(1)
C(3)	33(1)	22(1)	54(2)	-1(1)	2(1)	2(1)
C(4)	29(1)	68(2)	27(1)	-10(1)	10(1)	3(1)
C(5)	31(1)	36(2)	52(2)	17(1)	6(1)	-7(1)
C(11)	63(2)	34(2)	42(2)	-4(1)	26(1)	9(1)
C(12)	63(2)	42(2)	36(2)	-14(1)	18(1)	-10(1)
C(21)	58(2)	45(2)	44(2)	13(1)	26(2)	3(1)
C(22)	62(2)	45(2)	33(2)	9(1)	12(1)	5(2)
C(31)	67(2)	25(1)	72(2)	-1(1)	26(2)	-7(1)
C(32)	60(2)	36(2)	65(2)	10(2)	23(2)	19(1)
C(41)	61(2)	39(2)	34(2)	-9(1)	18(1)	-4(1)
C(42)	48(2)	47(2)	56(2)	-7(2)	31(2)	2(1)
C(51)	68(2)	34(2)	38(2)	9(1)	25(2)	4(1)
C(52)	65(2)	38(2)	55(2)	-7(1)	34(2)	-20(1)
C(10)	51(3)	27(3)	29(3)	-1(2)	20(2)	-1(2)
C(20)	51(3)	28(3)	31(3)	6(2)	20(2)	1(2)
C(30)	52(3)	23(2)	38(3)	0(2)	20(3)	3(2)
C(40)	49(3)	28(3)	30(3)	-5(2)	22(2)	-2(2)
C(50)	51(3)	23(2)	31(3)	1(2)	21(2)	0(2)
C(10A)	51(4)	22(3)	31(4)	-3(3)	21(3)	-1(3)
C(20A)	57(4)	31(4)	25(3)	9(3)	18(3)	5(3)
C(30A)	52(4)	17(3)	38(4)	2(3)	13(3)	7(3)
C(40A)	45(4)	24(4)	34(3)	-4(3)	20(3)	-2(3)
C(50A)	56(4)	21(3)	39(4)	-1(3)	26(3)	-2(3)
Fe(1)	28(1)	30(1)	32(1)	0(1)	9(1)	-1(1)
N(1)	14(2)	88(4)	120(5)	-78(4)	-20(2)	14(2)
N(1A)	12(3)	126(7)	44(4)	45(4)	-12(2)	-23(3)

Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 48 (09193o).

	x	y	z	U(eq)
H(11A)	7896	4922	6694	66
H(11B)	8224	6094	6441	66
H(11C)	8173	6039	7387	66
H(11D)	7915	5297	6384	66
H(11E)	8196	6455	7041	66
H(11F)	8165	4964	7383	66
H(12A)	9477	4811	7737	69
H(12B)	9166	5970	8042	69
H(12C)	9228	6026	7103	69
H(12D)	9503	5187	7428	69
H(12E)	9153	4894	8034	69
H(12F)	9194	6386	7700	69
H(21A)	7905	1385	7119	70
H(21B)	8145	2517	7823	70
H(21C)	8169	975	8103	70
H(21D)	7881	2015	7239	70
H(21E)	8155	1648	8227	70
H(21F)	8204	651	7491	70
H(22A)	9487	1638	8113	70
H(22B)	9169	1125	8728	70
H(22C)	9142	2670	8451	70
H(22D)	9463	2274	8227	70
H(22E)	9211	808	8120	70
H(22F)	9143	1796	8847	70
H(31A)	8140	-437	5337	81
H(31B)	8375	-885	6320	81
H(31C)	8500	-1742	5582	81
H(31D)	8100	-436	5695	81
H(31E)	8454	-1738	6010	81
H(31F)	8498	-895	5205	81
H(32A)	9695	69	6523	79
H(32B)	9473	-1423	6318	79
H(32C)	9353	-571	7062	79
H(32D)	9648	93	6881	79
H(32E)	9474	-573	5946	79
H(32F)	9437	-1417	6756	79
H(41A)	8278	2100	3760	65
H(41B)	8598	729	3989	65
H(41C)	8705	1743	3305	65
H(41D)	8269	1475	3875	65
H(41E)	8693	1070	3424	65
H(41F)	8626	2607	3652	65
H(42A)	9817	2281	5168	71
H(42B)	9659	1865	4177	71
H(42C)	9562	844	4865	71

Daten der Kristallstrukturanalysen

H(42D)	9803	1656	5286	71
H(42E)	9586	2723	4529	71
H(42F)	9658	1187	4305	71
H(51A)	8105	5331	4580	67
H(51B)	8512	4980	4084	67
H(51C)	8471	6481	4403	67
H(51D)	8153	4940	4286	67
H(51E)	8512	6088	4088	67
H(51F)	8378	6105	4972	67
H(52A)	9658	5306	5921	74
H(52B)	9435	6467	5229	74
H(52C)	9482	4964	4917	74
H(52D)	9704	4925	5620	74
H(52E)	9348	6094	5803	74
H(52F)	9481	6071	4918	74
H(10)	8649	4062	7675	41
H(20)	8737	484	7337	42
H(30)	8980	13	5284	43
H(40)	9040	3338	4378	40
H(50)	8787	5806	5827	40
H(10A)	8748	5754	6286	39
H(20A)	8636	3257	7789	44
H(30A)	8784	-14	6913	43
H(40A)	8995	534	4868	39
H(50A)	8997	4099	4506	43

9.2.7 Crystal data and structure refinement for 59 (1017o).

Identification code	1017o
Empirical formula	C ₄₀ H ₇₀ N ₂ Ni ₂
Formula weight	696.40
Temperature	150(2) K
Wavelength	1.54184 Å
Crystal system	Orthorhombic
Space group	Pnma
Unit cell dimensions	a = 25.3006(2) Å α = 90°. b = 16.2313(1) Å β = 90°. c = 9.9422(1) Å γ = 90°.
Volume	4082.88(6) Å ³
Z	4
Density (calculated)	1.133 Mg/m ³
Absorption coefficient	1.323 mm ⁻¹
F(000)	1520
Crystal colour and habit	green prism
Crystal size	0.32 x 0.19 x 0.13 mm ³
Theta range for data collection	3.49 to 62.62°.
Index ranges	-29 ≤ h ≤ 29, -18 ≤ k ≤ 18, -11 ≤ l ≤ 10
Reflections collected	31163
Independent reflections	3398 [R(int) = 0.0287]
Completeness to theta = 62.62°	99.7 %
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents (Multiscan)
Max. and min. transmission	1.00000 and 0.77007
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3398 / 52 / 268
Goodness-of-fit on F ²	1.098
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0355, wR2 = 0.1102
R indices (all data)	R1 = 0.0406, wR2 = 0.1121
Largest diff. peak and hole	0.865 and -0.289 e.Å ⁻³

Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 59 (1017o).

U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
C(1)	1454(1)	7066(1)	7355(2)	43(1)
C(2)	1415(1)	6796(1)	5994(3)	45(1)
C(3)	1391(1)	7500	5161(3)	44(1)
C(10)	1495(2)	6744(3)	8833(5)	37(1)
C(20)	1400(2)	5830(3)	5959(6)	40(1)
C(10A)	1443(2)	6304(3)	8328(5)	38(1)
C(20A)	1370(2)	5998(3)	5122(6)	38(1)
C(30)	1337(2)	7230(3)	3653(4)	37(1)
C(11)	1967(1)	6202(2)	9079(2)	50(1)
C(12)	971(1)	6346(2)	9222(2)	49(1)
C(21)	1863(1)	5456(2)	5279(3)	51(1)
C(22)	858(1)	5562(2)	5403(2)	52(1)
C(31)	1785(2)	7500	2785(3)	56(1)
C(32)	796(1)	7500	3130(3)	53(1)
C(4)	4064(1)	7500	7068(3)	48(1)
C(5)	4040(1)	6796(1)	6236(3)	45(1)
C(6)	4011(1)	7067(1)	4888(2)	43(1)
C(40)	4134(2)	7207(3)	8563(4)	48(1)
C(50)	4032(2)	5827(3)	6243(6)	37(1)
C(60)	3995(2)	6755(3)	3397(5)	36(1)
C(50A)	4064(2)	6003(3)	7132(6)	37(1)
C(60A)	4025(2)	6295(3)	3930(4)	35(1)
C(41)	3684(2)	7500	9463(3)	68(1)
C(42)	4670(2)	7500	9073(4)	72(1)
C(51)	3571(1)	5484(1)	6967(2)	49(1)
C(52)	4568(1)	5522(2)	6817(3)	55(1)
C(61)	3514(1)	6252(1)	3077(2)	47(1)
C(62)	4517(1)	6305(2)	3100(2)	52(1)
Ni(1)	2133(1)	7500	6233(1)	31(1)
Ni(2)	3326(1)	7500	5982(1)	28(1)
N(1)	2701(1)	7102(3)	5147(5)	75(2)
N(1A)	2760(1)	7121(4)	7086(5)	76(2)

Bond lengths [Å] and angles [°] for 59 (1017o).

C(1)-C(1)#1	1.410(5)	C(21)-H(21F)	0.9800
C(1)-C(2)	1.425(3)	C(22)-H(22A)	0.9800
C(1)-C(10)	1.563(4)	C(22)-H(22B)	0.9800
C(1)-C(10A)	1.570(4)	C(22)-H(22C)	0.9800
C(1)-Ni(1)	2.165(2)	C(22)-H(22D)	0.9800
C(2)-C(3)	1.413(3)	C(22)-H(22E)	0.9800
C(2)-C(20A)	1.562(4)	C(22)-H(22F)	0.9800
C(2)-C(20)	1.567(5)	C(31)-C(30)#1	1.489(5)
C(2)-Ni(1)	2.160(2)	C(31)-H(31A)	0.9800
C(3)-C(2)#1	1.413(3)	C(31)-H(31B)	0.9800
C(3)-C(30)	1.567(4)	C(31)-H(31C)	0.9800
C(3)-C(30)#1	1.567(4)	C(32)-C(30)#1	1.530(5)
C(3)-Ni(1)	2.159(3)	C(32)-H(32A)	0.9800
C(10)-C(11)	1.504(5)	C(32)-H(32B)	0.9800
C(10)-C(12)	1.525(5)	C(32)-H(32C)	0.9800
C(10)-H(10)	1.0000	C(4)-C(5)	1.413(3)
C(10)-H(11F)	1.5820	C(4)-C(5)#1	1.413(3)
C(20)-C(21)	1.481(5)	C(4)-C(40)#1	1.570(5)
C(20)-C(22)	1.543(5)	C(4)-C(40)	1.570(5)
C(20)-H(20)	1.0000	C(4)-Ni(2)	2.157(3)
C(20)-H(21F)	1.5612	C(5)-C(6)	1.412(3)
C(10A)-C(12)	1.490(5)	C(5)-C(50A)	1.566(4)
C(10A)-C(11)	1.532(5)	C(5)-C(50)	1.572(5)
C(10A)-H(10A)	1.0000	C(5)-Ni(2)	2.152(2)
C(20A)-C(22)	1.504(5)	C(6)-C(6)#1	1.406(5)
C(20A)-C(21)	1.532(5)	C(6)-C(60)	1.568(4)
C(20A)-H(20A)	1.0000	C(6)-C(60A)	1.574(4)
C(30)-C(31)	1.489(5)	C(6)-Ni(2)	2.164(2)
C(30)-C(32)	1.530(5)	C(40)-C(41)	1.524(6)
C(30)-H(30)	1.0000	C(40)-C(42)	1.525(6)
C(11)-H(11A)	0.9800	C(40)-H(40)	1.0000
C(11)-H(11B)	0.9800	C(50)-C(51)	1.480(5)
C(11)-H(11C)	0.9800	C(50)-C(52)	1.552(5)
C(11)-H(11D)	0.9800	C(50)-H(50)	1.0000
C(11)-H(11E)	0.9800	C(50)-H(51F)	1.5239
C(11)-H(11F)	0.9800	C(60)-C(61)	1.499(5)
C(12)-H(12A)	0.9800	C(60)-C(62)	1.537(5)
C(12)-H(12B)	0.9800	C(60)-H(60)	1.0000
C(12)-H(12C)	0.9800	C(60)-H(61F)	1.5565
C(12)-H(12D)	0.9800	C(60)-H(62F)	1.5852
C(12)-H(12E)	0.9799	C(50A)-C(51)	1.515(5)
C(12)-H(12F)	0.9801	C(50A)-C(52)	1.527(5)
C(21)-H(21A)	0.9800	C(50A)-H(50A)	1.0000
C(21)-H(21B)	0.9800	C(60A)-C(62)	1.492(5)
C(21)-H(21C)	0.9800	C(60A)-C(61)	1.548(5)
C(21)-H(21D)	0.9800	C(60A)-H(60A)	1.0000
C(21)-H(21E)	0.9800	C(41)-C(40)#1	1.524(6)
		C(41)-H(41A)	0.9800

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(41)-H(41B)	0.9800	C(1)#1-C(1)-C(2)	107.91(13)
C(41)-H(41C)	0.9800	C(1)#1-C(1)-C(10)	109.5(2)
C(42)-C(40)#1	1.525(6)	C(2)-C(1)-C(10)	142.6(3)
C(42)-H(42A)	0.9800	C(1)#1-C(1)-C(10A)	141.9(2)
C(42)-H(42B)	0.9800	C(2)-C(1)-C(10A)	110.0(3)
C(42)-H(42C)	0.9800	C(10)-C(1)-C(10A)	32.7(2)
C(51)-H(51A)	0.9800	C(1)#1-C(1)-Ni(1)	71.00(6)
C(51)-H(51B)	0.9800	C(2)-C(1)-Ni(1)	70.56(13)
C(51)-H(51C)	0.9800	C(10)-C(1)-Ni(1)	122.8(2)
C(51)-H(51D)	0.9800	C(10A)-C(1)-Ni(1)	126.1(2)
C(51)-H(51E)	0.9800	C(3)-C(2)-C(1)	108.10(19)
C(51)-H(51F)	0.9800	C(3)-C(2)-C(20A)	110.0(3)
C(52)-H(52A)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20A)	141.9(3)
C(52)-H(52B)	0.9800	C(3)-C(2)-C(20)	142.6(3)
C(52)-H(52C)	0.9800	C(1)-C(2)-C(20)	109.3(3)
C(52)-H(52D)	0.9800	C(20A)-C(2)-C(20)	32.6(2)
C(52)-H(52E)	0.9800	C(3)-C(2)-Ni(1)	70.87(16)
C(52)-H(52F)	0.9800	C(1)-C(2)-Ni(1)	70.95(13)
C(61)-H(61A)	0.9800	C(20A)-C(2)-Ni(1)	124.1(2)
C(61)-H(61B)	0.9800	C(20)-C(2)-Ni(1)	123.4(2)
C(61)-H(61C)	0.9800	C(2)#1-C(3)-C(2)	108.0(3)
C(61)-H(61D)	0.9800	C(2)#1-C(3)-C(30)	142.2(2)
C(61)-H(61E)	0.9800	C(2)-C(3)-C(30)	109.80(19)
C(61)-H(61F)	0.9800	C(2)#1-C(3)-C(30)#1	109.80(19)
C(62)-H(62A)	0.9800	C(2)-C(3)-C(30)#1	142.2(2)
C(62)-H(62B)	0.9800	C(30)-C(3)-C(30)#1	32.4(3)
C(62)-H(62C)	0.9800	C(2)#1-C(3)-Ni(1)	70.92(16)
C(62)-H(62D)	0.9800	C(2)-C(3)-Ni(1)	70.92(16)
C(62)-H(62E)	0.9800	C(30)-C(3)-Ni(1)	123.2(2)
C(62)-H(62F)	0.9800	C(30)#1-C(3)-Ni(1)	123.2(2)
Ni(1)-N(1A)#1	1.902(4)	C(11)-C(10)-C(12)	113.7(3)
Ni(1)-N(1A)	1.902(4)	C(11)-C(10)-C(1)	113.6(3)
Ni(1)-N(1)	1.910(4)	C(12)-C(10)-C(1)	108.9(3)
Ni(1)-N(1)#1	1.910(4)	C(11)-C(10)-H(10)	106.7
Ni(1)-C(2)#1	2.160(2)	C(12)-C(10)-H(10)	106.7
Ni(1)-C(1)#1	2.165(2)	C(1)-C(10)-H(10)	106.7
Ni(2)-N(1)	1.899(4)	C(11)-C(10)-H(11F)	36.9
Ni(2)-N(1)#1	1.899(4)	C(12)-C(10)-H(11F)	124.0
Ni(2)-N(1A)	1.906(4)	C(1)-C(10)-H(11F)	126.0
Ni(2)-N(1A)#1	1.906(4)	H(10)-C(10)-H(11F)	69.8
Ni(2)-C(5)#1	2.152(2)	C(21)-C(20)-C(22)	115.0(3)
Ni(2)-C(6)#1	2.164(2)	C(21)-C(20)-C(2)	113.7(3)
N(1)-N(1)#1	1.293(11)	C(22)-C(20)-C(2)	108.1(3)
N(1A)-N(1A)#1	1.230(11)	C(21)-C(20)-H(20)	106.5
		C(22)-C(20)-H(20)	106.5
		C(2)-C(20)-H(20)	106.5
		C(21)-C(20)-H(21F)	37.5
		C(22)-C(20)-H(21F)	125.6
		C(2)-C(20)-H(21F)	125.5
		H(20)-C(20)-H(21F)	69.0

Daten der Kristallstrukturanalysen

C(12)-C(10A)-C(11)	114.1(3)	C(10)-C(12)-H(12B)	109.5
C(12)-C(10A)-C(1)	110.3(3)	H(12A)-C(12)-H(12B)	109.5
C(11)-C(10A)-C(1)	111.7(3)	C(10A)-C(12)-H(12C)	75.5
C(12)-C(10A)-H(10A)	106.7	C(10)-C(12)-H(12C)	109.5
C(11)-C(10A)-H(10A)	106.7	H(12A)-C(12)-H(12C)	109.5
C(1)-C(10A)-H(10A)	106.7	H(12B)-C(12)-H(12C)	109.5
C(22)-C(20A)-C(21)	114.3(3)	C(10A)-C(12)-H(12D)	109.4
C(22)-C(20A)-C(2)	110.4(3)	C(10)-C(12)-H(12D)	121.7
C(21)-C(20A)-C(2)	111.1(3)	H(12A)-C(12)-H(12D)	37.7
C(22)-C(20A)-H(20A)	106.9	H(12B)-C(12)-H(12D)	125.3
C(21)-C(20A)-H(20A)	106.9	H(12C)-C(12)-H(12D)	71.8
C(2)-C(20A)-H(20A)	106.9	C(10A)-C(12)-H(12E)	109.7
C(31)-C(30)-C(32)	113.6(3)	C(10)-C(12)-H(12E)	75.8
C(31)-C(30)-C(3)	114.0(3)	H(12A)-C(12)-H(12E)	71.8
C(32)-C(30)-C(3)	108.8(3)	H(12B)-C(12)-H(12E)	64.2
C(31)-C(30)-H(30)	106.6	H(12C)-C(12)-H(12E)	173.2
C(32)-C(30)-H(30)	106.6	H(12D)-C(12)-H(12E)	109.5
C(3)-C(30)-H(30)	106.6	C(10A)-C(12)-H(12F)	109.3
C(10)-C(11)-C(10A)	33.8(2)	C(10)-C(12)-H(12F)	123.5
C(10)-C(11)-H(11A)	109.5	H(12A)-C(12)-H(12F)	125.9
C(10A)-C(11)-H(11A)	122.4	H(12B)-C(12)-H(12F)	45.3
C(10)-C(11)-H(11B)	109.5	H(12C)-C(12)-H(12F)	64.2
C(10A)-C(11)-H(11B)	75.7	H(12D)-C(12)-H(12F)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11B)	109.5	H(12E)-C(12)-H(12F)	109.5
C(10)-C(11)-H(11C)	109.5	C(20)-C(21)-C(20A)	33.9(2)
C(10A)-C(11)-H(11C)	122.9	C(20)-C(21)-H(21A)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11C)	109.5	C(20A)-C(21)-H(21A)	120.7
H(11B)-C(11)-H(11C)	109.5	C(20)-C(21)-H(21B)	109.5
C(10)-C(11)-H(11D)	120.5	C(20A)-C(21)-H(21B)	124.6
C(10A)-C(11)-H(11D)	109.4	H(21A)-C(21)-H(21B)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11D)	38.0	C(20)-C(21)-H(21C)	109.5
H(11B)-C(11)-H(11D)	71.6	C(20A)-C(21)-H(21C)	75.7
H(11C)-C(11)-H(11D)	126.5	H(21A)-C(21)-H(21C)	109.5
C(10)-C(11)-H(11E)	124.6	H(21B)-C(21)-H(21C)	109.5
C(10A)-C(11)-H(11E)	109.4	C(20)-C(21)-H(21D)	121.0
H(11A)-C(11)-H(11E)	124.8	C(20A)-C(21)-H(21D)	109.3
H(11B)-C(11)-H(11E)	64.4	H(21A)-C(21)-H(21D)	127.6
H(11C)-C(11)-H(11E)	45.1	H(21B)-C(21)-H(21D)	42.3
H(11D)-C(11)-H(11E)	109.5	H(21C)-C(21)-H(21D)	67.3
C(10)-C(11)-H(11F)	75.9	C(20)-C(21)-H(21E)	124.2
C(10A)-C(11)-H(11F)	109.6	C(20A)-C(21)-H(21E)	109.6
H(11A)-C(11)-H(11F)	71.5	H(21A)-C(21)-H(21E)	40.8
H(11B)-C(11)-H(11F)	173.3	H(21B)-C(21)-H(21E)	123.9
H(11C)-C(11)-H(11F)	64.4	H(21C)-C(21)-H(21E)	68.7
H(11D)-C(11)-H(11F)	109.5	H(21D)-C(21)-H(21E)	109.5
H(11E)-C(11)-H(11F)	109.5	C(20)-C(21)-H(21F)	75.7
C(10A)-C(12)-C(10)	34.0(2)	C(20A)-C(21)-H(21F)	109.5
C(10A)-C(12)-H(12A)	121.1	H(21A)-C(21)-H(21F)	68.8
C(10)-C(12)-H(12A)	109.5	H(21B)-C(21)-H(21F)	67.2
C(10A)-C(12)-H(12B)	124.2	H(21C)-C(21)-H(21F)	174.7

H(21D)-C(21)-H(21F)	109.5	C(5)-C(4)-C(5)#1	108.1(3)
H(21E)-C(21)-H(21F)	109.5	C(5)-C(4)-C(40)#1	143.5(2)
C(20A)-C(22)-C(20)	33.5(2)	C(5)#1-C(4)-C(40)#1	108.3(2)
C(20A)-C(22)-H(22A)	120.7	C(5)-C(4)-C(40)	108.3(2)
C(20)-C(22)-H(22A)	109.5	C(5)#1-C(4)-C(40)	143.5(2)
C(20A)-C(22)-H(22B)	124.4	C(40)#1-C(4)-C(40)	35.2(3)
C(20)-C(22)-H(22B)	109.5	C(5)-C(4)-Ni(2)	70.69(16)
H(22A)-C(22)-H(22B)	109.5	C(5)#1-C(4)-Ni(2)	70.69(16)
C(20A)-C(22)-H(22C)	76.0	C(40)#1-C(4)-Ni(2)	124.9(3)
C(20)-C(22)-H(22C)	109.5	C(40)-C(4)-Ni(2)	124.9(3)
H(22A)-C(22)-H(22C)	109.5	C(6)-C(5)-C(4)	107.79(19)
H(22B)-C(22)-H(22C)	109.5	C(6)-C(5)-C(50A)	142.9(3)
C(20A)-C(22)-H(22D)	109.7	C(4)-C(5)-C(50A)	109.3(3)
C(20)-C(22)-H(22D)	123.1	C(6)-C(5)-C(50)	108.4(3)
H(22A)-C(22)-H(22D)	39.3	C(4)-C(5)-C(50)	143.8(3)
H(22B)-C(22)-H(22D)	124.5	C(50A)-C(5)-C(50)	34.6(2)
H(22C)-C(22)-H(22D)	70.2	C(6)-C(5)-Ni(2)	71.37(13)
C(20A)-C(22)-H(22E)	109.4	C(4)-C(5)-Ni(2)	71.03(16)
C(20)-C(22)-H(22E)	75.9	C(50A)-C(5)-Ni(2)	122.4(2)
H(22A)-C(22)-H(22E)	70.3	C(50)-C(5)-Ni(2)	121.4(2)
H(22B)-C(22)-H(22E)	65.5	C(6)#1-C(6)-C(5)	108.17(13)
H(22C)-C(22)-H(22E)	174.0	C(6)#1-C(6)-C(60)	108.9(2)
H(22D)-C(22)-H(22E)	109.5	C(5)-C(6)-C(60)	142.9(3)
C(20A)-C(22)-H(22F)	109.3	C(6)#1-C(6)-C(60A)	142.7(2)
C(20)-C(22)-H(22F)	122.0	C(5)-C(6)-C(60A)	109.0(3)
H(22A)-C(22)-H(22F)	127.1	C(60)-C(6)-C(60A)	34.0(2)
H(22B)-C(22)-H(22F)	44.0	C(6)#1-C(6)-Ni(2)	71.05(6)
H(22C)-C(22)-H(22F)	65.6	C(5)-C(6)-Ni(2)	70.43(13)
H(22D)-C(22)-H(22F)	109.5	C(60)-C(6)-Ni(2)	124.0(2)
H(22E)-C(22)-H(22F)	109.5	C(60A)-C(6)-Ni(2)	125.5(2)
C(30)-C(31)-C(30)#1	34.2(3)	C(41)-C(40)-C(42)	111.8(3)
C(30)-C(31)-H(31A)	109.5	C(41)-C(40)-C(4)	112.2(3)
C(30)#1-C(31)-H(31A)	121.3	C(42)-C(40)-C(4)	108.7(3)
C(30)-C(31)-H(31B)	109.5	C(41)-C(40)-H(40)	108.0
C(30)#1-C(31)-H(31B)	75.3	C(42)-C(40)-H(40)	108.0
H(31A)-C(31)-H(31B)	109.5	C(4)-C(40)-H(40)	108.0
C(30)-C(31)-H(31C)	109.5	C(51)-C(50)-C(52)	112.9(3)
C(30)#1-C(31)-H(31C)	124.1	C(51)-C(50)-C(5)	112.9(3)
H(31A)-C(31)-H(31C)	109.5	C(52)-C(50)-C(5)	108.1(3)
H(31B)-C(31)-H(31C)	109.5	C(51)-C(50)-H(50)	107.6
C(30)#1-C(32)-C(30)	33.2(3)	C(52)-C(50)-H(50)	107.6
C(30)#1-C(32)-H(32A)	121.3	C(5)-C(50)-H(50)	107.6
C(30)-C(32)-H(32A)	109.5	C(51)-C(50)-H(51F)	38.0
C(30)#1-C(32)-H(32B)	123.7	C(52)-C(50)-H(51F)	125.0
C(30)-C(32)-H(32B)	109.5	C(5)-C(50)-H(51F)	125.6
H(32A)-C(32)-H(32B)	109.5	H(50)-C(50)-H(51F)	69.5
C(30)#1-C(32)-H(32C)	76.3	C(61)-C(60)-C(62)	113.4(3)
C(30)-C(32)-H(32C)	109.5	C(61)-C(60)-C(6)	113.5(3)
H(32A)-C(32)-H(32C)	109.5	C(62)-C(60)-C(6)	108.2(3)
H(32B)-C(32)-H(32C)	109.5	C(61)-C(60)-H(60)	107.1

C(62)-C(60)-H(60)	107.1	C(50A)-C(51)-H(51C)	123.4
C(6)-C(60)-H(60)	107.1	H(51A)-C(51)-H(51C)	109.5
C(61)-C(60)-H(61F)	37.4	H(51B)-C(51)-H(51C)	109.5
C(62)-C(60)-H(61F)	125.1	C(50)-C(51)-H(51D)	122.1
C(6)-C(60)-H(61F)	125.5	C(50A)-C(51)-H(51D)	109.2
H(60)-C(60)-H(61F)	69.8	H(51A)-C(51)-H(51D)	38.8
C(61)-C(60)-H(62F)	127.1	H(51B)-C(51)-H(51D)	70.7
C(62)-C(60)-H(62F)	36.5	H(51C)-C(51)-H(51D)	125.3
C(6)-C(60)-H(62F)	117.5	C(50)-C(51)-H(51E)	124.2
H(60)-C(60)-H(62F)	70.6	C(50A)-C(51)-H(51E)	109.5
H(61F)-C(60)-H(62F)	112.2	H(51A)-C(51)-H(51E)	124.3
C(51)-C(50A)-C(52)	112.4(3)	H(51B)-C(51)-H(51E)	67.5
C(51)-C(50A)-C(5)	111.3(3)	H(51C)-C(51)-H(51E)	41.9
C(52)-C(50A)-C(5)	109.6(3)	H(51D)-C(51)-H(51E)	109.5
C(51)-C(50A)-H(50A)	107.8	C(50)-C(51)-H(51F)	73.4
C(52)-C(50A)-H(50A)	107.8	C(50A)-C(51)-H(51F)	109.6
C(5)-C(50A)-H(50A)	107.8	H(51A)-C(51)-H(51F)	70.7
C(62)-C(60A)-C(61)	113.2(3)	H(51B)-C(51)-H(51F)	176.6
C(62)-C(60A)-C(6)	110.2(3)	H(51C)-C(51)-H(51F)	67.6
C(61)-C(60A)-C(6)	110.4(3)	H(51D)-C(51)-H(51F)	109.5
C(62)-C(60A)-H(60A)	107.6	H(51E)-C(51)-H(51F)	109.5
C(61)-C(60A)-H(60A)	107.6	C(50A)-C(52)-C(50)	35.2(2)
C(6)-C(60A)-H(60A)	107.6	C(50A)-C(52)-H(52A)	121.8
C(40)#1-C(41)-C(40)	36.3(4)	C(50)-C(52)-H(52A)	109.5
C(40)#1-C(41)-H(41A)	122.8	C(50A)-C(52)-H(52B)	124.2
C(40)-C(41)-H(41A)	109.5	C(50)-C(52)-H(52B)	109.5
C(40)#1-C(41)-H(41B)	73.1	H(52A)-C(52)-H(52B)	109.5
C(40)-C(41)-H(41B)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52C)	74.3
H(41A)-C(41)-H(41B)	109.5	C(50)-C(52)-H(52C)	109.5
C(40)#1-C(41)-H(41C)	123.6	H(52A)-C(52)-H(52C)	109.5
C(40)-C(41)-H(41C)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52C)	109.5
H(41A)-C(41)-H(41C)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52D)	109.6
H(41B)-C(41)-H(41C)	109.5	C(50)-C(52)-H(52D)	123.6
C(40)-C(42)-C(40)#1	36.3(4)	H(52A)-C(52)-H(52D)	39.6
C(40)-C(42)-H(42A)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52D)	124.2
C(40)#1-C(42)-H(42A)	122.8	H(52C)-C(52)-H(52D)	69.9
C(40)-C(42)-H(42B)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52E)	109.6
C(40)#1-C(42)-H(42B)	123.6	C(50)-C(52)-H(52E)	74.3
H(42A)-C(42)-H(42B)	109.5	H(52A)-C(52)-H(52E)	69.9
C(40)-C(42)-H(42C)	109.5	H(52B)-C(52)-H(52E)	67.4
C(40)#1-C(42)-H(42C)	73.2	H(52C)-C(52)-H(52E)	175.9
H(42A)-C(42)-H(42C)	109.5	H(52D)-C(52)-H(52E)	109.5
H(42B)-C(42)-H(42C)	109.5	C(50A)-C(52)-H(52F)	109.2
C(50)-C(51)-C(50A)	36.2(2)	C(50)-C(52)-H(52F)	122.3
C(50)-C(51)-H(51A)	109.5	H(52A)-C(52)-H(52F)	126.2
C(50A)-C(51)-H(51A)	123.0	H(52B)-C(52)-H(52F)	42.1
C(50)-C(51)-H(51B)	109.5	H(52C)-C(52)-H(52F)	67.5
C(50A)-C(51)-H(51B)	73.2	H(52D)-C(52)-H(52F)	109.5
H(51A)-C(51)-H(51B)	109.5	H(52E)-C(52)-H(52F)	109.5
C(50)-C(51)-H(51C)	109.5	C(60)-C(61)-C(60A)	35.0(2)

C(60)-C(61)-H(61A)	109.5	H(62A)-C(62)-H(62F)	67.4
C(60A)-C(61)-H(61A)	123.2	H(62B)-C(62)-H(62F)	69.9
C(60)-C(61)-H(61B)	109.5	H(62C)-C(62)-H(62F)	175.9
C(60A)-C(61)-H(61B)	74.5	H(62D)-C(62)-H(62F)	109.5
H(61A)-C(61)-H(61B)	109.5	H(62E)-C(62)-H(62F)	109.5
C(60)-C(61)-H(61C)	109.5	N(1A)#1-Ni(1)-N(1A)	37.7(4)
C(60A)-C(61)-H(61C)	122.7	N(1A)#1-Ni(1)-N(1)	74.54(16)
H(61A)-C(61)-H(61C)	109.5	N(1A)-Ni(1)-N(1)	61.0(2)
H(61B)-C(61)-H(61C)	109.5	N(1A)#1-Ni(1)-N(1)#1	61.0(2)
C(60)-C(61)-H(61D)	121.4	N(1A)-Ni(1)-N(1)#1	74.54(16)
C(60A)-C(61)-H(61D)	109.4	N(1)-Ni(1)-N(1)#1	39.6(3)
H(61A)-C(61)-H(61D)	39.1	N(1A)#1-Ni(1)-C(3)	161.08(18)
H(61B)-C(61)-H(61D)	70.5	N(1A)-Ni(1)-C(3)	161.08(18)
H(61C)-C(61)-H(61D)	126.1	N(1)-Ni(1)-C(3)	112.05(14)
C(60)-C(61)-H(61E)	124.4	N(1)#1-Ni(1)-C(3)	112.05(14)
C(60A)-C(61)-H(61E)	109.5	N(1A)#1-Ni(1)-C(2)	157.25(19)
H(61A)-C(61)-H(61E)	124.3	N(1A)-Ni(1)-C(2)	125.45(17)
H(61B)-C(61)-H(61E)	66.8	N(1)-Ni(1)-C(2)	113.07(14)
H(61C)-C(61)-H(61E)	42.7	N(1)#1-Ni(1)-C(2)	138.60(17)
H(61D)-C(61)-H(61E)	109.5	C(3)-Ni(1)-C(2)	38.21(8)
C(60)-C(61)-H(61F)	74.5	N(1A)#1-Ni(1)-C(2)#1	125.45(17)
C(60A)-C(61)-H(61F)	109.5	N(1A)-Ni(1)-C(2)#1	157.25(19)
H(61A)-C(61)-H(61F)	70.4	N(1)-Ni(1)-C(2)#1	138.60(17)
H(61B)-C(61)-H(61F)	175.5	N(1)#1-Ni(1)-C(2)#1	113.07(14)
H(61C)-C(61)-H(61F)	66.8	C(3)-Ni(1)-C(2)#1	38.21(8)
H(61D)-C(61)-H(61F)	109.5	C(2)-Ni(1)-C(2)#1	63.93(13)
H(61E)-C(61)-H(61F)	109.5	N(1A)#1-Ni(1)-C(1)	122.49(16)
C(60A)-C(62)-C(60)	35.2(2)	N(1A)-Ni(1)-C(1)	109.06(13)
C(60A)-C(62)-H(62A)	121.4	N(1)-Ni(1)-C(1)	141.04(18)
C(60)-C(62)-H(62A)	109.5	N(1)#1-Ni(1)-C(1)	176.26(13)
C(60A)-C(62)-H(62B)	124.5	C(3)-Ni(1)-C(1)	64.21(10)
C(60)-C(62)-H(62B)	109.5	C(2)-Ni(1)-C(1)	38.49(9)
H(62A)-C(62)-H(62B)	109.5	C(2)#1-Ni(1)-C(1)	64.03(8)
C(60A)-C(62)-H(62C)	74.3	N(1A)#1-Ni(1)-C(1)#1	109.06(13)
C(60)-C(62)-H(62C)	109.5	N(1A)-Ni(1)-C(1)#1	122.49(16)
H(62A)-C(62)-H(62C)	109.5	N(1)-Ni(1)-C(1)#1	176.26(13)
H(62B)-C(62)-H(62C)	109.5	N(1)#1-Ni(1)-C(1)#1	141.04(18)
C(60A)-C(62)-H(62D)	109.4	C(3)-Ni(1)-C(1)#1	64.21(10)
C(60)-C(62)-H(62D)	120.5	C(2)-Ni(1)-C(1)#1	64.03(8)
H(62A)-C(62)-H(62D)	127.2	C(2)#1-Ni(1)-C(1)#1	38.49(9)
H(62B)-C(62)-H(62D)	39.6	C(1)-Ni(1)-C(1)#1	38.00(13)
H(62C)-C(62)-H(62D)	70.1	N(1)-Ni(2)-N(1)#1	39.8(3)
C(60A)-C(62)-H(62E)	109.5	N(1)-Ni(2)-N(1A)	61.1(2)
C(60)-C(62)-H(62E)	125.4	N(1)#1-Ni(2)-N(1A)	74.70(17)
H(62A)-C(62)-H(62E)	42.2	N(1)-Ni(2)-N(1A)#1	74.70(16)
H(62B)-C(62)-H(62E)	123.2	N(1)#1-Ni(2)-N(1A)#1	61.1(2)
H(62C)-C(62)-H(62E)	67.3	N(1A)-Ni(2)-N(1A)#1	37.6(4)
H(62D)-C(62)-H(62E)	109.5	N(1)-Ni(2)-C(5)#1	158.53(19)
C(60A)-C(62)-H(62F)	109.5	N(1)#1-Ni(2)-C(5)#1	124.68(16)
C(60)-C(62)-H(62F)	74.4	N(1A)-Ni(2)-C(5)#1	137.23(19)

Daten der Kristallstrukturanalysen

N(1A)#1-Ni(2)-C(5)#1	113.04(14)
N(1)-Ni(2)-C(5)	124.68(16)
N(1)#1-Ni(2)-C(5)	158.53(19)
N(1A)-Ni(2)-C(5)	113.04(14)
N(1A)#1-Ni(2)-C(5)	137.23(19)
C(5)#1-Ni(2)-C(5)	64.18(13)
N(1)-Ni(2)-C(4)	159.97(17)
N(1)#1-Ni(2)-C(4)	159.97(18)
N(1A)-Ni(2)-C(4)	111.21(15)
N(1A)#1-Ni(2)-C(4)	111.21(15)
C(5)#1-Ni(2)-C(4)	38.28(8)
C(5)-Ni(2)-C(4)	38.28(8)
N(1)-Ni(2)-C(6)	109.69(13)
N(1)#1-Ni(2)-C(6)	123.92(16)
N(1A)-Ni(2)-C(6)	141.86(18)
N(1A)#1-Ni(2)-C(6)	174.90(15)
C(5)#1-Ni(2)-C(6)	63.84(8)
C(5)-Ni(2)-C(6)	38.19(9)
C(4)-Ni(2)-C(6)	63.77(10)
N(1)-Ni(2)-C(6)#1	123.92(16)
N(1)#1-Ni(2)-C(6)#1	109.69(13)
N(1A)-Ni(2)-C(6)#1	174.90(15)
N(1A)#1-Ni(2)-C(6)#1	141.86(18)
C(5)#1-Ni(2)-C(6)#1	38.19(9)
C(5)-Ni(2)-C(6)#1	63.84(8)
C(4)-Ni(2)-C(6)#1	63.77(10)
C(6)-Ni(2)-C(6)#1	37.90(13)
N(1)#1-N(1)-Ni(2)	70.11(17)
N(1)#1-N(1)-Ni(1)	70.22(17)
Ni(2)-N(1)-Ni(1)	105.34(18)
N(1A)#1-N(1A)-Ni(1)	71.14(18)
N(1A)#1-N(1A)-Ni(2)	71.18(17)
Ni(1)-N(1A)-Ni(2)	105.40(19)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms: #1 x, -y+3/2, z

Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 59 (1017o).

The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	43(1)	51(1)	35(1)	20(1)	3(1)	2(1)
C(2)	43(1)	31(1)	60(2)	-15(1)	5(1)	-4(1)
C(3)	41(2)	73(2)	20(2)	0	-2(1)	0
C(10)	62(3)	25(3)	24(2)	2(2)	-2(2)	-2(2)
C(20)	64(3)	24(2)	32(3)	-8(2)	0(2)	-4(2)
C(10A)	68(3)	22(3)	24(2)	1(2)	0(2)	-2(2)
C(20A)	64(3)	29(2)	21(3)	-6(2)	2(2)	-4(2)
C(30)	51(2)	39(3)	20(2)	-2(1)	-1(2)	-2(2)
C(11)	73(2)	38(1)	39(1)	10(1)	-6(1)	5(1)
C(12)	68(2)	45(1)	34(1)	6(1)	5(1)	-13(1)
C(21)	73(2)	35(1)	45(1)	-9(1)	-2(1)	5(1)
C(22)	73(2)	39(1)	44(1)	-9(1)	0(1)	-15(1)
C(31)	62(2)	76(3)	28(2)	0	3(2)	0
C(32)	55(2)	74(2)	30(2)	0	-8(2)	0
C(4)	40(2)	79(3)	25(2)	0	-3(1)	0
C(5)	38(1)	30(1)	68(2)	17(1)	4(1)	4(1)
C(6)	38(1)	50(1)	40(1)	-22(1)	5(1)	-1(1)
C(40)	69(3)	48(3)	26(2)	4(2)	-13(2)	-3(2)
C(50)	53(3)	23(2)	34(3)	8(2)	-1(2)	2(2)
C(60)	56(3)	25(3)	26(2)	-3(2)	4(2)	-1(2)
C(50A)	53(3)	29(2)	29(3)	8(2)	-1(2)	6(2)
C(60A)	62(3)	20(2)	24(2)	0(2)	4(2)	6(2)
C(41)	106(3)	74(3)	23(2)	0	6(2)	0
C(42)	91(3)	73(3)	52(2)	0	-38(2)	0
C(51)	66(2)	35(1)	45(1)	11(1)	1(1)	-3(1)
C(52)	62(2)	41(1)	63(2)	15(1)	-1(1)	15(1)
C(61)	75(2)	30(1)	37(1)	-8(1)	-6(1)	-3(1)
C(62)	72(2)	41(1)	43(1)	-5(1)	16(1)	14(1)
Ni(1)	43(1)	27(1)	24(1)	0	-1(1)	0
Ni(2)	38(1)	24(1)	23(1)	0	0(1)	0
N(1)	23(2)	134(5)	66(3)	-69(3)	0(2)	1(2)
N(1A)	25(2)	137(5)	65(3)	71(3)	9(2)	14(2)

Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 59 1017o.

	x	y	z	U(eq)
H(10)	1538	7239	9420	44
H(20)	1413	5642	6916	48
H(10A)	1398	5804	7752	45
H(20A)	1358	6178	4161	45
H(30)	1339	6614	3645	44
H(11A)	2289	6494	8811	75
H(11B)	1933	5695	8550	75
H(11C)	1987	6063	10037	75
H(11D)	2258	6182	8429	75
H(11E)	1960	5689	9598	75
H(11F)	2019	6669	9690	75
H(12A)	681	6730	9038	73
H(12B)	975	6209	10182	73
H(12C)	919	5841	8695	73
H(12D)	652	6413	8672	73
H(12E)	1004	6814	9838	73
H(12F)	944	5834	9741	73
H(21A)	1832	4855	5307	77
H(21B)	2187	5626	5739	77
H(21C)	1874	5640	4341	77
H(21D)	2178	5783	5077	77
H(21E)	1842	4989	4656	77
H(21F)	1883	5251	6205	77
H(22A)	576	5833	5915	78
H(22B)	821	4963	5488	78
H(22C)	831	5718	4454	78
H(22D)	562	5943	5278	78
H(22E)	858	5358	6332	78
H(22F)	820	5096	4783	78
H(31A)	2119	7308	3174	83
H(31B)	1788	8103	2727	83
H(31C)	1742	7266	1882	83
H(32A)	520	7304	3743	79
H(32B)	737	7267	2233	79
H(32C)	782	8103	3078	79
H(40)	4134	6591	8569	58
H(50)	4010	5639	5287	44
H(60)	3984	7253	2806	43
H(50A)	4083	6183	8093	45
H(60A)	4037	5792	4509	42
H(41A)	3347	7298	9107	102
H(41B)	3680	8104	9487	102
H(41C)	3736	7286	10376	102
H(42A)	4949	7298	8472	108
H(42B)	4730	7287	9982	108

H(42C)	4677	8104	9091	108
H(51A)	3245	5694	6562	73
H(51B)	3586	5648	7915	73
H(51C)	3576	4881	6903	73
H(51D)	3260	5818	7184	73
H(51E)	3588	5010	7576	73
H(51F)	3545	5289	6036	73
H(52A)	4858	5767	6301	83
H(52B)	4586	4920	6751	83
H(52C)	4598	5687	7762	83
H(52D)	4876	5880	6942	83
H(52E)	4557	5327	5885	83
H(52F)	4594	5049	7426	83
H(61A)	3196	6572	3284	71
H(61B)	3516	5747	3618	71
H(61C)	3515	6107	2120	71
H(61D)	3206	6247	3675	71
H(61E)	3517	5748	2534	71
H(61F)	3495	6733	2483	71
H(62A)	4815	6665	3325	78
H(62B)	4532	6161	2144	78
H(62C)	4536	5802	3643	78
H(62D)	4522	5820	2512	78
H(62E)	4826	6294	3693	78
H(62F)	4525	6806	2551	78

Dank

Ich möchte mich bei all denen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Besonderer Dank gilt:

- Dr. H. Kelm, Dr. Y. Sun und Dr. G. Wolmershäuser für die Anfertigung von Kristallstrukturanalysen.
 - C. Müller für die NMR-Messungen.
 - F. Menges für die Messung von ESI-Massenspektren.
 - K. Muller für die Messung des GC-Massenspektrums.
 - B. Dusch und J. Elmer für die Elementaranalysen.
 - A. Ahrens für die Messung der Mössbauerspektren.
 - Prof. Dr. C. van Wüllen für die orientierende Berechnungen am Stickstoffkomplex.
 - Meinen Forschungspraktikanten T. Bonk, D. Schaffner und S. Schmitt.
 - Allen Mitarbeitern der Arbeitsgruppen Krüger, Sitzmann und Thiel für die angenehme Arbeitsatmosphäre und die gute Zusammenarbeit.
-

Lebenslauf - Curriculum Vitae

Persönliche Daten

Name	Weismann
Vorname	Daniel
Geburtsdatum	26. Mai 1981
Geburtsort	Landstuhl
Familienstand	ledig
Staatsangehörigkeit	deutsch
Eltern	Hubert August Weismann Josefa Weismann geb. Knoth

Schulbildung

08/1987 - 07/1991	Grundschule Münchweiler an der Alsenz
08/1991 - 07/1997	Realschule Rockenhausen (Abschluss: Mittlere Reife)
08/1997 - 07/2000	Staatliches Heinrich Heine Gymnasium Kaiserslautern (Abschluss: Allgemeine Hochschulreife)

Studium

10/2000 - 09/2003	Vordiplom im Fach Chemie an der Technischen Universität Kaiserslautern
10/2003 - 06/2006	Diplom im Fach Chemie an der Technischen Universität Kaiserslautern Diplomarbeit im Arbeitskreis von Prof. Dr. H. Sitzmann
10/2006 - Heute	Promotion im Arbeitskreis von Prof. Dr. H. Sitzmann an der Technischen Universität Kaiserslautern

Auslandsaufenthalt

05/2008 - 11/2008	Forschungsaufenthalt an der Syracuse University in New York im Arbeitskreis von Prof. Dr. K. Ruhlandt- Senge
-------------------	--
