

Synthese und Charakterisierung von Cobalt(II)-, Eisen(II)- und Eisen(III)-Komplexen mit interessanten magnetischen Eigenschaften

(Teil B)

Dipl.-Chem. Sabine Reh

Synthese und Charakterisierung von Cobalt(II)-, Eisen(II)- und Eisen(III)-Komplexen mit interessanten magnetischen Eigenschaften

(Teil B: Anhang)

Vom Fachbereich Chemie
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades
„Doktor der Naturwissenschaften“ (Dr. rer. nat.)
genehmigte Dissertation
(D 386)

vorgelegt von
Dipl.-Chem. Sabine Reh

Betreuer der Arbeit: Prof. H.-J. Krüger, Ph. D.

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 15.05.2013

Kaiserslautern 2013

Vom Fachbereich Chemie der Technischen Universität Kaiserslautern am 15.05.2013 als
Dissertation angenommen.

Dekan:

Prof. Dr.-Ing. Jens Hartung

Vorsitzender der Prüfungskommission:

Prof. Dr. Stefan Kubik

1. Berichterstatter:

Prof. Hans-Jörg Krüger, Ph.D.

2. Berichterstatter:

Prof. Dr. Helmut Sitzmann

Die der vorliegenden Arbeit zugrunde liegenden Experimente wurden in der Zeit von Juli 2007 bis Februar 2013 im Fachbereich Chemie der Technischen Universität Kaiserslautern in der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Hans-Jörg Krüger, Ph. D. durchgeführt.

Inhaltsverzeichnis Teil A

Abkürzungsverzeichnis	V
Verbindungsverzeichnis	VIII
1. Einleitung	1
1.1. Das Spincrossover-Phänomen	1
1.1.1. Thermisch induzierte Spinübergänge in Eisen(II)- und Cobalt(II)- Komplexen	5
1.2. Der <i>intermediate-spin</i> -Zustand	12
1.3. Vorstellung der primären Liganden	16
1.4. Zielsetzung	17
2. Eigene Ergebnisse	19
2.1. Cobalt-Komplexe	19
2.1.1. Synthese und Charakterisierung von Cobalt(II)-Komplexen mit dem Liganden <i>N,N'</i> -Dimethyl-2,11-diaza[3.3](2,6)pyridinophan	19
2.1.2. Synthese und Charakterisierung von Cobalt(II)-Komplexen mit dem Liganden <i>N,N'</i> -Di- <i>tert</i> -butyl-2,11-diaza[3.3](2,6)pyridinophan	80
2.1.3. Vergleich der Cobalt(II)- mit den analogen Eisen(II)-Komplexen	134
2.1.4. Der Cobalt(III)-Komplex $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$	138
2.2. Eisen-Komplexe	146
2.2.1. Eisen(II)-Komplexe	146
2.2.2. Der Eisen(II)-Radikal-Komplex $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$	181
2.2.3. Der Eisen(III)-Komplex $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$	192
3. Zusammenfassung und Ausblick	207
4. Experimenteller Teil	217
4.1. Analysemethoden und -geräte	217
4.2. Ausgangsverbindungen	221
4.3. Versuchsbeschreibungen	223
4.3.1. Synthese von 2,2'-Bis-2-imidazolin	224
4.3.2. Synthese von $\text{Fe}(\text{OTf})_2 \cdot 2 \text{MeCN}$	225
4.3.3. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{CN})_2]$ (1)	226
4.3.4. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (2a)	227
4.3.5. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (3a)	229
4.3.6. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (4a)	231
4.3.7. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (5a)	233

4.3.8. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (6a) und $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2 \cdot 3 \text{ MeCN}$ (6c)	235
4.3.9. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (7b) und $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2 \cdot 1.5 \text{ MeCN}$ (7d)	238
4.3.10. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (8a)	241
4.3.11. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})](\text{ClO}_4)$ (9a)	243
4.3.12. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (10)	245
4.3.13. Synthese von $\{[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)]_2(\mu\text{-BiBzIm})\}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 2 \text{ MeCN}$ (11b)	247
4.3.14. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{CN})_2] \cdot \text{EtOH}$ (12a)	249
4.3.15. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (13a)	250
4.3.16. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 0.5 \text{ MeCN}$ (14b)	252
4.3.17. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (15a)	254
4.3.18. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4) \cdot \text{EtCN}$ (16b)	256
4.3.19. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe}_2)]$ (17)	258
4.3.20. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18)	260
4.3.21. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (19)	262
4.3.22. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2] \cdot \text{MeCN}$ (20a)	264
4.3.23. Synthese von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$ (21b)	266
4.3.24. Synthese von $\{[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)]_3(\mu\text{-ttcy})\}(\text{OTf})_3 \cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$ (22a) und $\{[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)]_3(\mu\text{-ttcy})\}(\text{PF}_6)_3 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$ (22b)	268
4.3.25. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (23a)	270
4.3.26. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})] \cdot 2 \text{ EtOH}$ (24a)	272
4.3.27. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (25a)	274
4.3.28. Synthese von $\{[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)]_2(\mu\text{-bimin})\}(\text{ClO}_4)_2$ (26a)	276
4.3.29. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (27)	278
4.3.30. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$ (28)	280
4.3.31. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (29)	281
4.3.32. Synthese von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (30b)	282
5. Literatur	285
Danksagung	299
Eidesstattliche Erklärung	303
Lebenslauf	305

Inhaltsverzeichnis Teil B

Abkürzungsverzeichnis	V
Verbindungsverzeichnis	VIII
A. Anhang	A 1
A.1. Natriumtetraphenylborat	A 1
A.2. Natrium-tetrakis-(<i>para</i> -tolyl)borat	A 2
A.3. 2,2'-Bis-2-imidazolin	A 3
A.4. Fe(OTf) ₂ · 2 MeCN	A 4
A.5. [Co(L-N ₄ Me ₂)(CN) ₂] (1)	A 4
A.6. [Co(L-N ₄ Me ₂)(bipy)] ²⁺ (2)	A 5
A.7. [Co(L-N ₄ Me ₂)(en)] ²⁺ (3)	A 10
A.8. [Co(L-N ₄ Me ₂)(ampy)] ²⁺ (4)	A 15
A.9. [Co(L-N ₄ Me ₂)(<i>o</i> -ph)] ²⁺ (5)	A 20
A.10. [Co(L-N ₄ Me ₂)(1,2-dap)] ²⁺ (6)	A 26
A.11. [Co(L-N ₄ Me ₂)(1,3-dap)] ²⁺ (7)	A 32
A.12. [Co(L-N ₄ Me ₂)(NCMe) ₂] ²⁺ (8)	A 38
A.13. [Co(L-N ₄ Me ₂)(pyc)] ⁺ (9)	A 44
A.14. [Co(L-N ₄ Me ₂)(NCS) ₂] (10)	A 47
A.15. [{Co(L-N ₄ Me ₂) ₂ (μ-BiBzIm)] ²⁺ (11)	A 51
A.16. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(CN) ₂] (12)	A 55
A.17. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bipy)] ²⁺ (13)	A 55
A.18. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ampy)] ²⁺ (14)	A 60
A.19. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCMe) ₂] ²⁺ (15)	A 65
A.20. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(pyc)] ⁺ (16)	A 70
A.21. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCSe) ₂] (17)	A 74
A.22. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂] (18)	A 81
A.23. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ox)] (19)	A 87
A.24. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)Cl ₂] (20)	A 90
A.25. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂] ⁺ (21)	A 93
A.26. [{Fe(L-N ₄ Me ₂) ₃ (μ-ttcy)] ³⁺ (22)	A 99
A.27. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(Spy)] ⁺ (23)	A 101
A.28. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(BzImCOO)] (24)	A 106
A.29. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(biminH ₂)] ²⁺ (25)	A 111
A.30. [{Fe(L-N ₄ Me ₂) ₂ (μ-bimin)] ²⁺ (26)	A 115
A.31. [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi)](BPh ₄) ₂ (27)	A 119
A.32. [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{red})](BPh ₄) (28) und [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{dep})](BPh ₄) (29)	A 123

A.33. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(edt)] ⁺ (30)	A 125
A.34. Kristallstrukturen	A 132
A.34.1. [Co(L-N ₄ Me ₂)(CN) ₂] · 1.5 MeCN (1a)	A 133
A.34.2. [Co(L-N ₄ Me ₂)(bipy)](PF ₆) ₂ (2a)	A 134
A.34.3. [Co(L-N ₄ Me ₂)(en)](BPh ₄) ₂ (3a)	A 135
A.34.4. [Co(L-N ₄ Me ₂)(ampy)](ClO ₄) ₂ (4a)	A 138
A.34.5. [Co(L-N ₄ Me ₂)(o-ph)](ClO ₄) ₂ (5a)	A 141
A.34.6. [Co(L-N ₄ Me ₂)(1,2-dap)](B(p-Tol) ₄) ₂ · 3 MeCN (6c)	A 144
A.34.7. [Co(L-N ₄ Me ₂)(1,3-dap)] ²⁺ (7)	A 145
A.34.8. [Co(L-N ₄ Me ₂)(NCMe) ₂](ClO ₄) ₂ (8a)	A 148
A.34.9. [Co(L-N ₄ Me ₂)(pyc)](ClO ₄) (9a)	A 149
A.34.10. [Co(L-N ₄ Me ₂)(NCS) ₂] (10)	A 150
A.34.11. [{Co(L-N ₄ Me ₂) ₂ }(μ-BiBzIm)](ClO ₄) ₂ · 2 MeCN (11b)	A 151
A.34.12. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(CN) ₂] · EtOH (12a)	A 153
A.34.13. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bipy)](BPh ₄) ₂ (13a)	A 155
A.34.14. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ampy)](ClO ₄) ₂ · 0.5 MeCN (14b)	A 158
A.34.15. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCMe) ₂](BPh ₄) ₂ · MeCN (15b)	A 159
A.34.16. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(pyc)](BPh ₄) · EtCN (16b)	A 160
A.34.17. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCSe) ₂] (17)	A 163
A.34.18. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂] (18)	A 167
A.34.19. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ox)] (19)	A 173
A.34.20. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)Cl ₂] · MeCN (20a)	A 175
A.34.21. [Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂](BF ₄) · EtCN (21b)	A 176
A.34.22. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(Spy)](ClO ₄) (23a)	A 177
A.34.23. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(BzImCOO)] · 2 EtOH (24a)	A 179
A.34.24. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(biminH ₂)](ClO ₄) ₂ (25a)	A 180
A.34.25. [{Fe(L-N ₄ Me ₂) ₂ }(μ-bimin)](ClO ₄) ₂ (26a)	A 181
A.34.26. [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi)](BPh ₄) ₂ (27)	A 183
A.34.27. [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{red})](BPh ₄) (28)	A 185
A.34.28. [Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{dep})](BPh ₄) (29)	A 186
A.34.29. [Fe(L-N ₄ Me ₂)(edt)](B(p-Tol) ₄) · MeCN (30b)	A 187

Abkürzungsverzeichnis

1,2-dap	1,2-Diaminopropan
1,3-dap	1,3-Diaminopropan
(6Mepy) ₃ tren	Tris{4-[(6-methyl)-2-pyridyl]-3-aza-3-butenyl}amin
abs.	absolut
ampy	2-(Aminomethyl)pyridin (2-Picolylamin)
arb. units	willkürliche Einheiten (<i>engl.</i> arbitrary units)
BIAN	Bis(phenyl)acenaphtthenchinondiimin
BiBzIm	2,2'-Bibenzimidazol
BiBzImH ₂	2,2'-Bibenzimidazol
bimin	2,2'-Bis-2-imidazolinat
biminH ₂	2,2'-Bis-2-imidazolin
bipy	2,2'-Bipyridin
bmi	Biacetyl-bis-methylimin
bmi _{red}	Biacetyl-bis-methylimin-Radikalanion
bmi _{dep}	einfach deprotoniertes Biacetyl-bis-methylimin
br	breit
BzImCOO	Benzimidazol-2-carboxylat
BzImHCOOH	Benzimidazol-2-carbonsäure
bzw.	beziehungsweise
cat	Catechol
Cp	Cyclopentadienyl
d	Dublett
dabp	2,2'-Diaminobiphenyl
dbc	3,5-Di- <i>tert</i> -butylcatechol
dbsq	3,5-Di- <i>tert</i> -butylsemichinonat
DMF	<i>N,N</i> -Dimethylformamid
DMSO	Dimethylsulfoxid
edt	1,2-Ethandithiolat
en	Ethylendiamin
<i>engl.</i>	englisch
ESR	Elektronenspinresonanz (<i>engl.</i> electron spin resonance)
Et	Ethyl
<i>et al.</i>	und andere (<i>lat.</i> et alii)
etc.	und so weiter (<i>lat.</i> et cetera)
EXAFS	<i>engl.</i> Extended X-Ray Absorption Fine Structure
Fc	Ferrocen
FT	<i>engl.</i> Fourier Transform
H ₂ edt	1,2-Ethandithiol
H ₂ fsa ₂ en	<i>N,N'</i> -Ethylen-bis-(3-carboxysalicylaldimin)
Hpyc	2-Pyridincarbonsäure (Picolinsäure)
HS	<i>high-spin</i>
HSpY	2-Mercaptopyridin
H ₃ ttcy	Trithiocyanursäure
i	irreversibel
ⁱ Pr	<i>iso</i> -Propyl
IR	Infrarot

IS	<i>intermediate-spin</i>
k.A.	keine Angabe
<i>lat.</i>	lateinisch
LD-LISC	<i>engl.</i> Ligand-Driven Light-Induced Spin Change
LIESST	<i>engl.</i> Light-Induced Excited Spin State Trapping
LM	Lösungsmittel
LMCT	<i>engl.</i> Ligand-to-Metal Charge-Transfer
L-N ₄ Me ₂	<i>N,N'</i> -Dimethyl-2,11-diaza[3.3](2,6)pyridinophan
L-N ₄ R ₂	<i>N,N'</i> -Di-R-2,11-diaza[3.3](2,6)pyridinophan
L-N ₂ S ₂	2,11-Dithia[3.3](2,6)pyridinophan
L-N ₄ ^t Bu ₂	<i>N,N'</i> -Di- <i>tert</i> -butyl-2,11-diaza[3.3](2,6)pyridinophan
LS	<i>low-spin</i>
max.	maximal
Me	Methyl
min.	minimal
MLCT	<i>engl.</i> Metal-to-Ligand Charge-Transfer
MW	Molekulargewicht (<i>engl.</i> molecular weight)
n.a.	nicht auswertbar
NIESST	<i>engl.</i> Nuclear Decay Induced Excited Spin State Trapping
NIR	nahes Infrarot (<i>engl.</i> near infrared)
NMR	Magnetische Kernresonanz (<i>engl.</i> nuclear magnetic resonance)
o-ph	<i>ortho</i> -Phenylendiamin
OTf	Triflat (Trifluormethansulfonat)
ox	Oxalat
p-C ₆ H ₄ Cl	<i>para</i> -Chlorphenyl
PdAdH	2,6-Pyridindialdihydrazon
Ph	Phenyl
phen	1,10-Phenanthrolin
Pr	Propyl
p-Tol	<i>para</i> -Tolyl
py	Pyridin
pyc	2-Pyridincarboxylat (2-Picolinat)
q	Quartett
r	reversibel
s	Singulett
Salen	<i>N,N'</i> -Ethylenbis-(salicylimin)
SCE	gesättigte Kalomelektrode (<i>engl.</i> saturated calomel electrode)
S ₂ C ₆ H ₄ ²⁻	1,2-Benzoldithiolat
sh	Schulter (<i>engl.</i> shoulder)
Sp _y	2-Pyridinthiolat
SQUID	<i>engl.</i> Superconducting Quantum Interference Device
t	Triplett
techn.	technisch
<i>tert</i>	tertiär
TBAP	Tetrabutylammoniumperchlorat
^t Bu	<i>tert</i> -Butyl
THF	Tetrahydrofuran
TIP	temperaturunabhängiger Paramagnetismus (<i>engl.</i> temperature-independent paramagnetism)

tripyam	Tris(2-pyridyl)amin
ttcy	Trithiocyanurat
UV/Vis	ultraviolett / sichtbar (<i>engl.</i> ultraviolet / visible)
vgl.	vergleiche
vs.	versus, gegen
z.B.	zum Beispiel

Verbindungsverzeichnis

- 1** [Co(L-N₄Me₂)(CN)₂]
1a [Co(L-N₄Me₂)(CN)₂] · 1.5 MeCN
1b [Co(L-N₄Me₂)(CN)₂] · 2 H₂O
2 [Co(L-N₄Me₂)(bipy)]²⁺
2a [Co(L-N₄Me₂)(bipy)](PF₆)₂
3 [Co(L-N₄Me₂)(en)]²⁺
3a [Co(L-N₄Me₂)(en)](BPh₄)₂
4 [Co(L-N₄Me₂)(ampy)]²⁺
4a [Co(L-N₄Me₂)(ampy)](ClO₄)₂
5 [Co(L-N₄Me₂)(o-ph)]²⁺
5a [Co(L-N₄Me₂)(o-ph)](ClO₄)₂
6 [Co(L-N₄Me₂)(1,2-dap)]²⁺
6a [Co(L-N₄Me₂)(1,2-dap)](ClO₄)₂
6b [Co(L-N₄Me₂)(1,2-dap)](B(p-Tol)₄)₂
6c [Co(L-N₄Me₂)(1,2-dap)](B(p-Tol)₄)₂ · 3 MeCN
7 [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)]²⁺
7a [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)](BPh₄)₂
7b [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)](BPh₄)₂ · MeCN
7c [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)](B(p-Tol)₄)₂
7d [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)](B(p-Tol)₄)₂ · 1.5 MeCN
8 [Co(L-N₄Me₂)(NCMe)₂]²⁺
8a [Co(L-N₄Me₂)(NCMe)₂](ClO₄)₂
9 [Co(L-N₄Me₂)(pyc)]⁺
9a [Co(L-N₄Me₂)(pyc)](ClO₄)
10 [Co(L-N₄Me₂)(NCS)₂]
11 [{Co(L-N₄Me₂)₂(μ-BiBzIm)]²⁺
11a [{Co(L-N₄Me₂)₂(μ-BiBzIm)](ClO₄)₂
11b [{Co(L-N₄Me₂)₂(μ-BiBzIm)](ClO₄)₂ · 2 MeCN
12 [Co(L-N₄^tBu₂)(CN)₂]
12a [Co(L-N₄^tBu₂)(CN)₂] · EtOH
13 [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)]²⁺
13a [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂
13b [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ · MeCN · 0.6 Et₂O
13c [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ · 2 EtCN
14 [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)]²⁺
14a [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)](ClO₄)₂
14b [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)](ClO₄)₂ · 0.5 MeCN
15 [Co(L-N₄^tBu₂)(NCMe)₂]²⁺
15a [Co(L-N₄^tBu₂)(NCMe)₂](ClO₄)₂
15b [Co(L-N₄^tBu₂)(NCMe)₂](BPh₄)₂ · MeCN
16 [Co(L-N₄^tBu₂)(pyc)]⁺
16a [Co(L-N₄^tBu₂)(pyc)](BPh₄)
16b [Co(L-N₄^tBu₂)(pyc)](BPh₄) · EtCN
17 [Co(L-N₄^tBu₂)(NCSe)₂]
18 [Co(L-N₄^tBu₂)(NCS)₂]
19 [Co(L-N₄^tBu₂)(ox)]

- 20 [Co(L-N₄^tBu₂)Cl₂]
20a [Co(L-N₄^tBu₂)Cl₂] · MeCN
21 [Co(L-N₄^tBu₂)(NCS)₂]⁺
21a [Co(L-N₄^tBu₂)(NCS)₂](BF₄)
21b [Co(L-N₄^tBu₂)(NCS)₂](BF₄) · EtCN
22 [{Fe(L-N₄Me₂)₃(μ-ttcy)]³⁺
22a [{Fe(L-N₄Me₂)₃(μ-ttcy)](OTf)₃ · 3 H₂O
22b [{Fe(L-N₄Me₂)₃(μ-ttcy)](PF₆)₃ · 2 H₂O
23 [Fe(L-N₄Me₂)(Spy)]⁺
23a [Fe(L-N₄Me₂)(Spy)](ClO₄)
24 [Fe(L-N₄Me₂)(BzImCOO)]
24a [Fe(L-N₄Me₂)(BzImCOO)] · 2 EtOH
25 [Fe(L-N₄Me₂)(biminH₂)]²⁺
25a [Fe(L-N₄Me₂)(biminH₂)](ClO₄)₂
26 [{Fe(L-N₄Me₂)₂(μ-bimin)]²⁺
26a [{Fe(L-N₄Me₂)₂(μ-bimin)](ClO₄)₂
27 [Fe(L-N₄^tBu₂)(bmi)](BPh₄)₂
28 [Fe(L-N₄^tBu₂)(bmi_{red})](BPh₄)
29 [Fe(L-N₄^tBu₂)(bmi_{dep})](BPh₄)
30 [Fe(L-N₄Me₂)(edt)]⁺
30a [Fe(L-N₄Me₂)(edt)](B(p-Tol)₄)
30b [Fe(L-N₄Me₂)(edt)](B(p-Tol)₄) · MeCN

A. Anhang

A.1. Natriumtetraphenylborat

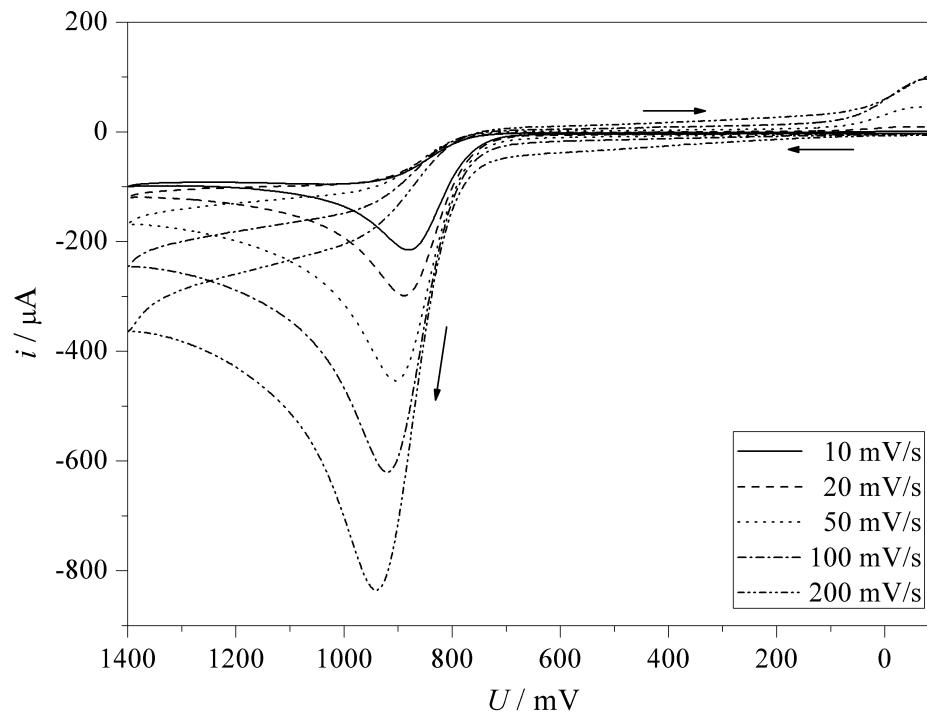


Abbildung A.1.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von Natriumtetraphenylborat (NaBPh₄) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.2. Natrium-tetrakis-(*para*-tolyl)borat

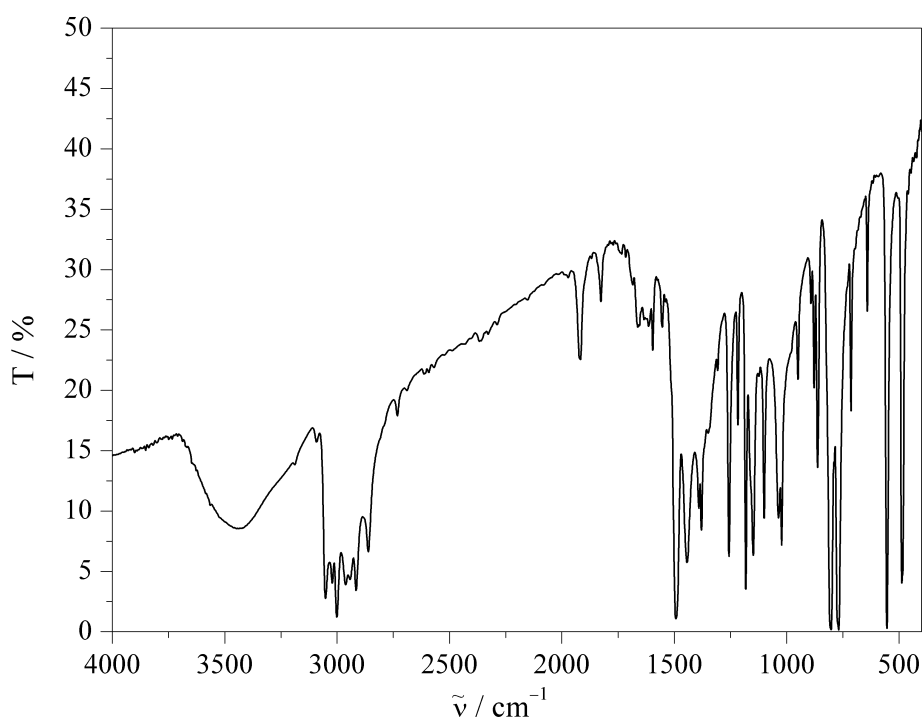


Abbildung A.2.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von Natrium-tetrakis-(*para*-tolyl)borat ($\text{NaB}(\text{p-Tol})_4$).

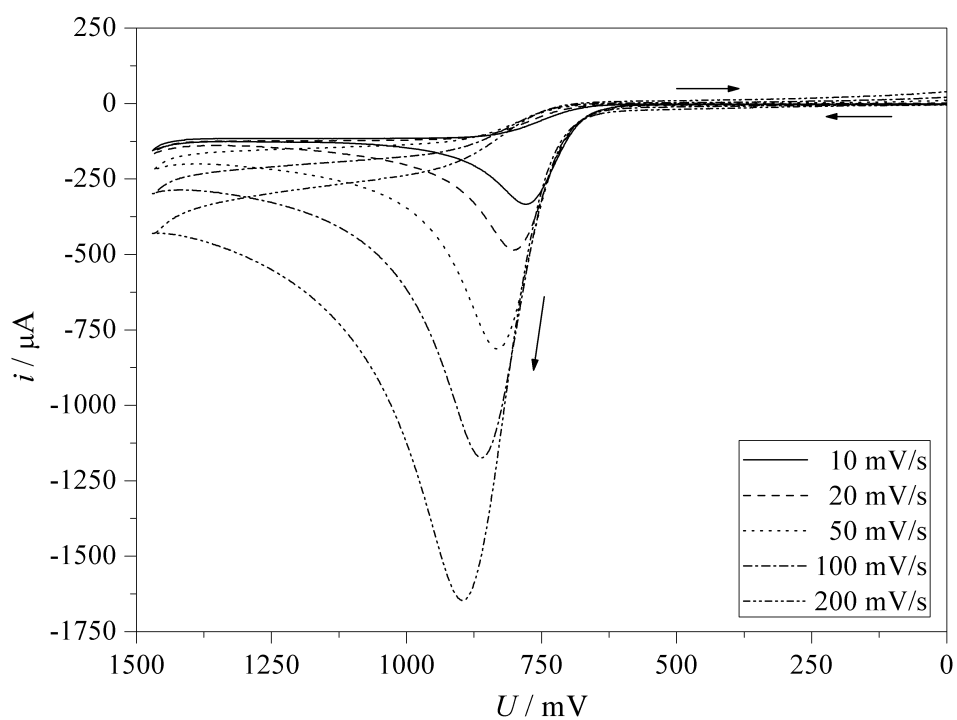
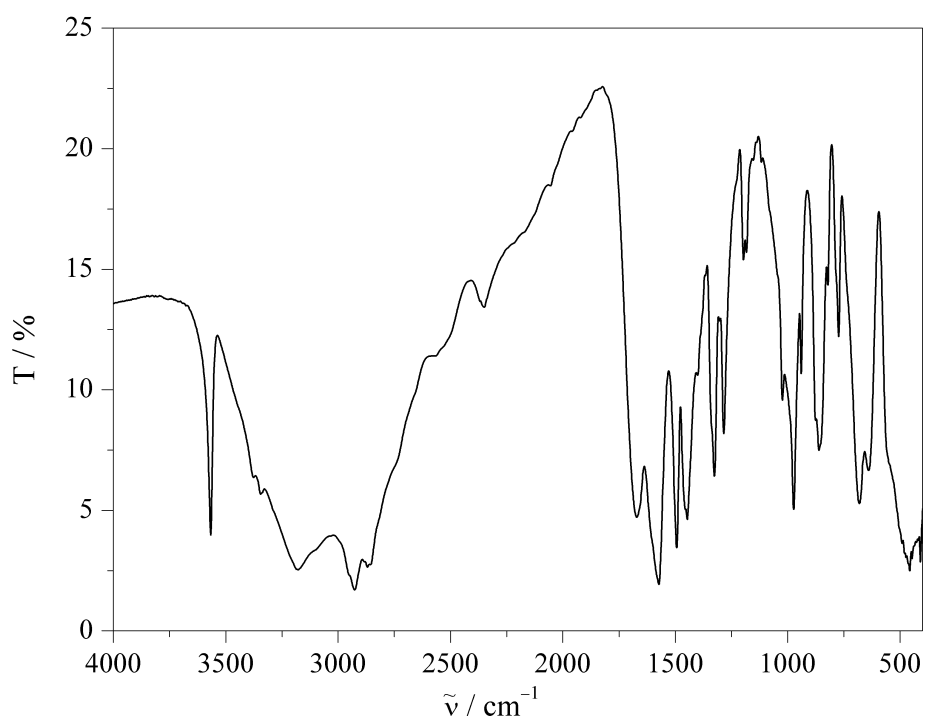
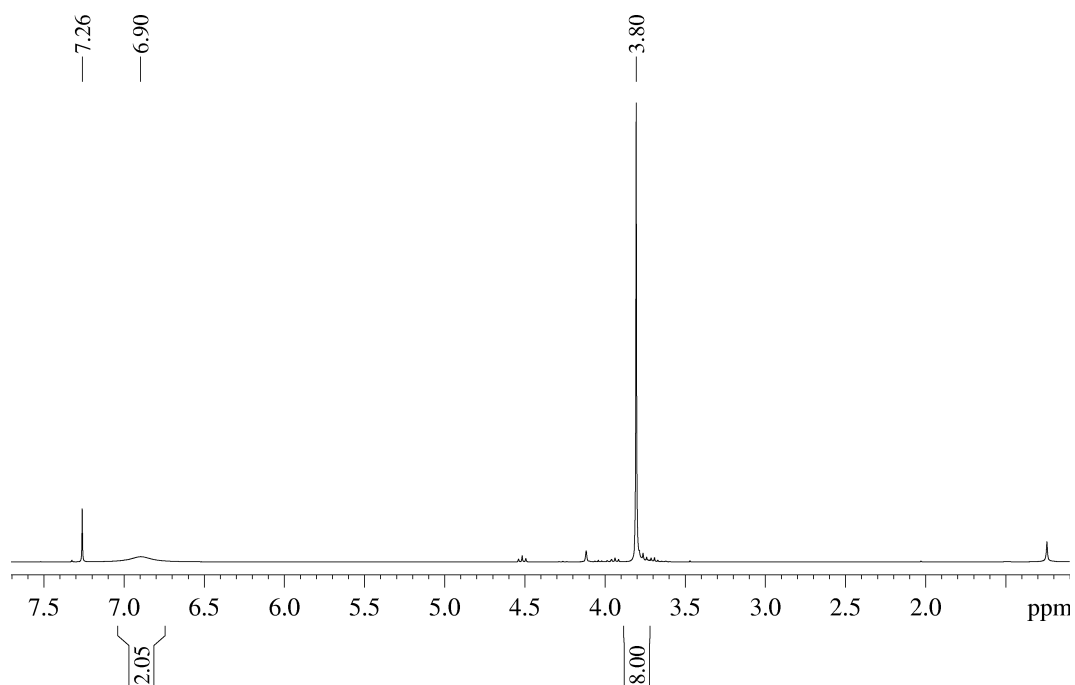


Abbildung A.3.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von Natrium-tetrakis-(*para*-tolyl)borat ($\text{NaB}(\text{p-Tol})_4$) in 0.2M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.3. 2,2'-Bis-2-imidazolin

Abbildung A.4.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von 2,2'-Bis-2-imidazolin (biminH₂).Abbildung A.5.: ¹H-NMR-Spektrum von 2,2'-Bis-2-imidazolin (biminH₂) in CDCl₃ (400 MHz).

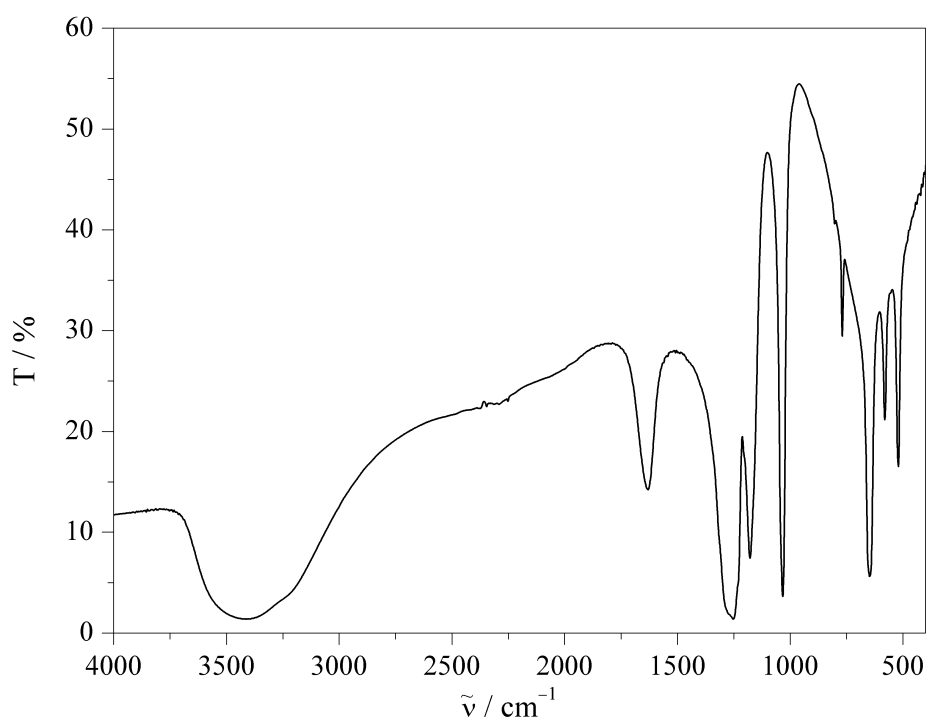
A.4. $\text{Fe}(\text{OTf})_2 \cdot 2 \text{MeCN}$ 

Abbildung A.6.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $\text{Fe}(\text{OTf})_2 \cdot 2 \text{MeCN}$.

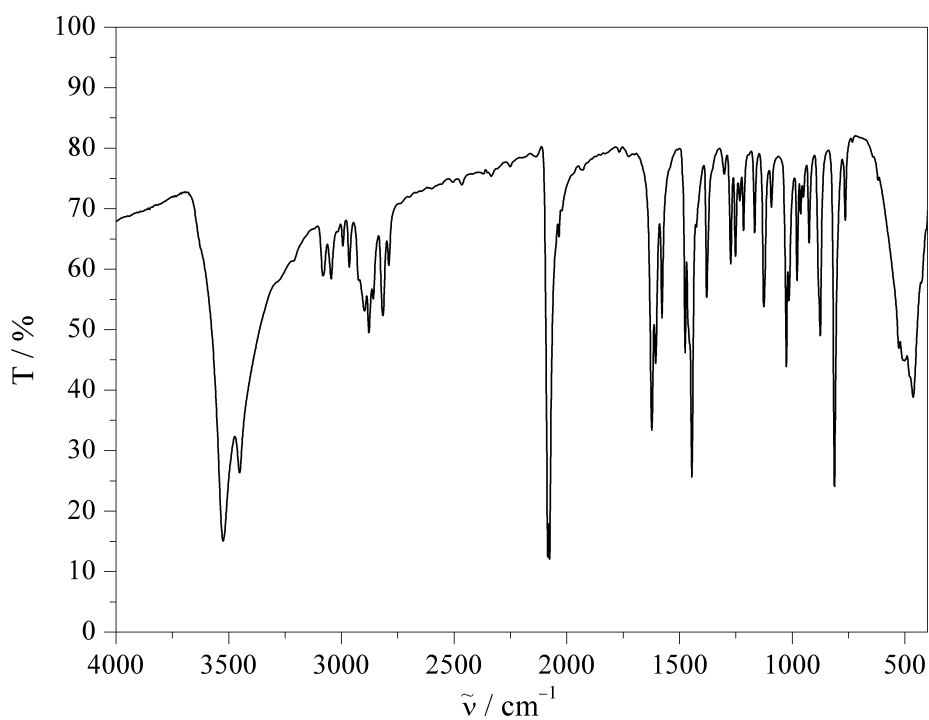
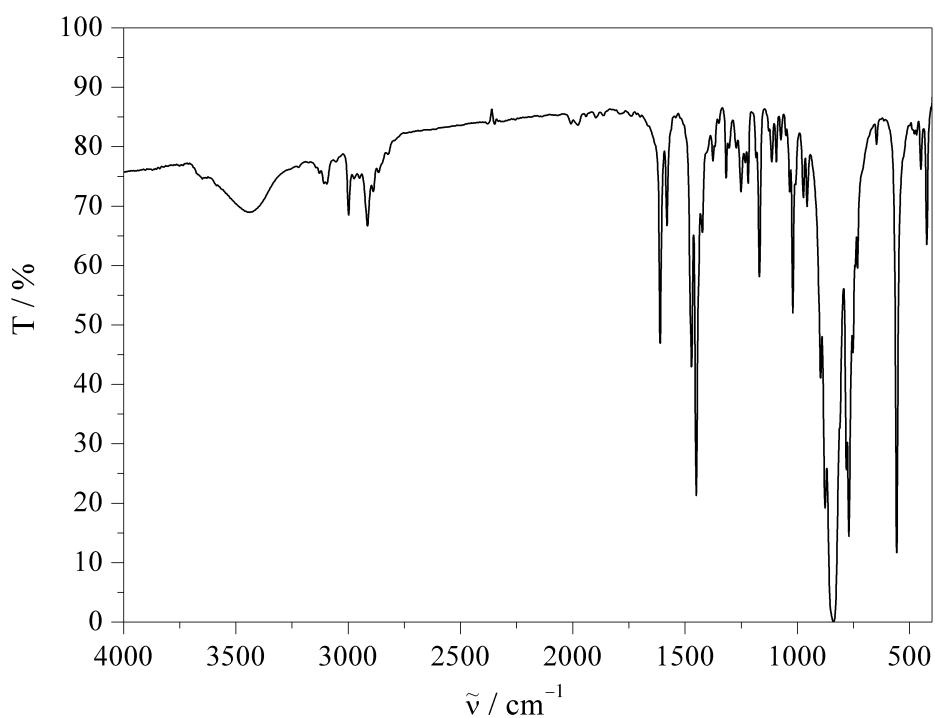
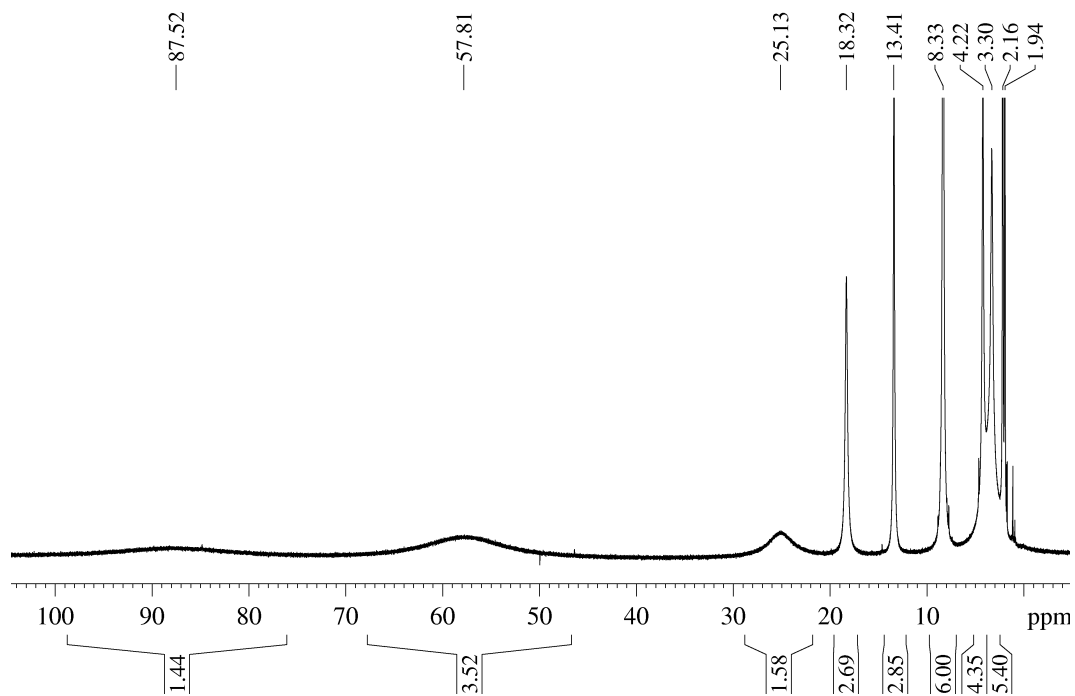
A.5. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{CN})_2]$ (1)

Abbildung A.7.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{CN})_2]$ (1).

A.6. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**2**)Abbildung A.8.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**).Abbildung A.9.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) in CD_3CN (400 MHz).

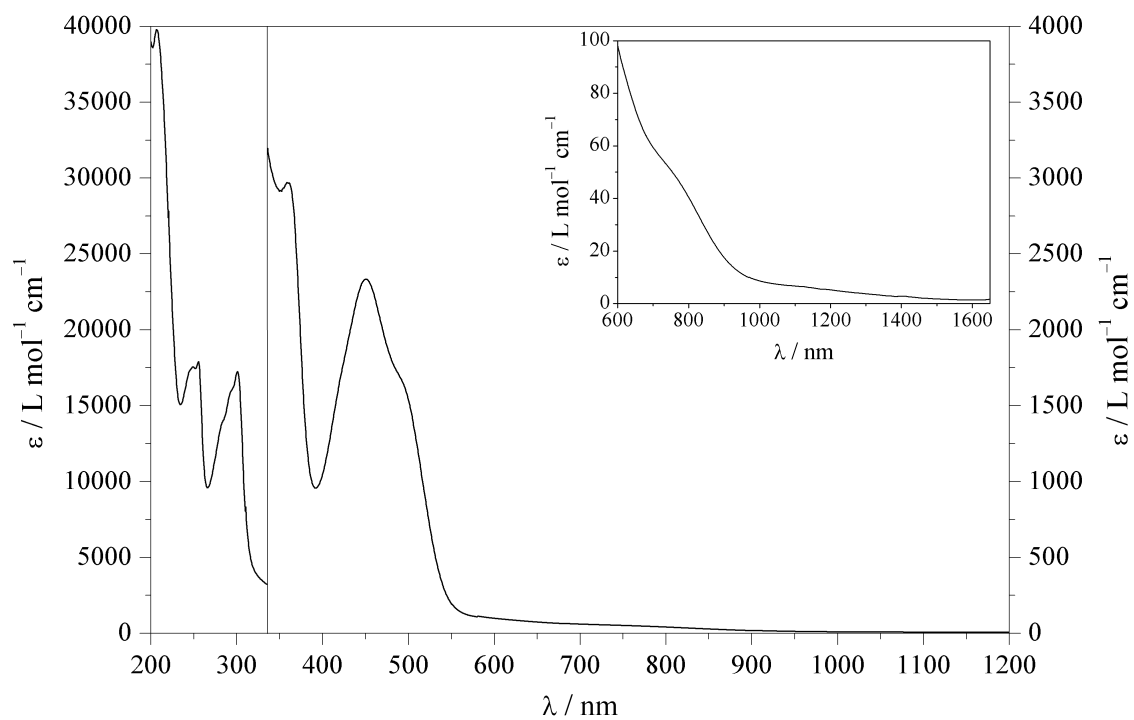


Abbildung A.10.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**2**) in Acetonitril.

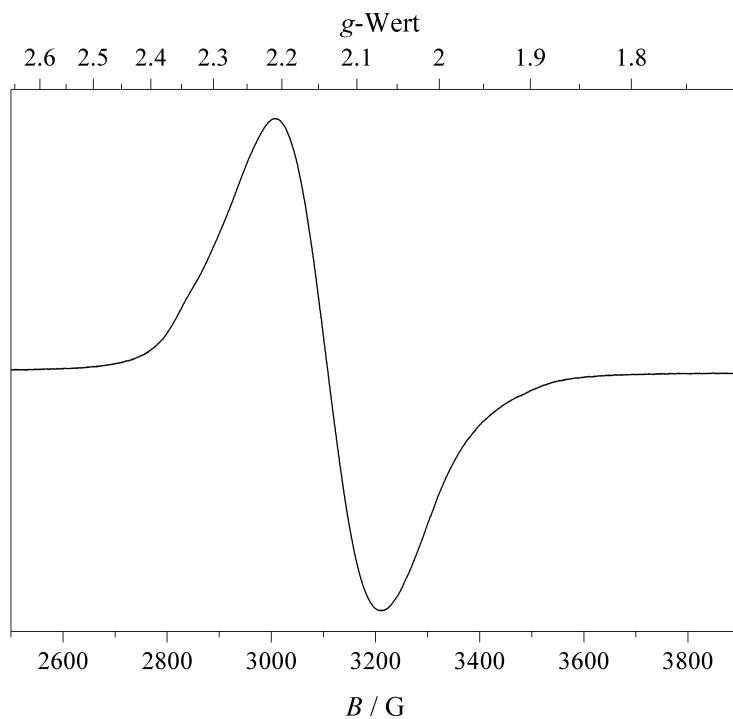


Abbildung A.11.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**2**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in MeCN) bei 135 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

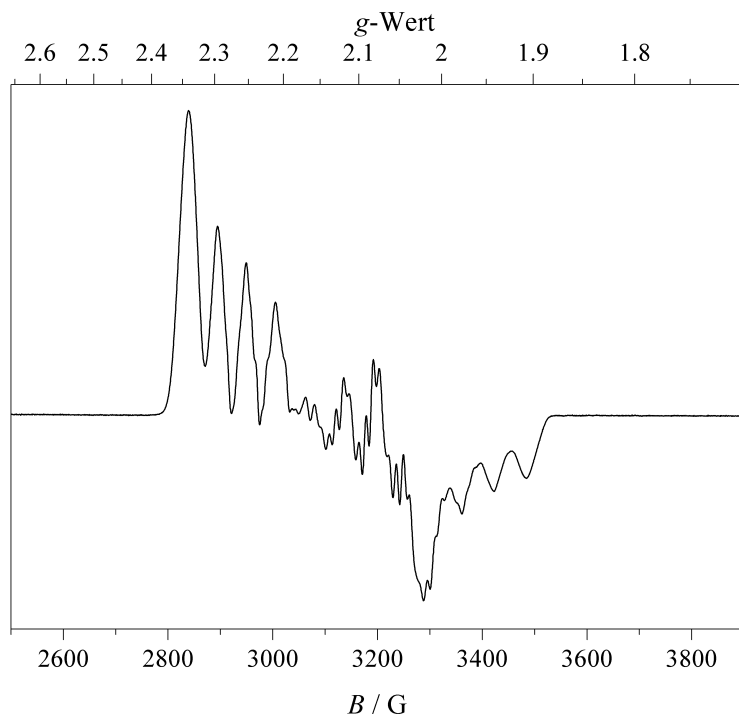


Abbildung A.12.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**2**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

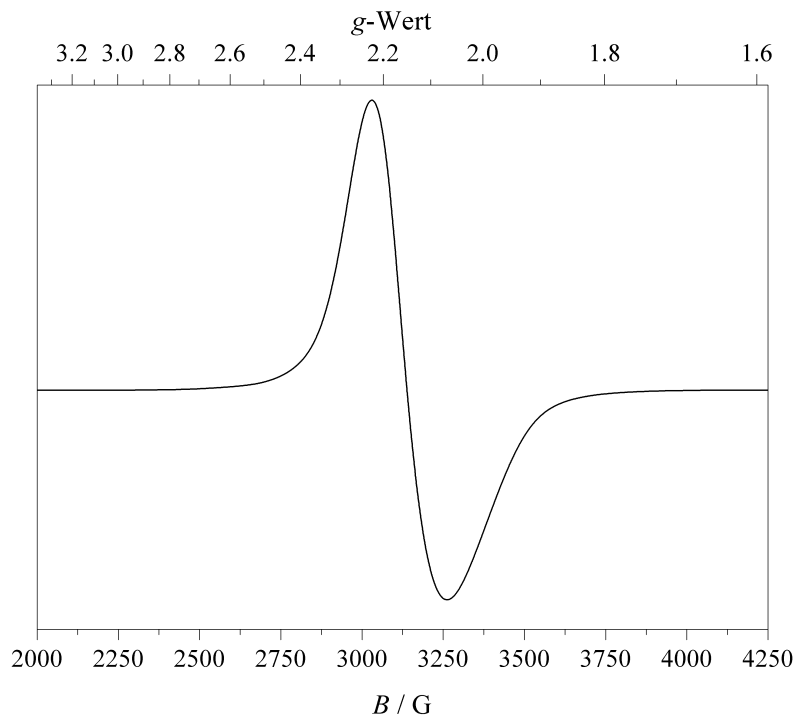


Abbildung A.13.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

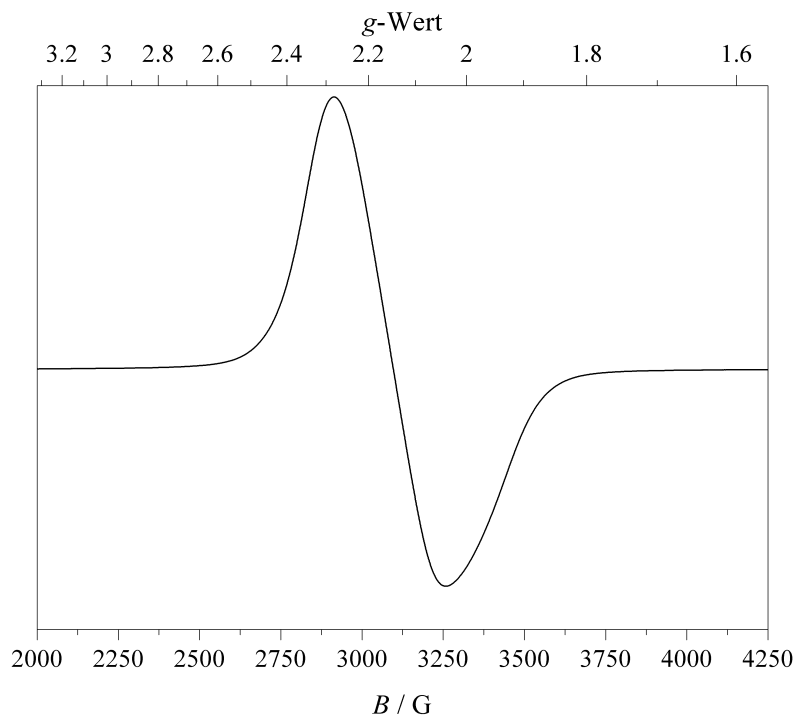


Abbildung A.14.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) (Feststoff) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

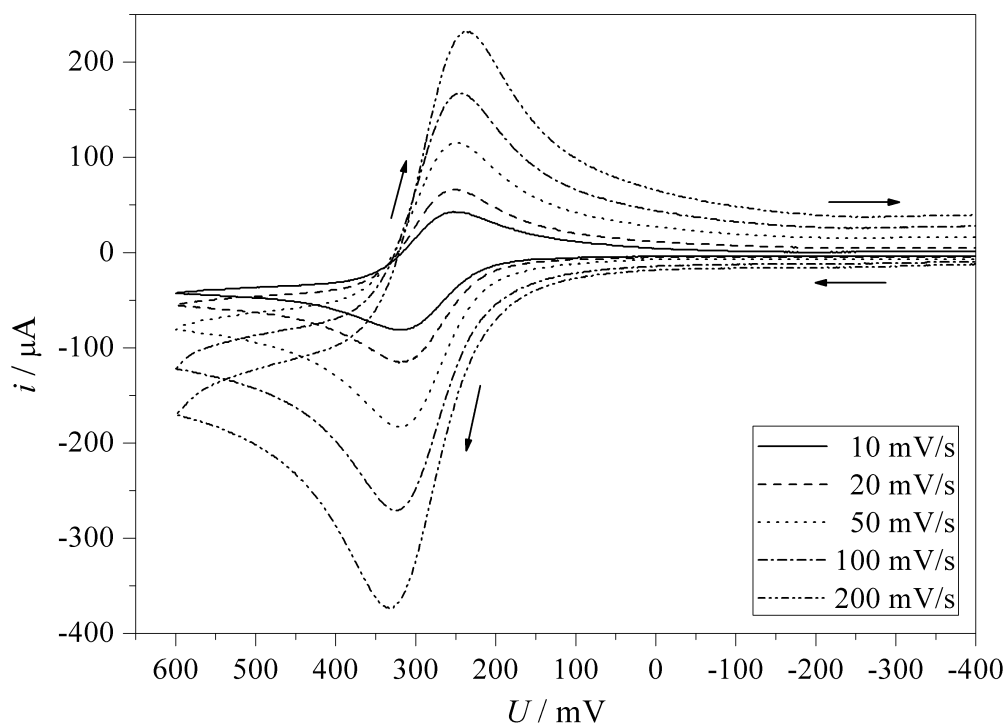


Abbildung A.15.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

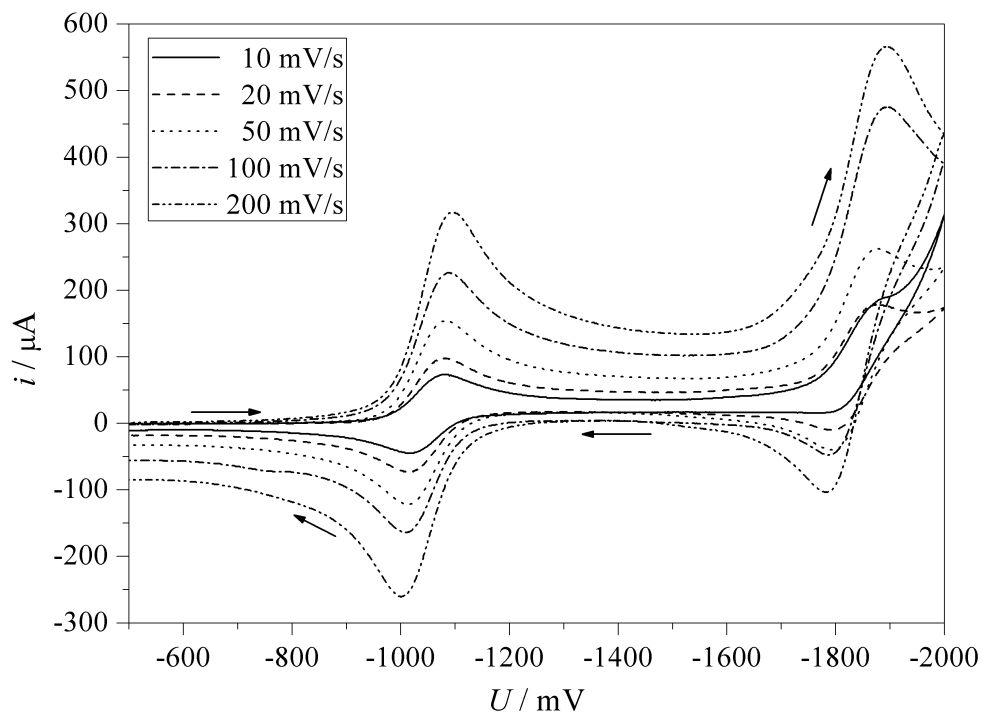


Abbildung A.16.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

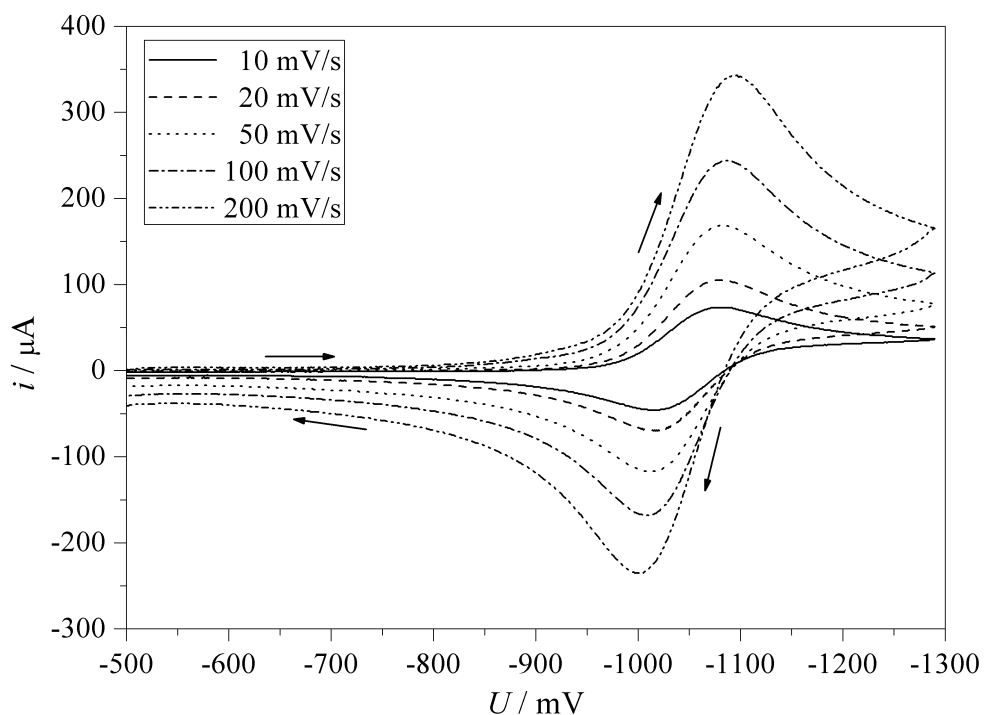
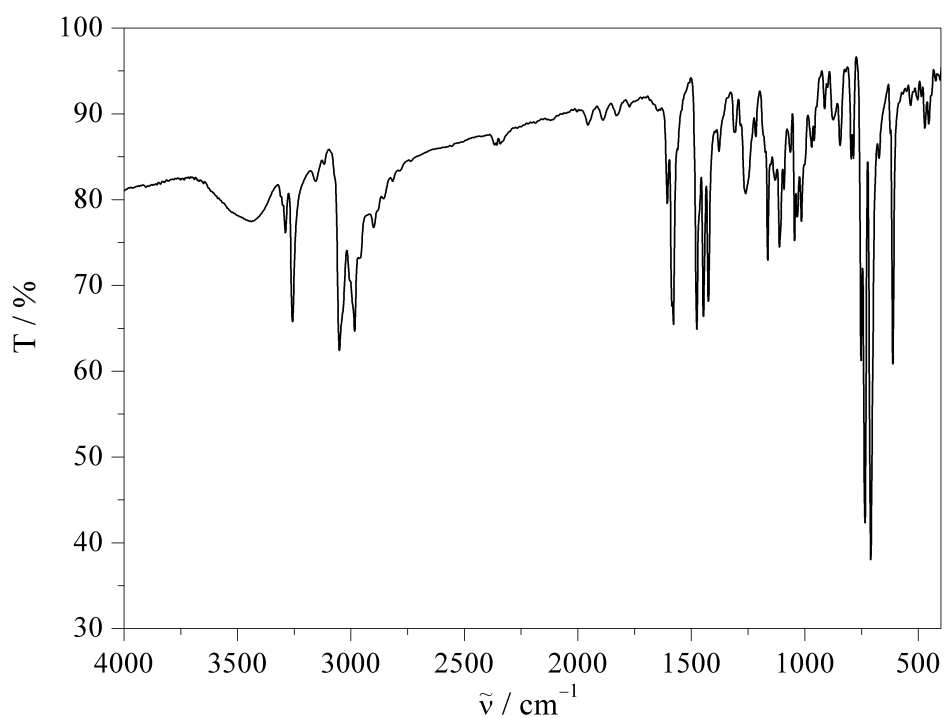
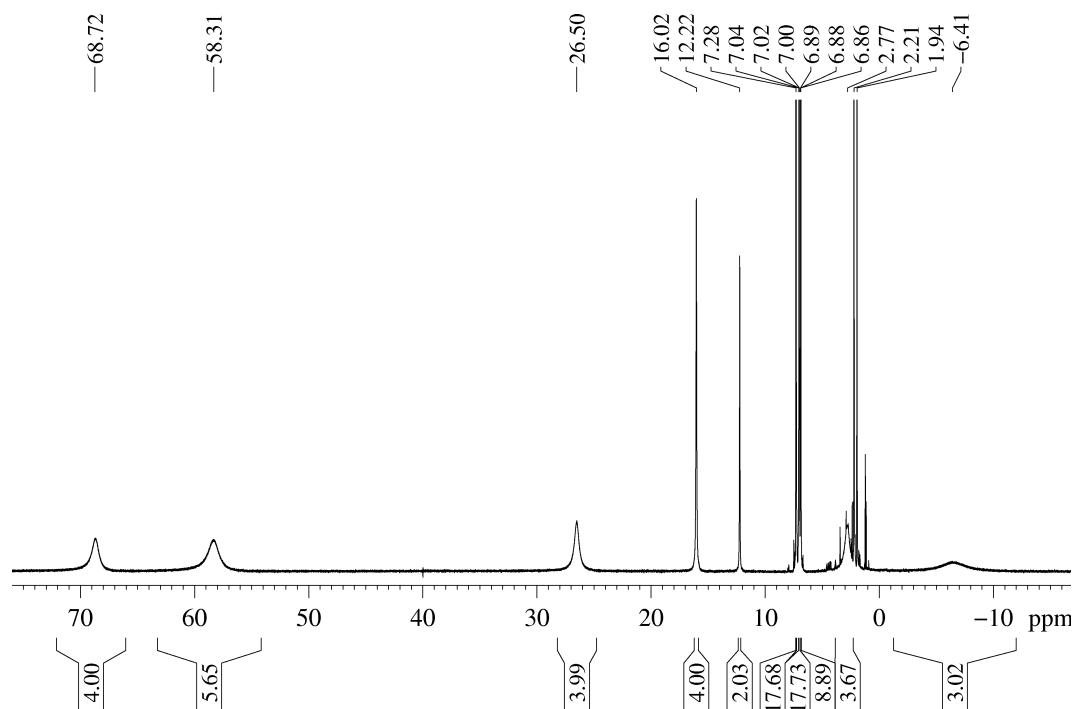


Abbildung A.17.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{bipy})](\text{PF}_6)_2$ (**2a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.7. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})]^{2+}$ (3)Abbildung A.18.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**).Abbildung A.19.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**) in CD_3CN (400 MHz).

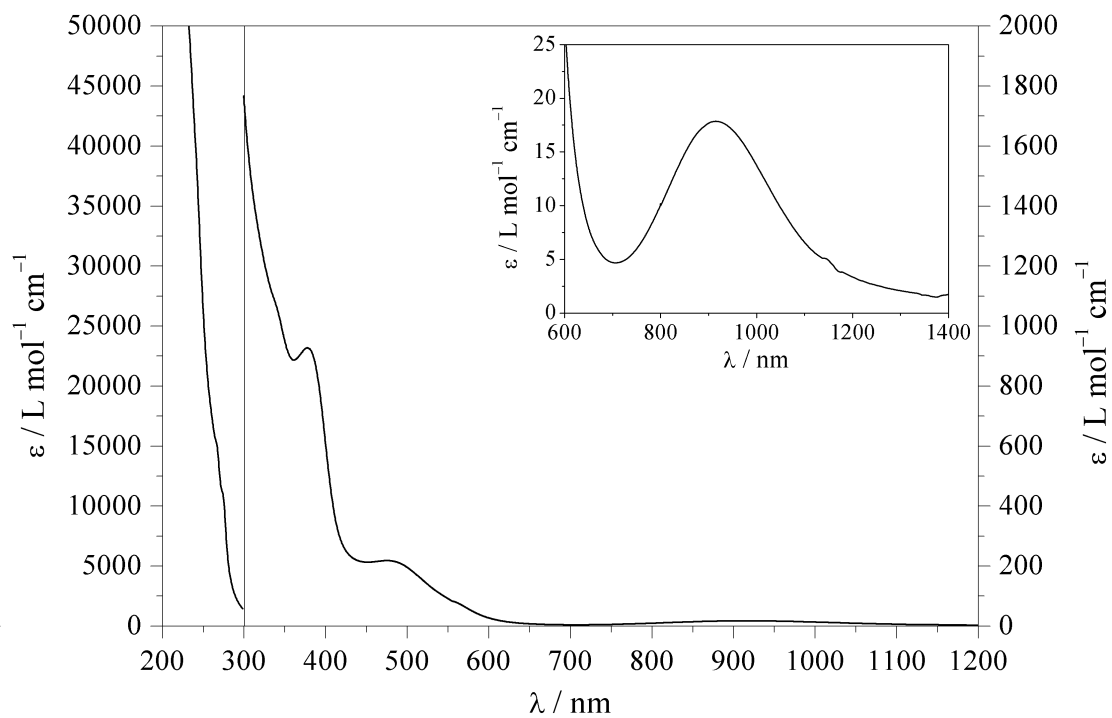


Abbildung A.20.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})]^{2+}$ (**3**) in Acetonitril.

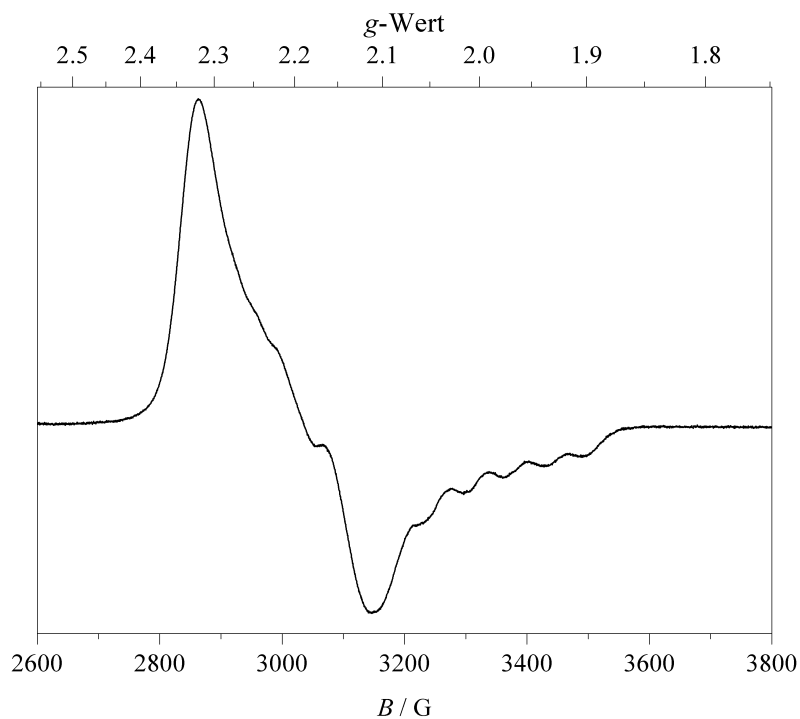


Abbildung A.21.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})]^{2+}$ (**3**) in gefrorener Lösung (ca. 2 mM in MeCN) bei 135 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

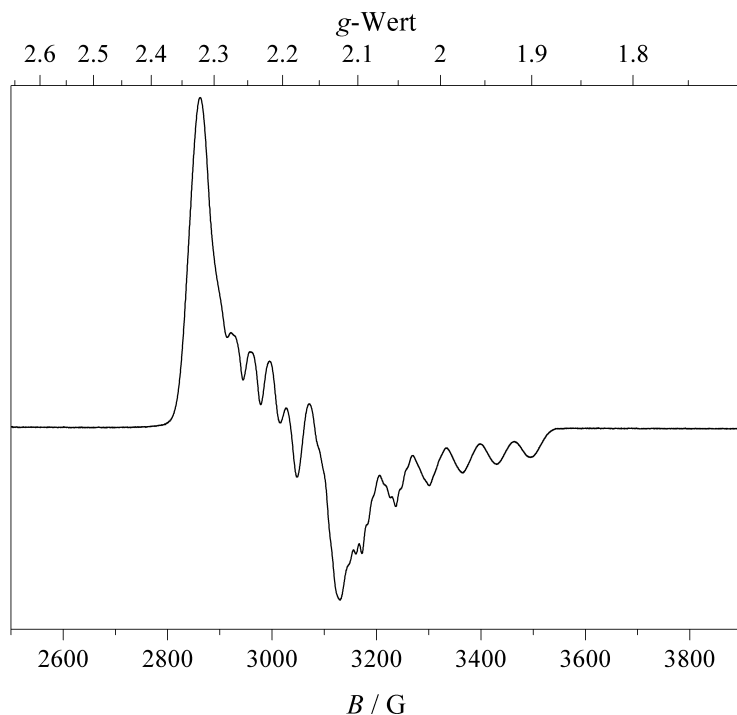


Abbildung A.22.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})]^{2+}$ (**3**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

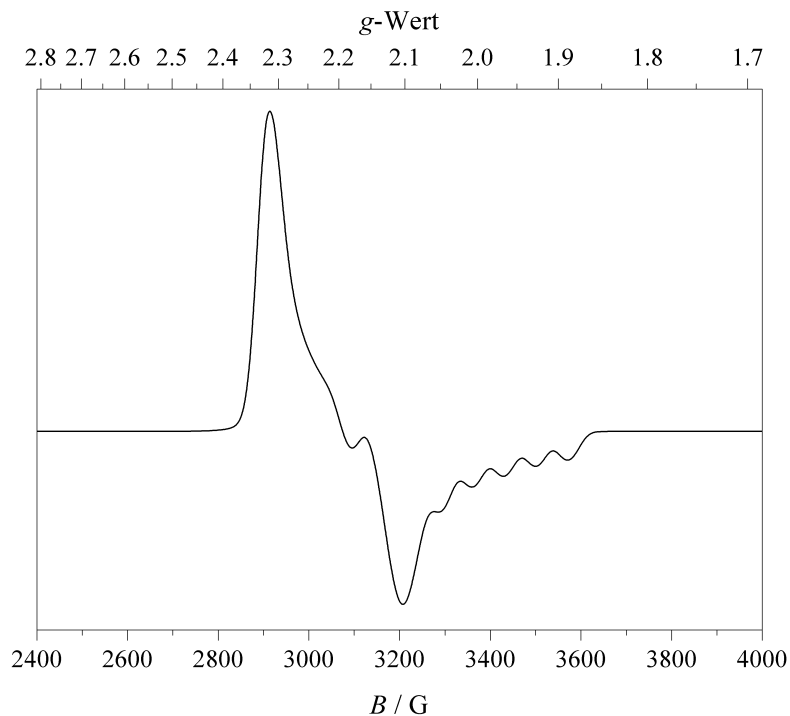


Abbildung A.23.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**) (Feststoff, Pulver) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

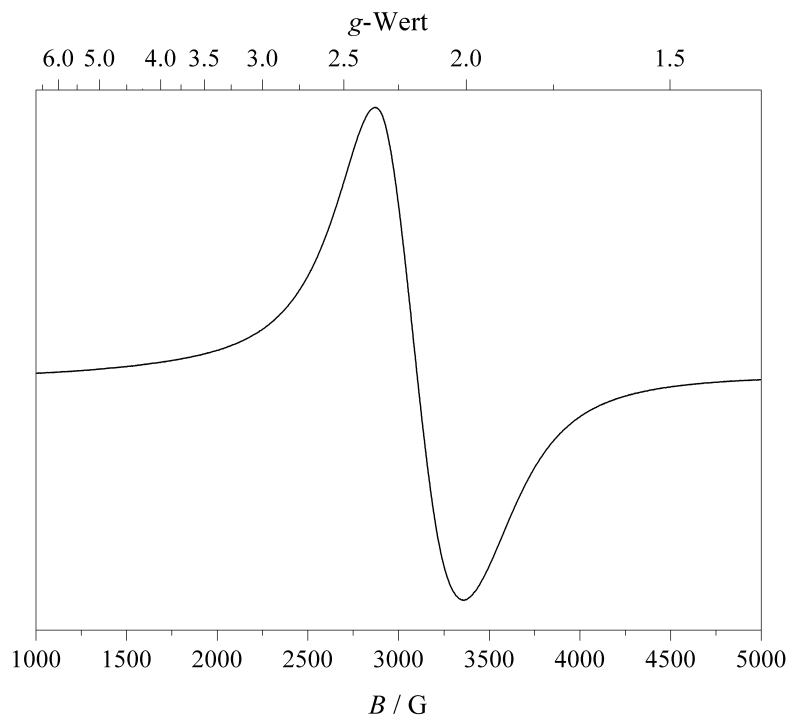


Abbildung A.24.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**) (Feststoff, Pulver) bei 292 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

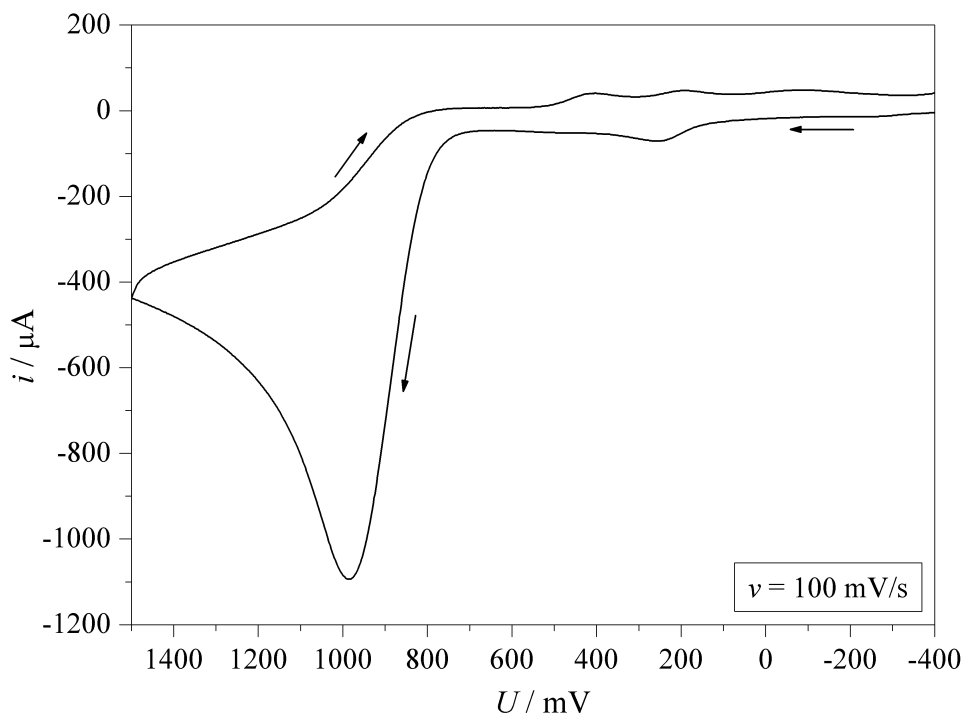


Abbildung A.25.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

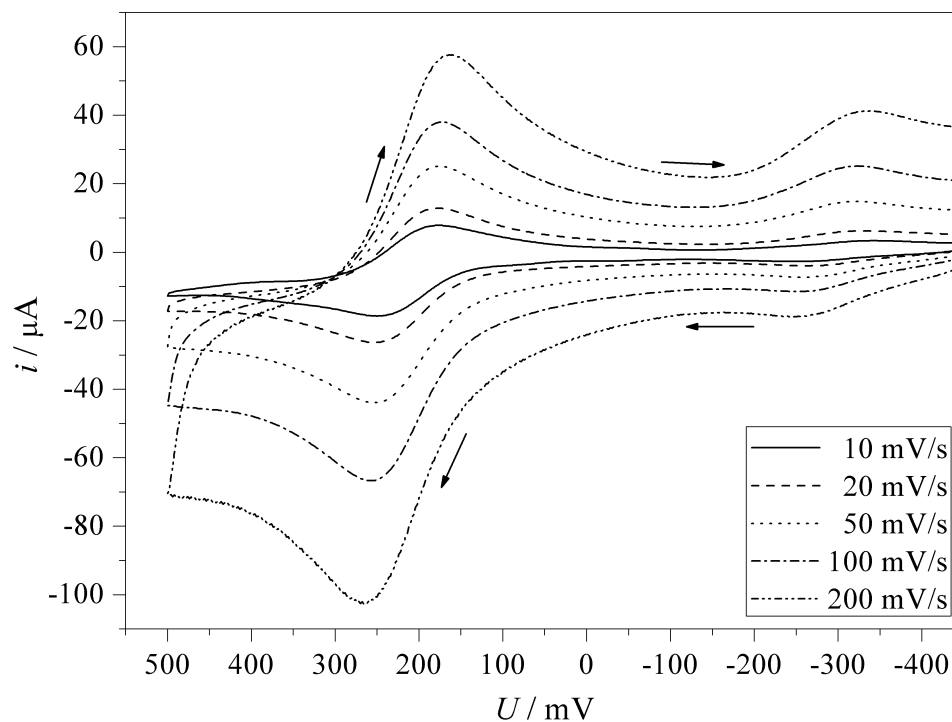


Abbildung A.26.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von [Co(L-N₄Me₂)(en)](BPh₄)₂ (3a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

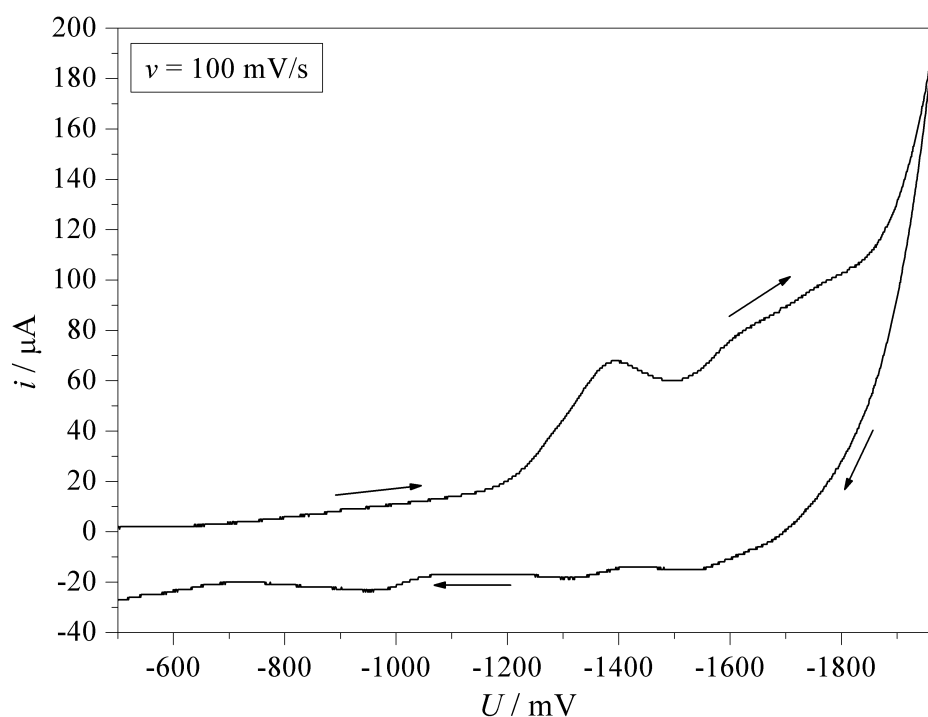


Abbildung A.27.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen von [Co(L-N₄Me₂)(en)](BPh₄)₂ (3a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

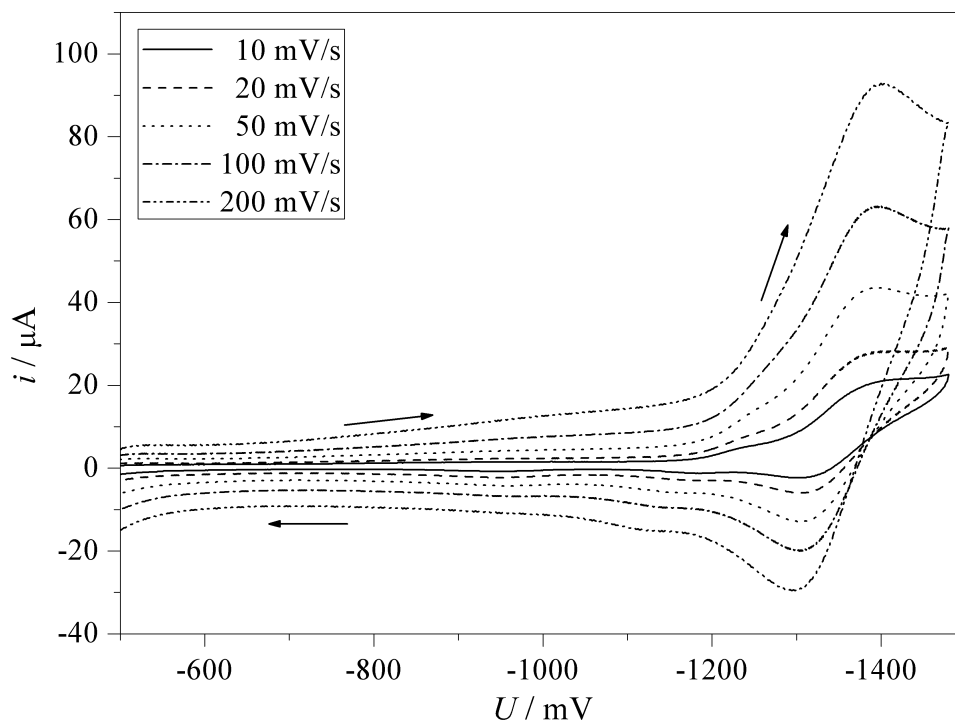


Abbildung A.28.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{en})](\text{BPh}_4)_2$ (**3a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.8. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (**4**)

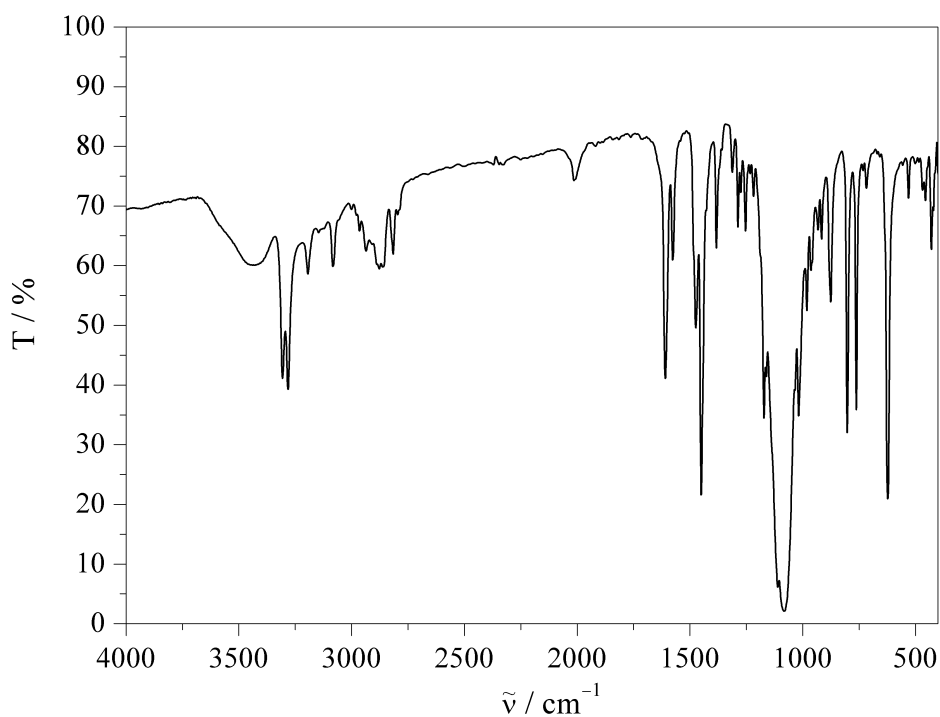


Abbildung A.29.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**4a**).

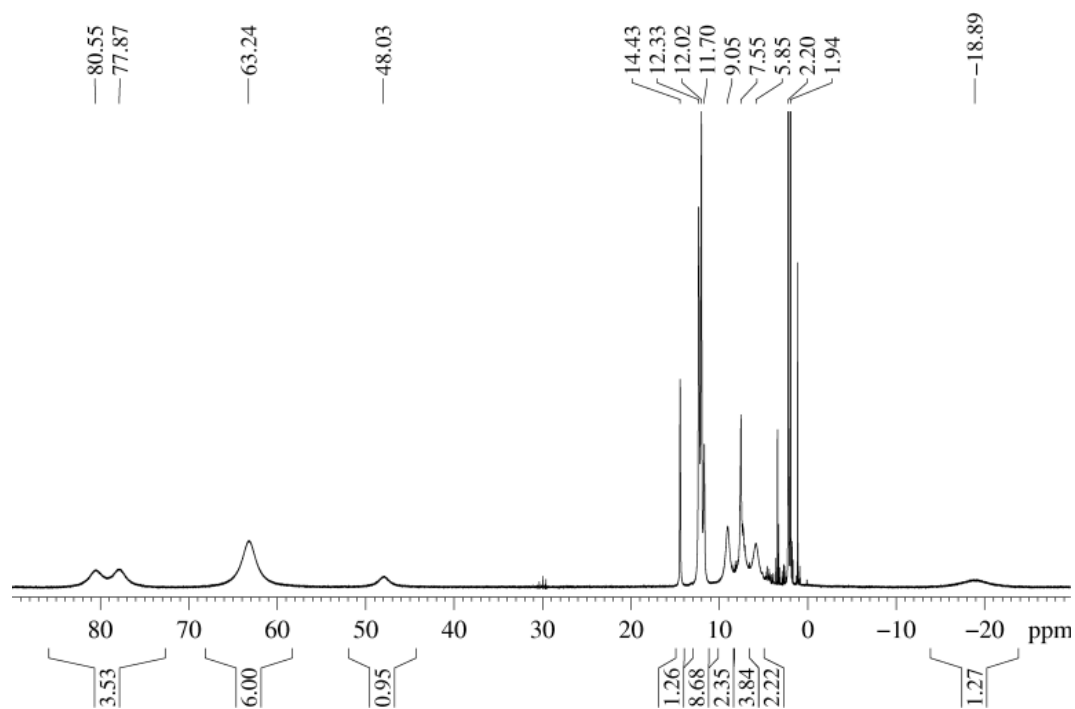


Abbildung A.30.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**4a**) in CD_3CN (400 MHz).

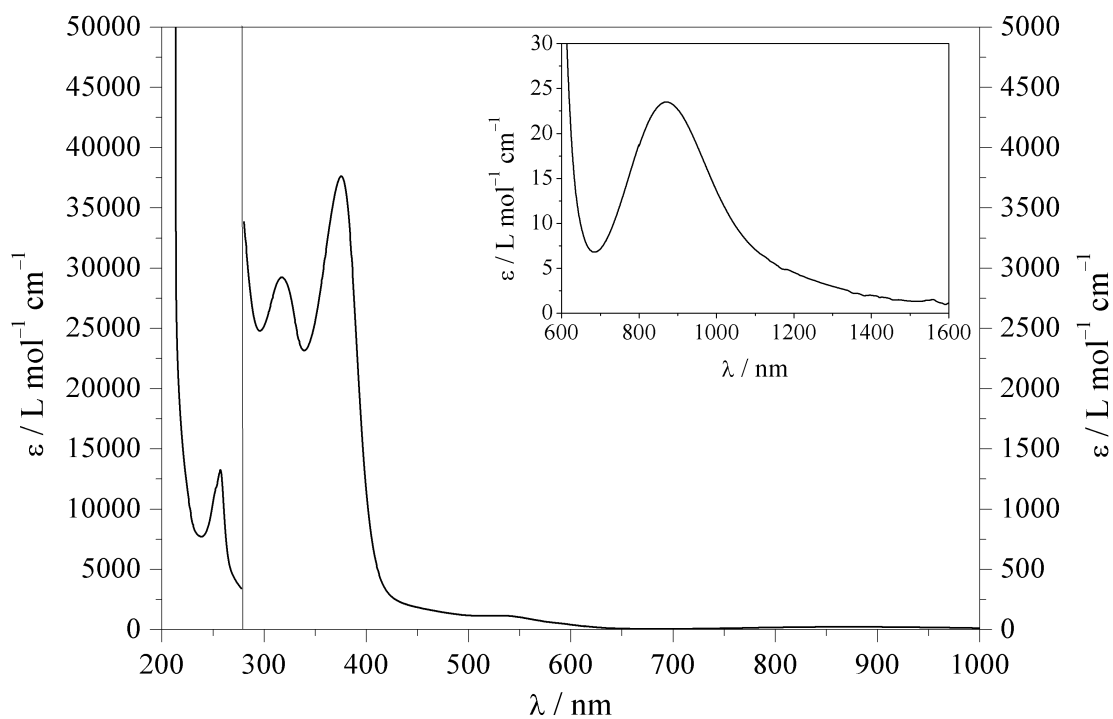


Abbildung A.31.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (**4**) in Acetonitril.

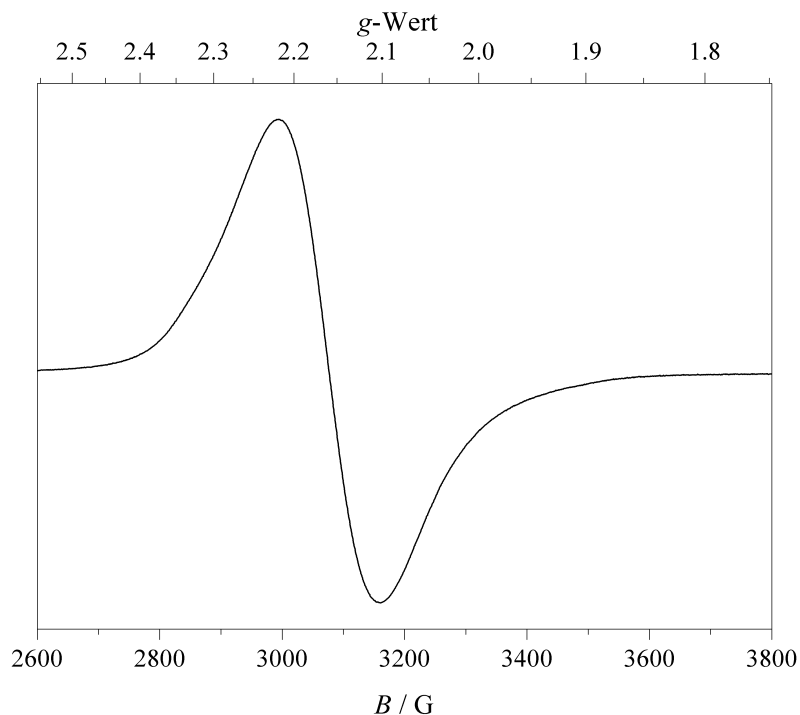


Abbildung A.32.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (4) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in MeCN) bei 137 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

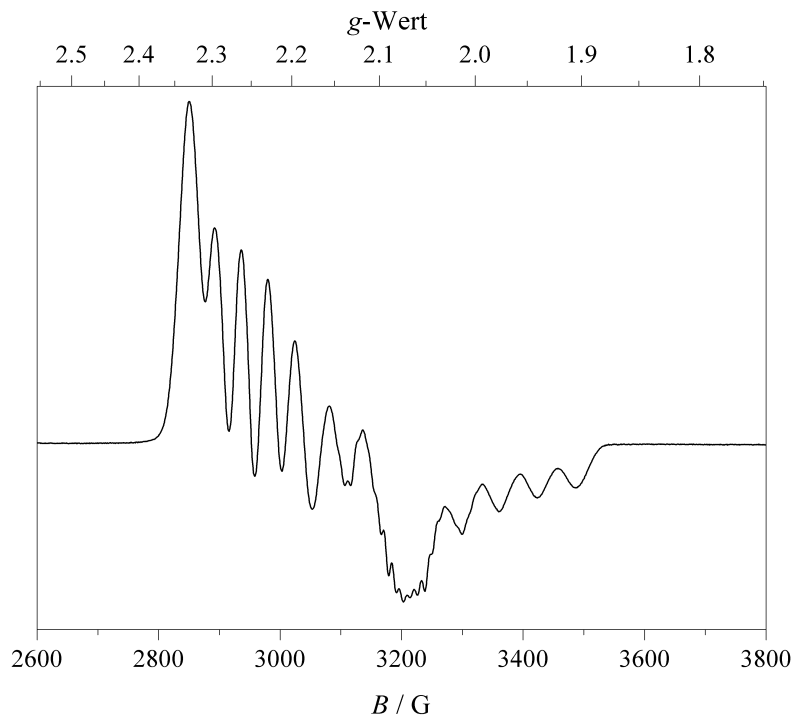


Abbildung A.33.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (4) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

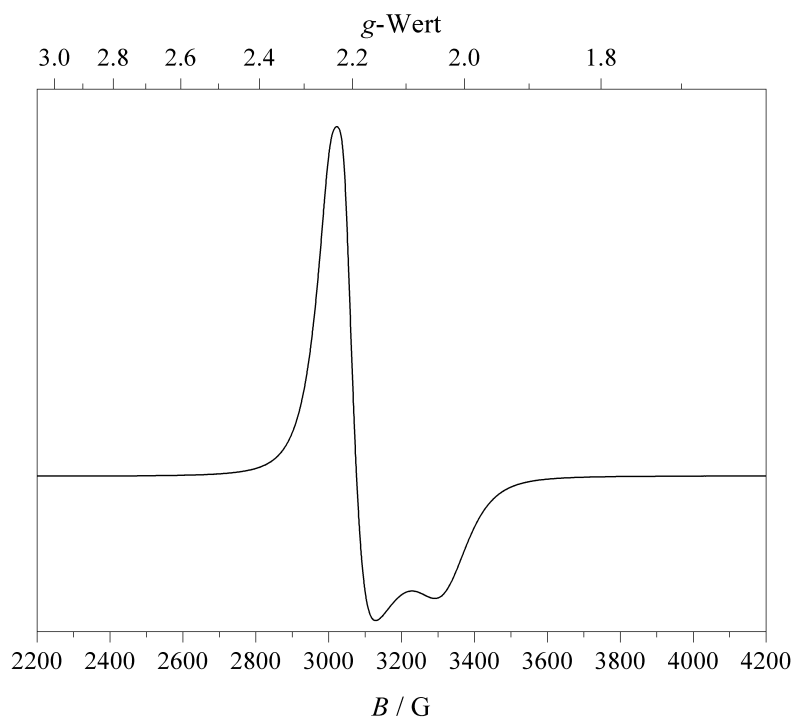


Abbildung A.34.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**4a**) (Feststoff, Pulver) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

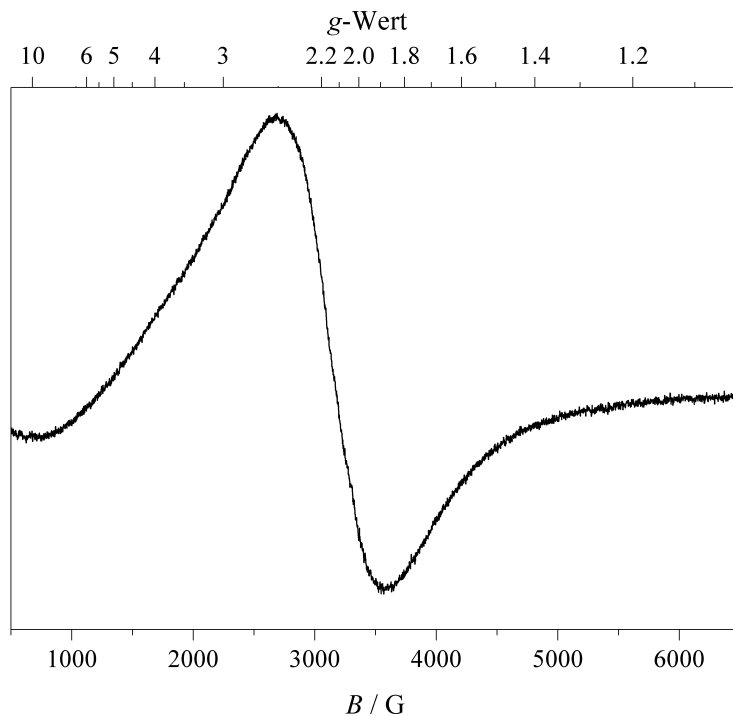


Abbildung A.35.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**4a**) (Feststoff, Pulver) bei 292 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

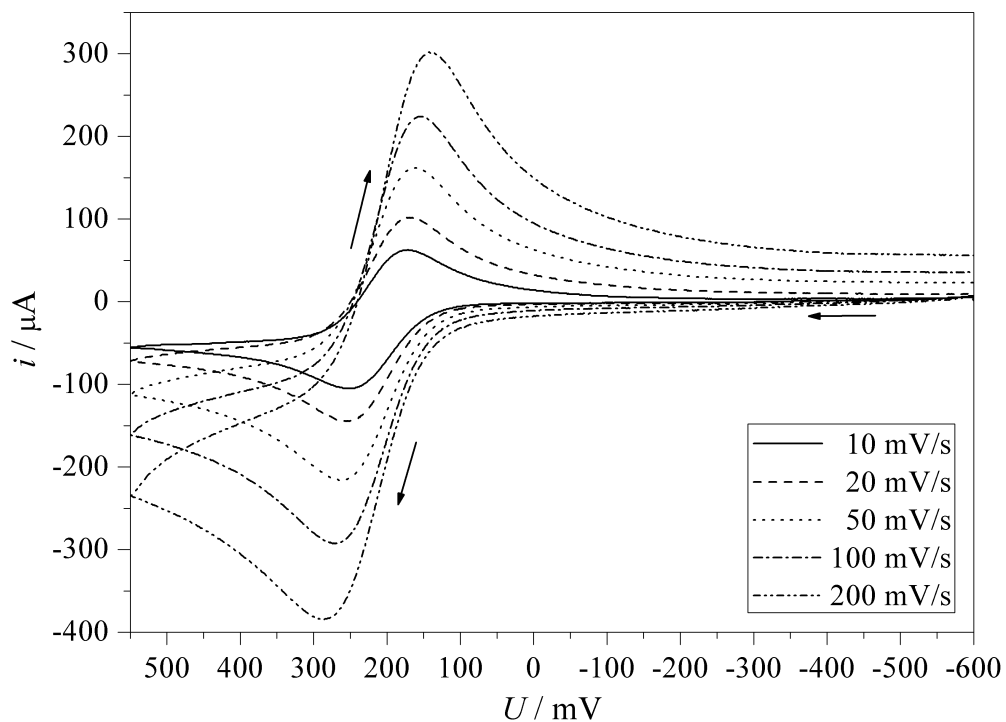


Abbildung A.36.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (4a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

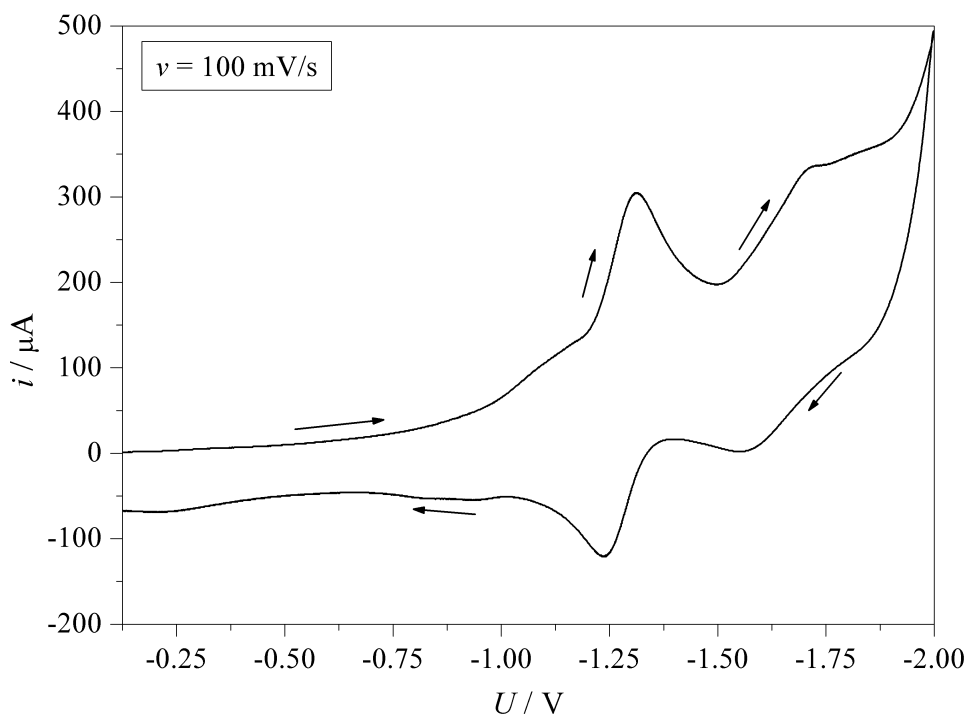


Abbildung A.37.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (4a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

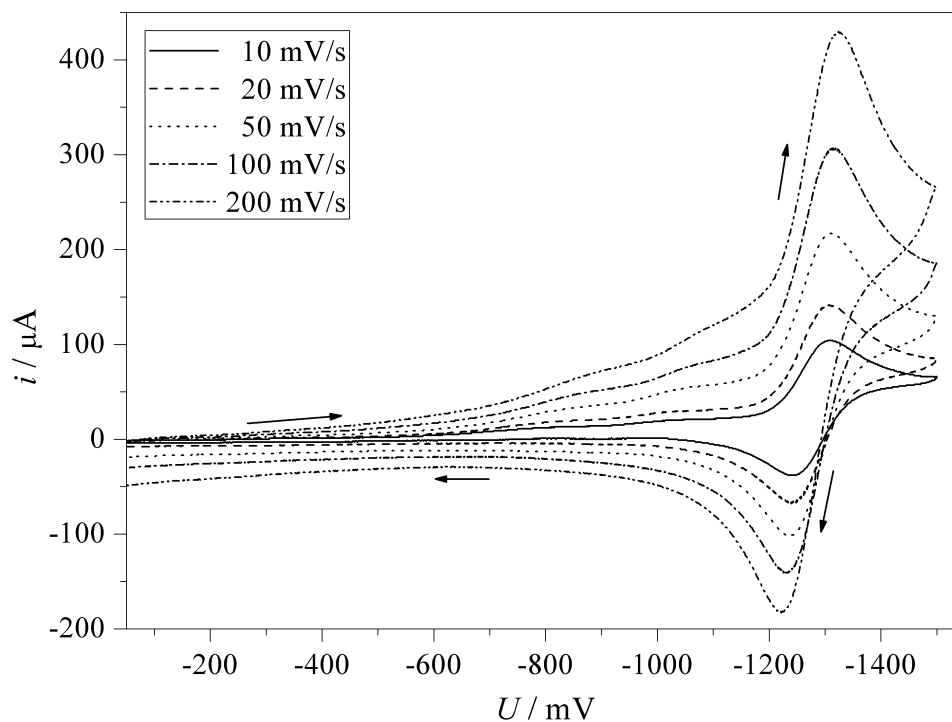


Abbildung A.38.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**4a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.9. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})]^{2+}$ (**5**)

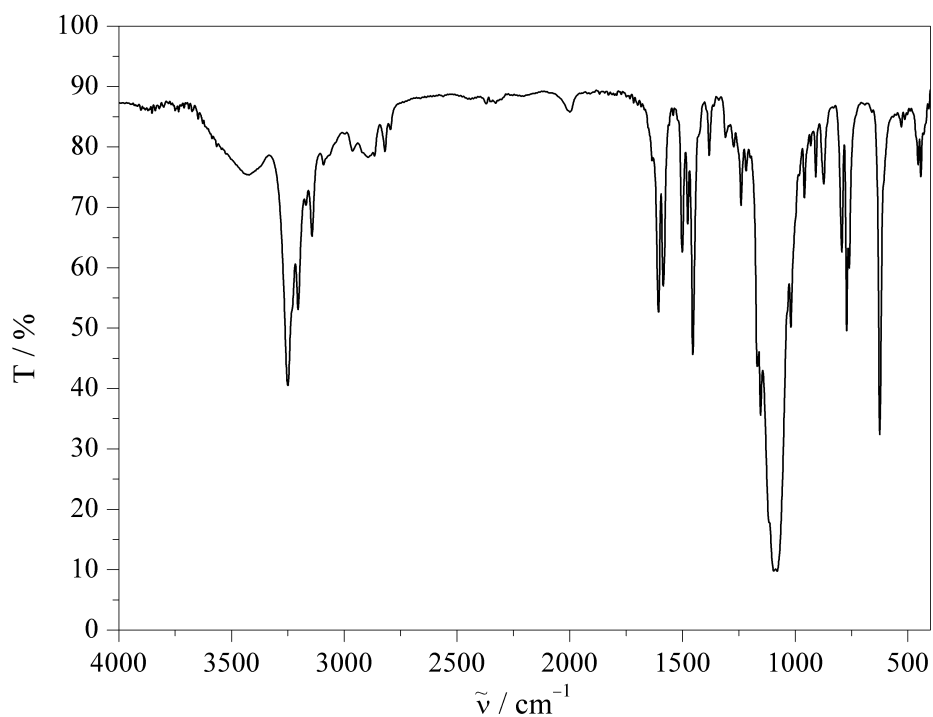


Abbildung A.39.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**).

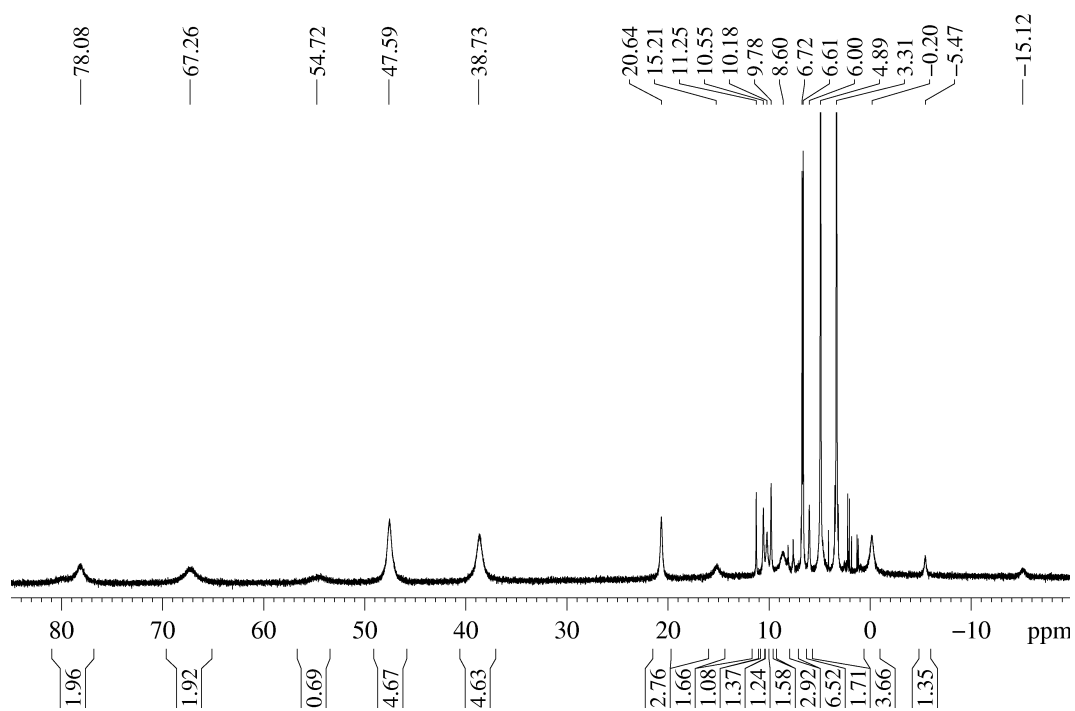


Abbildung A.40.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**) in CD_3OD (400 MHz).

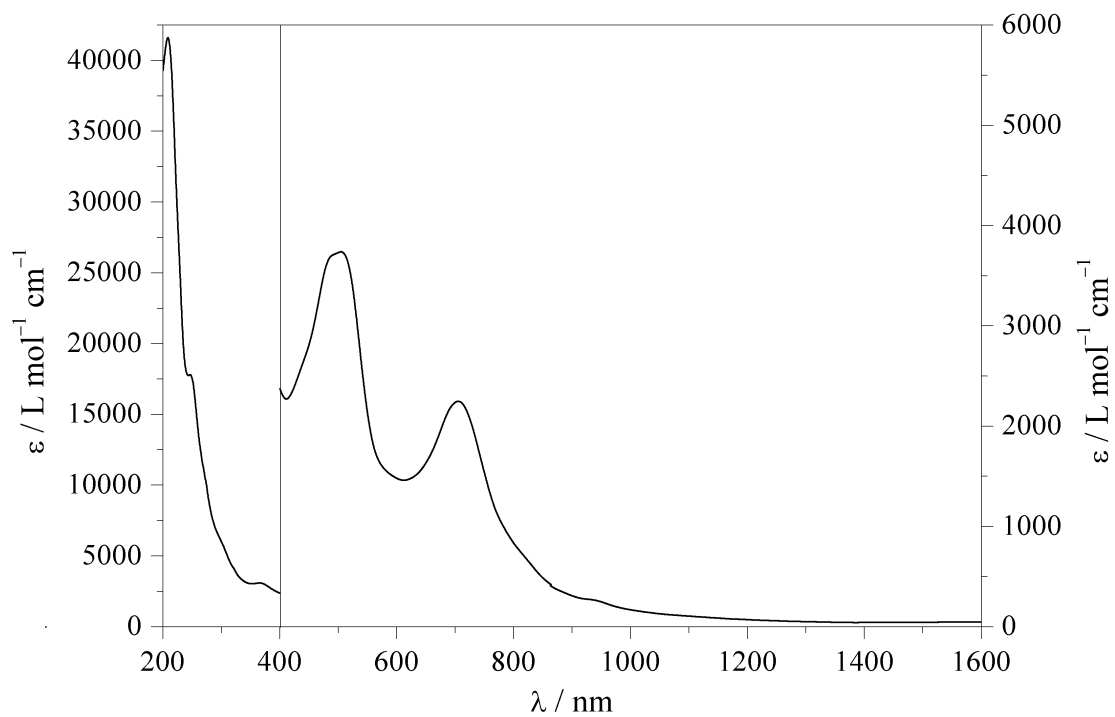


Abbildung A.41.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})]^{2+}$ (**5**) in Acetonitril.

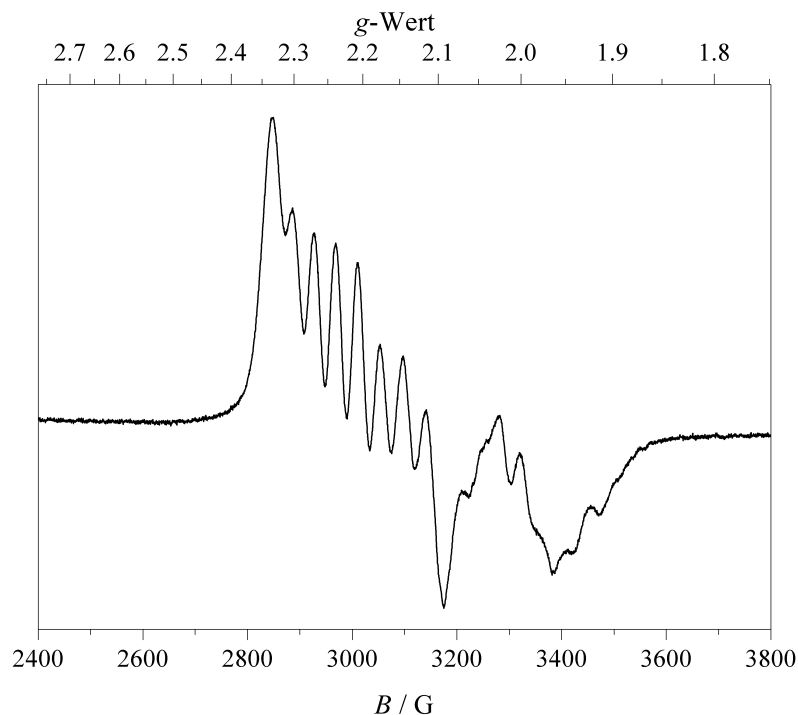


Abbildung A.42.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})]^{2+}$ (**5**) in gefrorener Lösung (ca. 2 mM in MeOH) bei 136 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

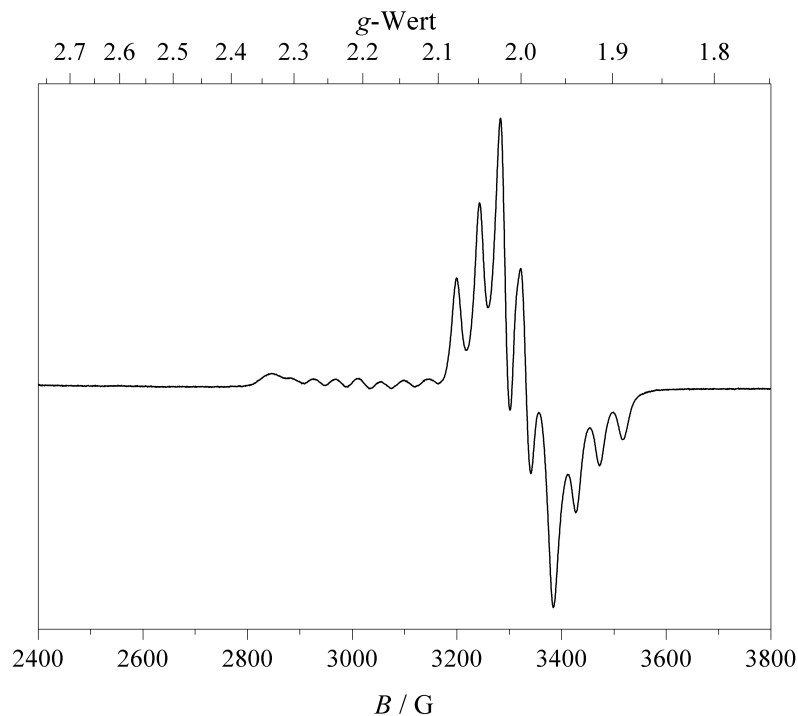


Abbildung A.43.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})]^{2+}$ (**5**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 136 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

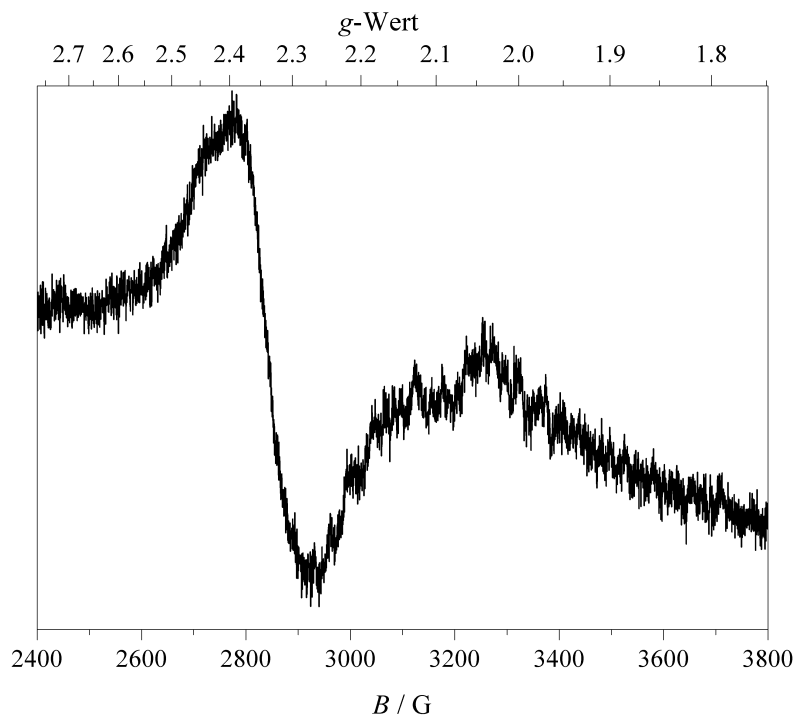


Abbildung A.44.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})]^{2+}$ (**5**) in Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

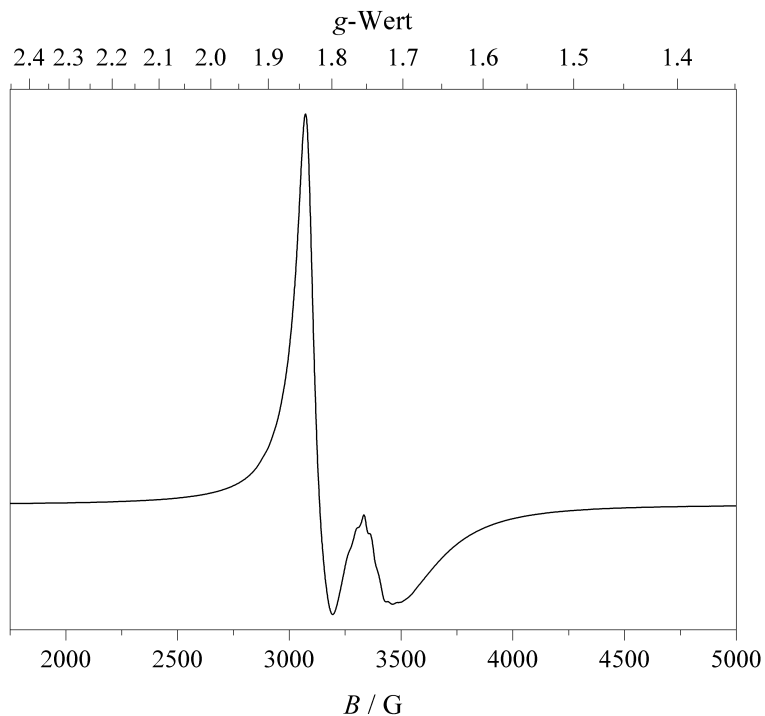


Abbildung A.45.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

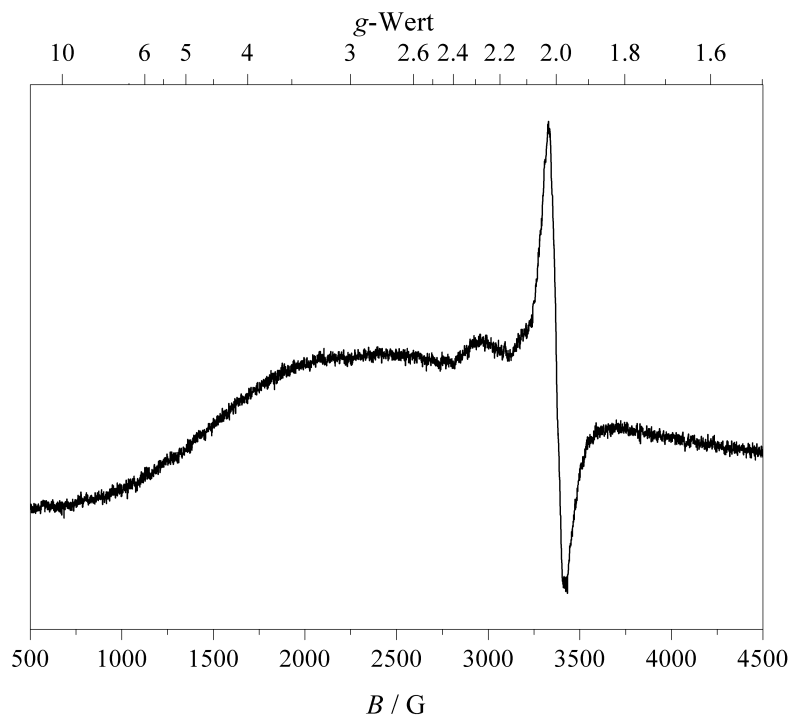


Abbildung A.46.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**) (Feststoff) bei 292 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

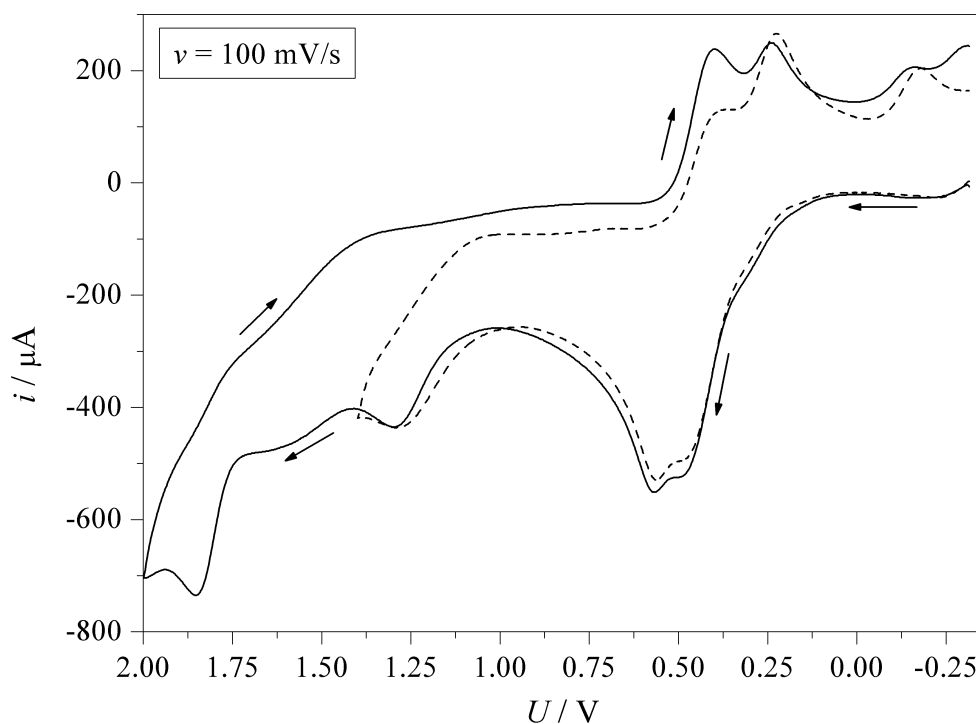


Abbildung A.47.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

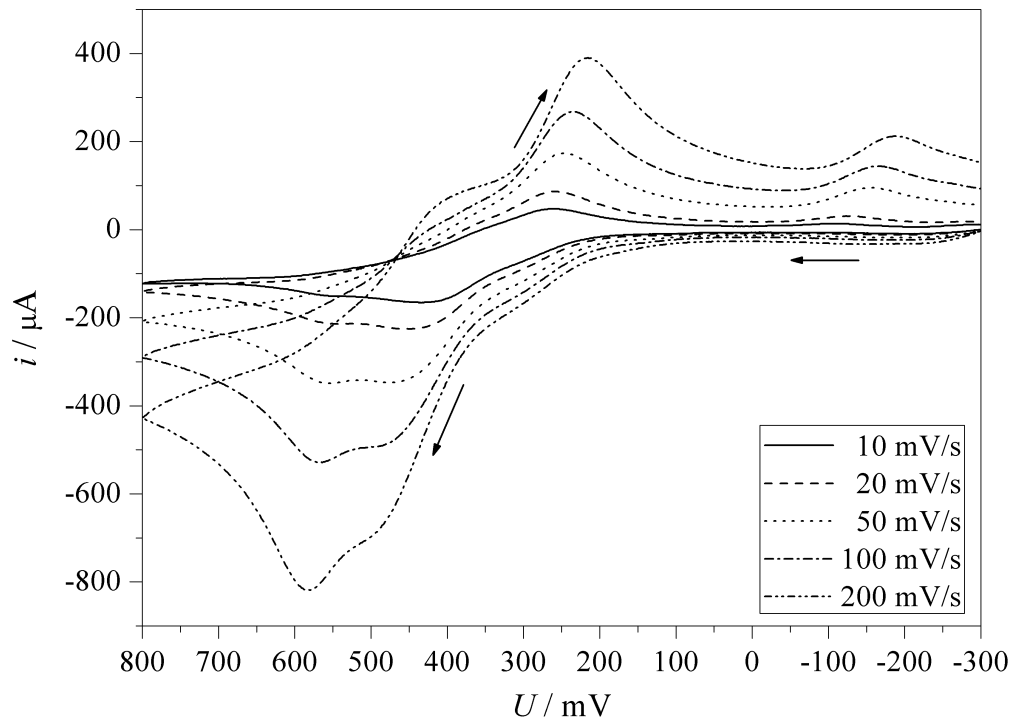


Abbildung A.48.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (5a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

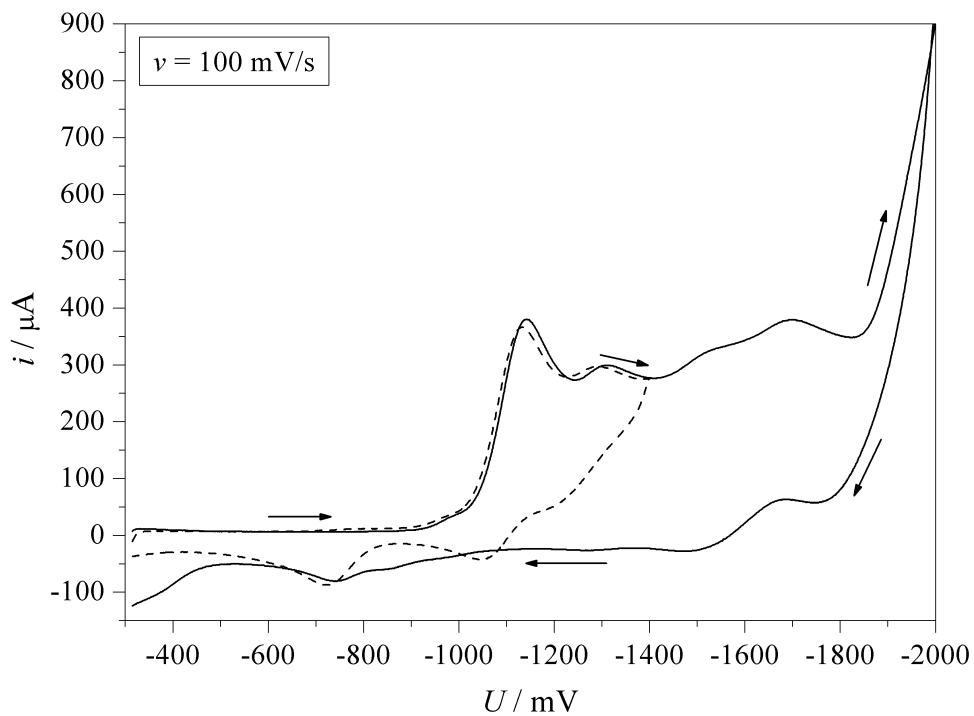


Abbildung A.49.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (5a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

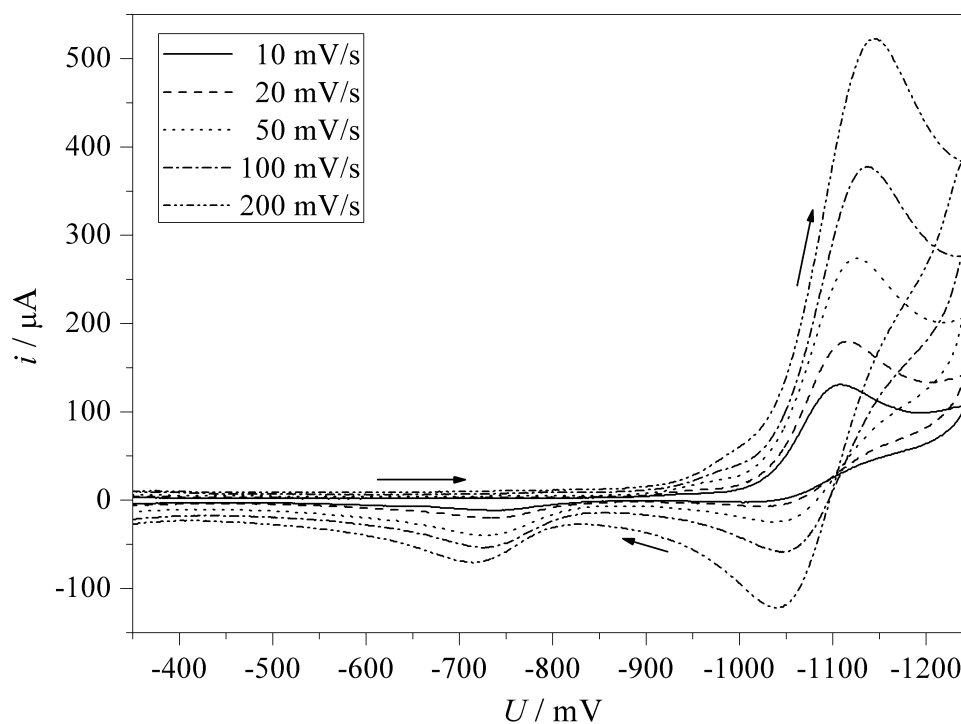


Abbildung A.50.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{o-ph})](\text{ClO}_4)_2$ (**5a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.10. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})]^{2+}$ (**6**)

$[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**)

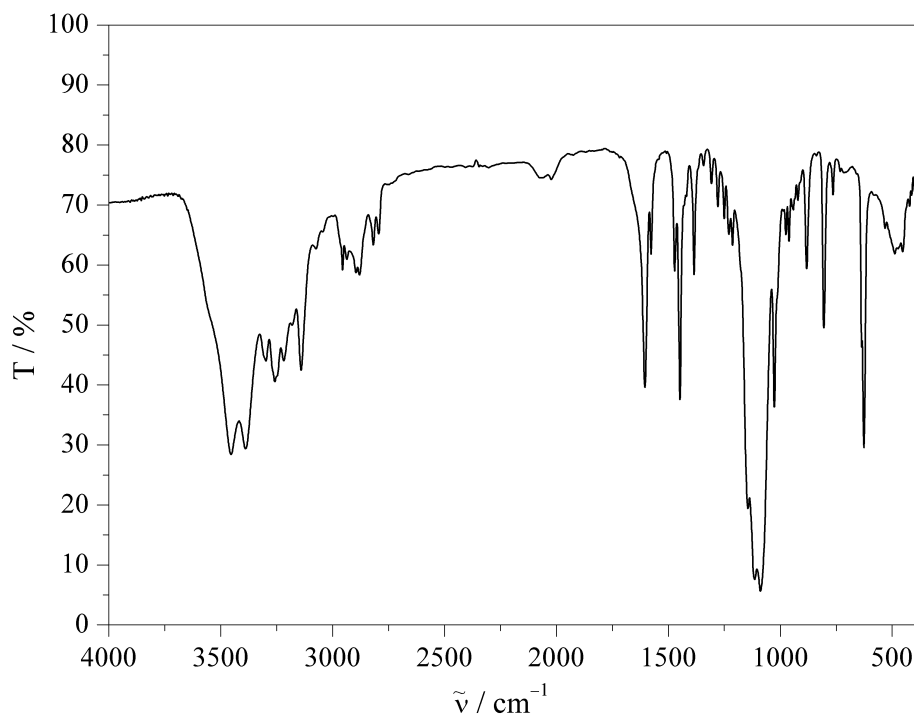


Abbildung A.51.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**).

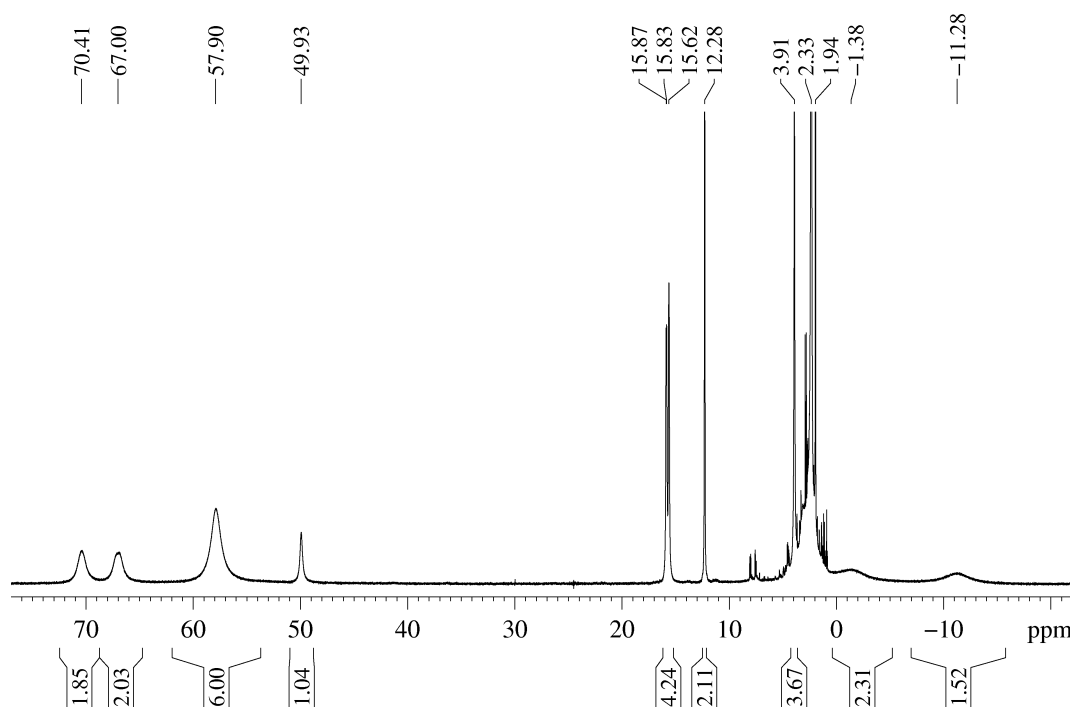


Abbildung A.52.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) in CD_3CN (400 MHz).

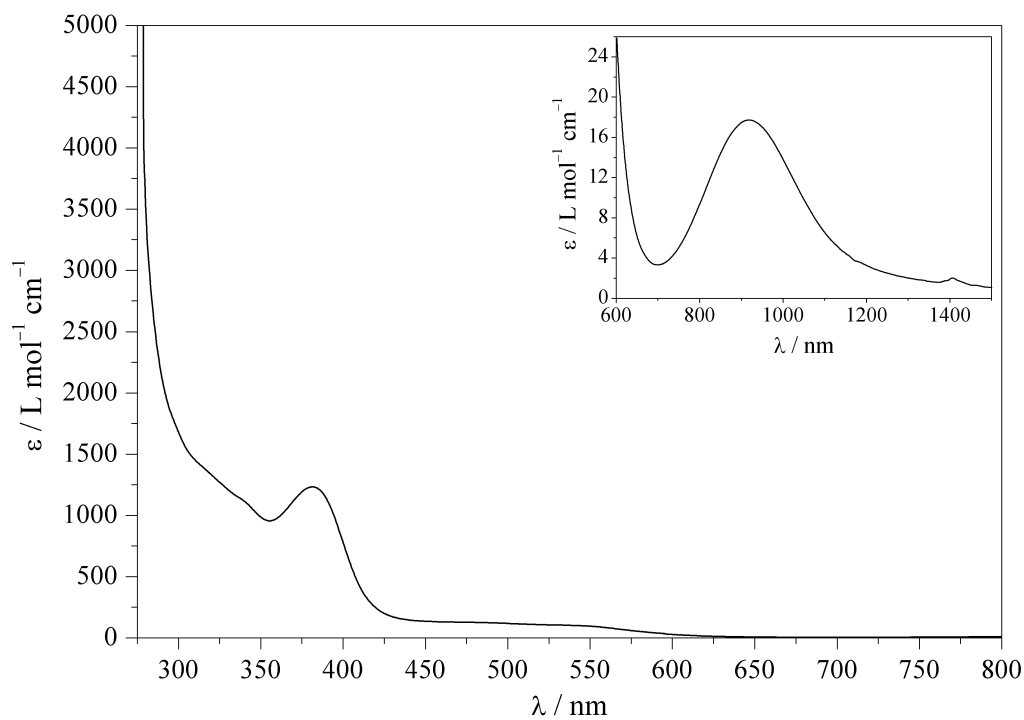


Abbildung A.53.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) in Acetonitril.

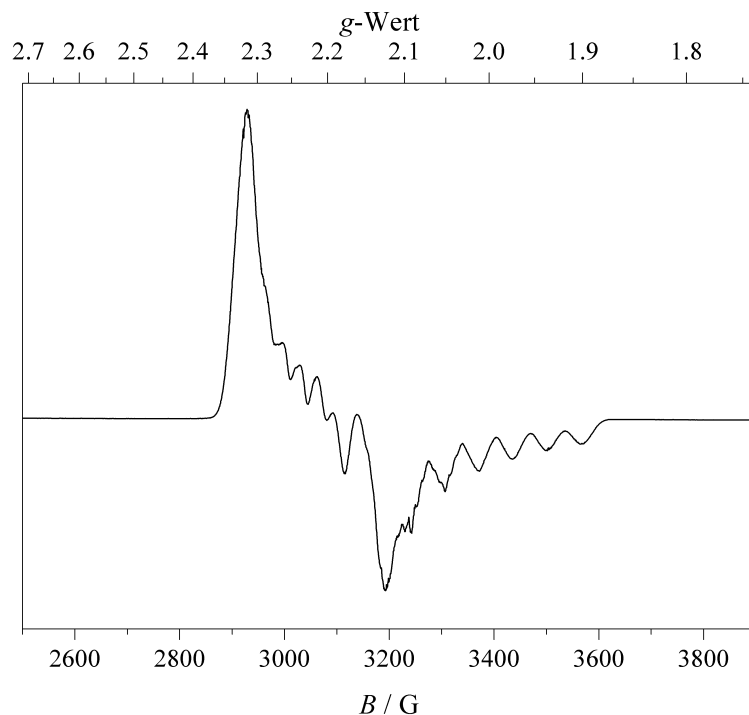


Abbildung A.54.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})]^{2+}$ (**6**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 77 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.49 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

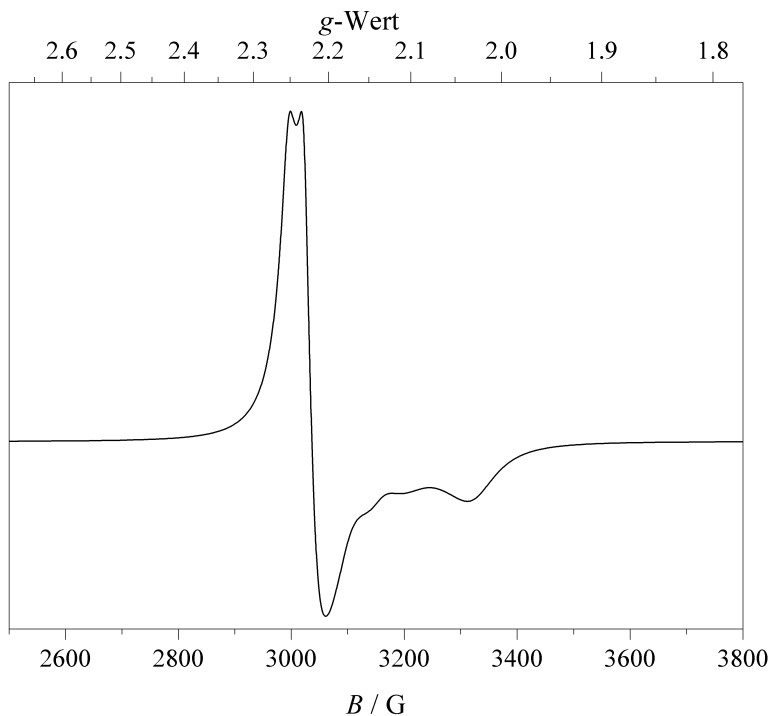


Abbildung A.55.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

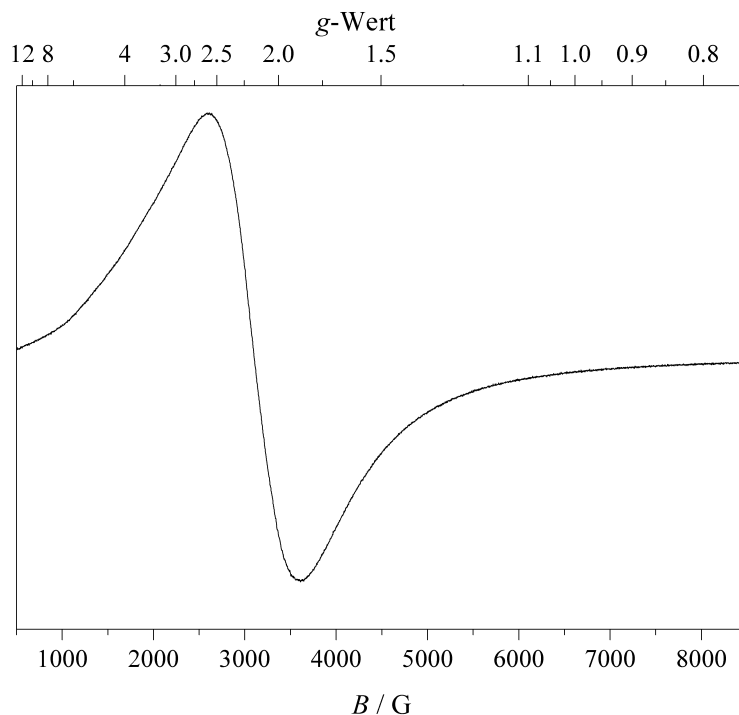


Abbildung A.56.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) (Feststoff) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

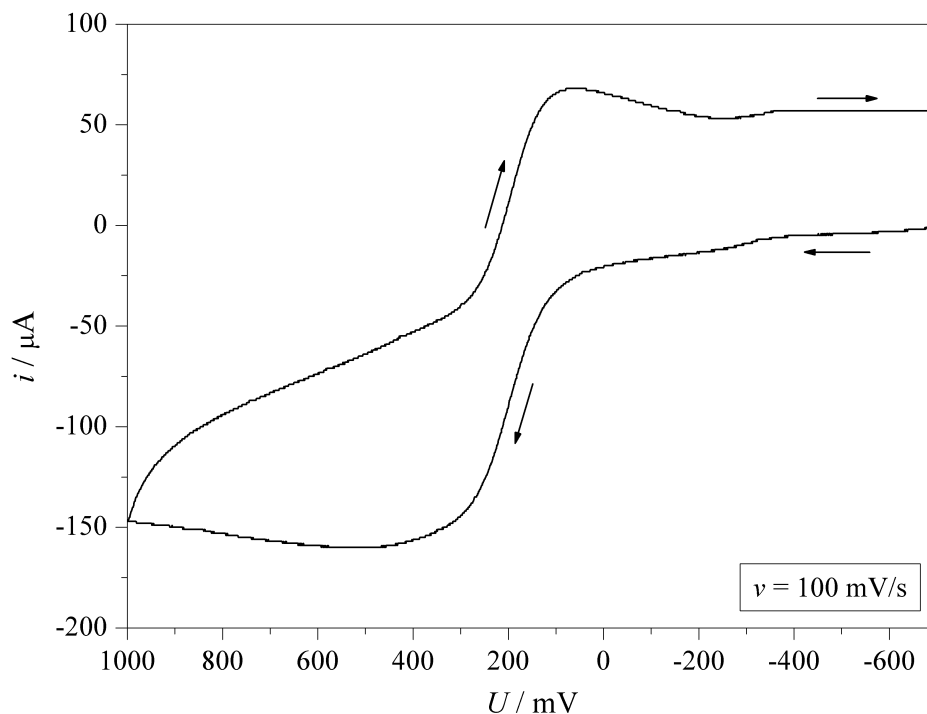


Abbildung A.57.: Cyclovoltammogramm der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

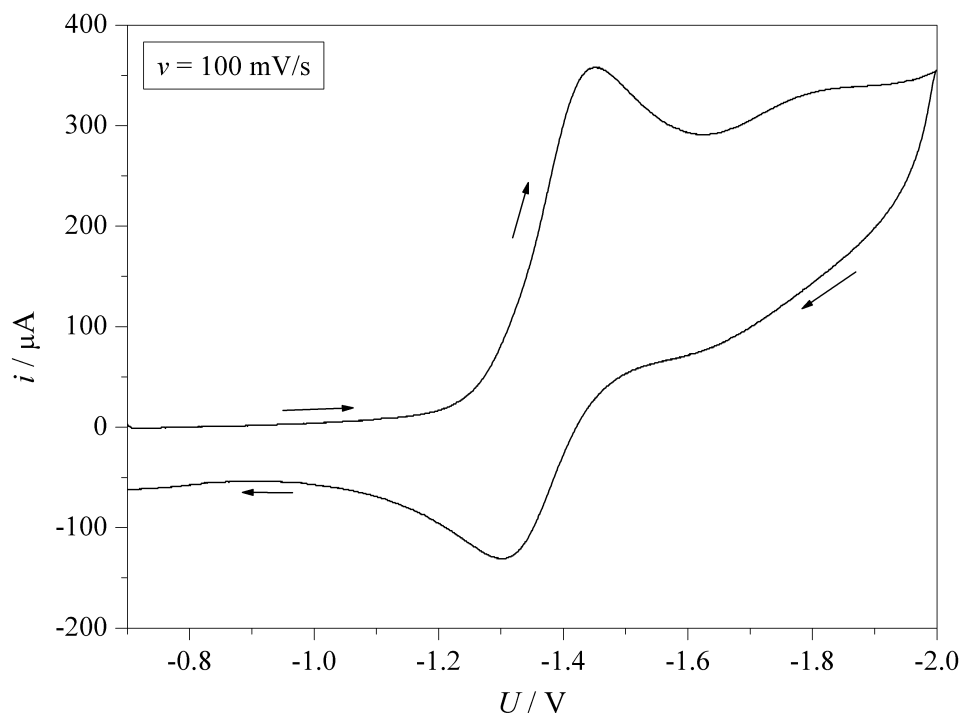


Abbildung A.58.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

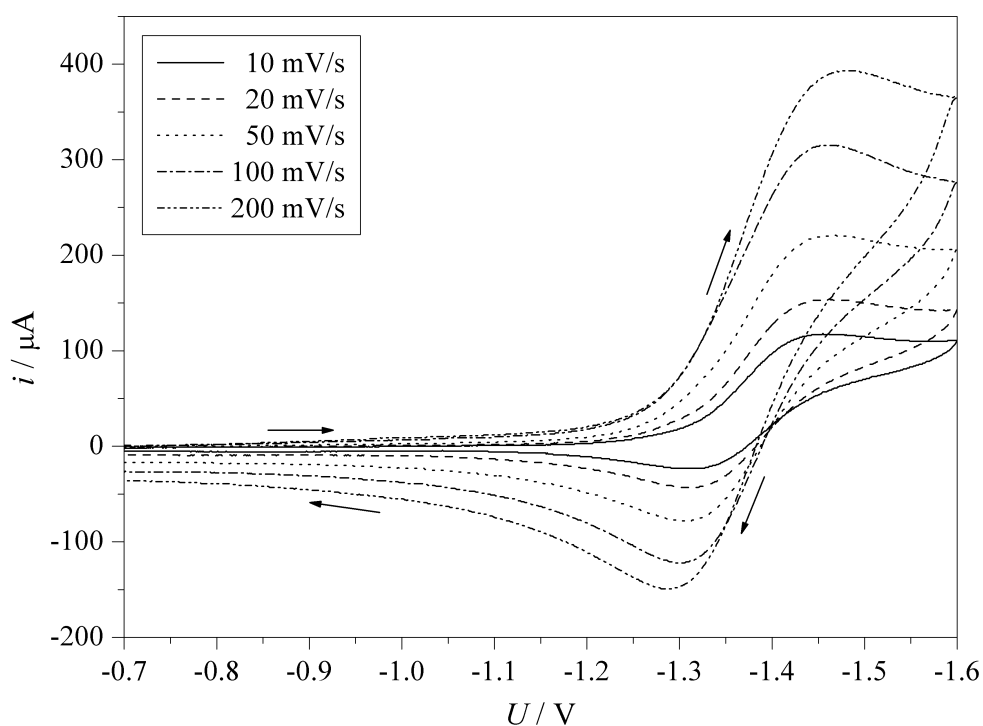
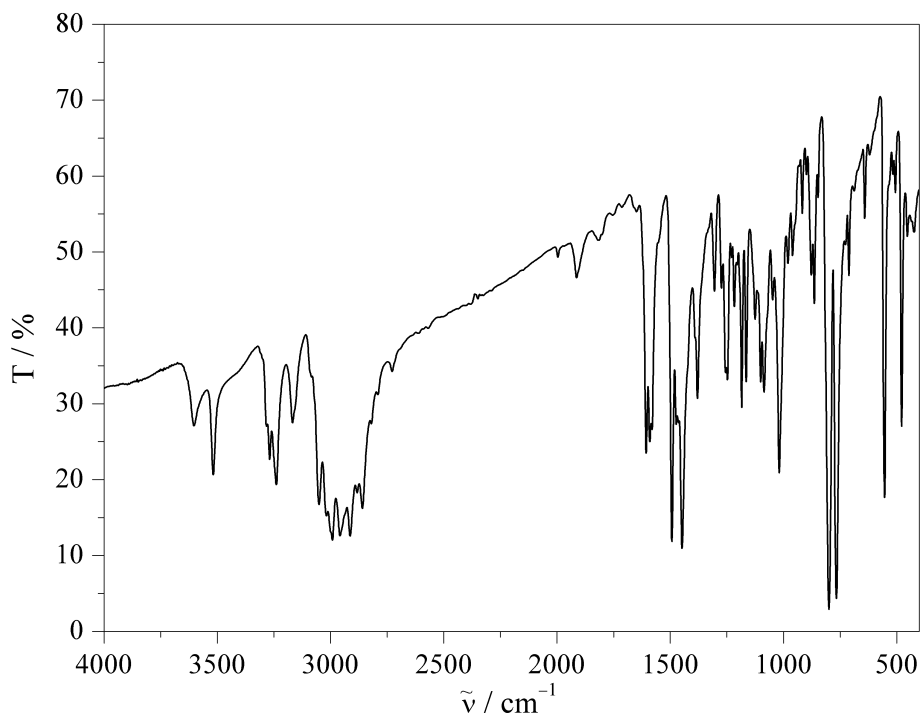
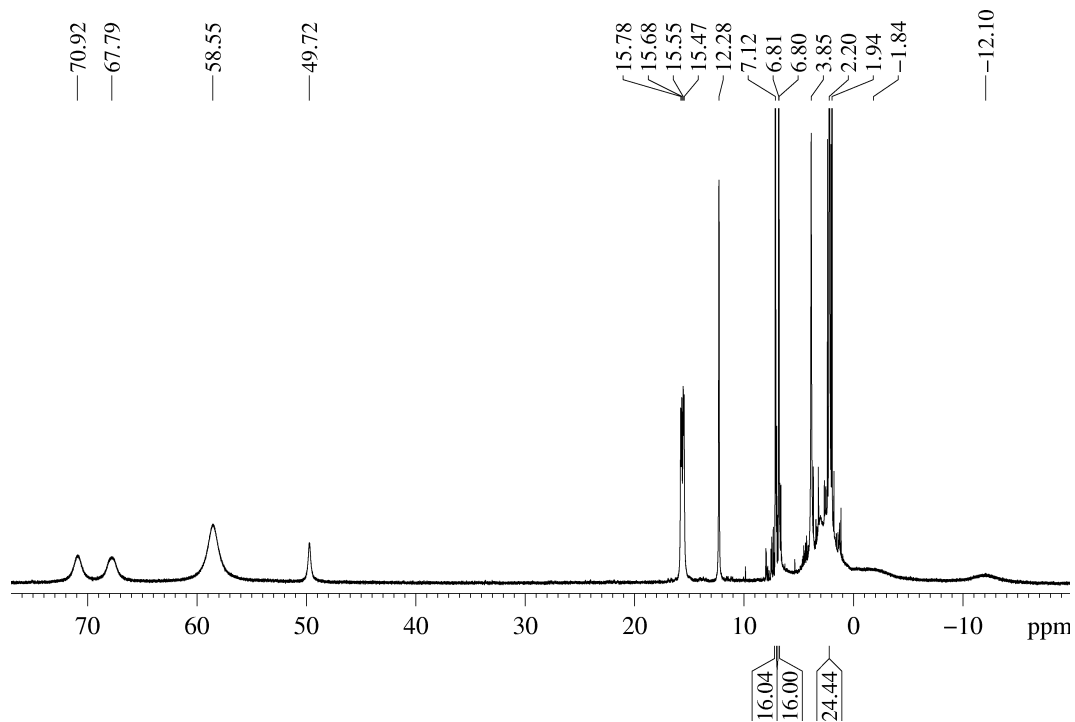


Abbildung A.59.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{ClO}_4)_2$ (**6a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

$[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2$ (**6b**)Abbildung A.60.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2$ (**6b**).Abbildung A.61.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2 \cdot 3 \text{MeCN}$ (**6c**) in CD_3CN (400 MHz).

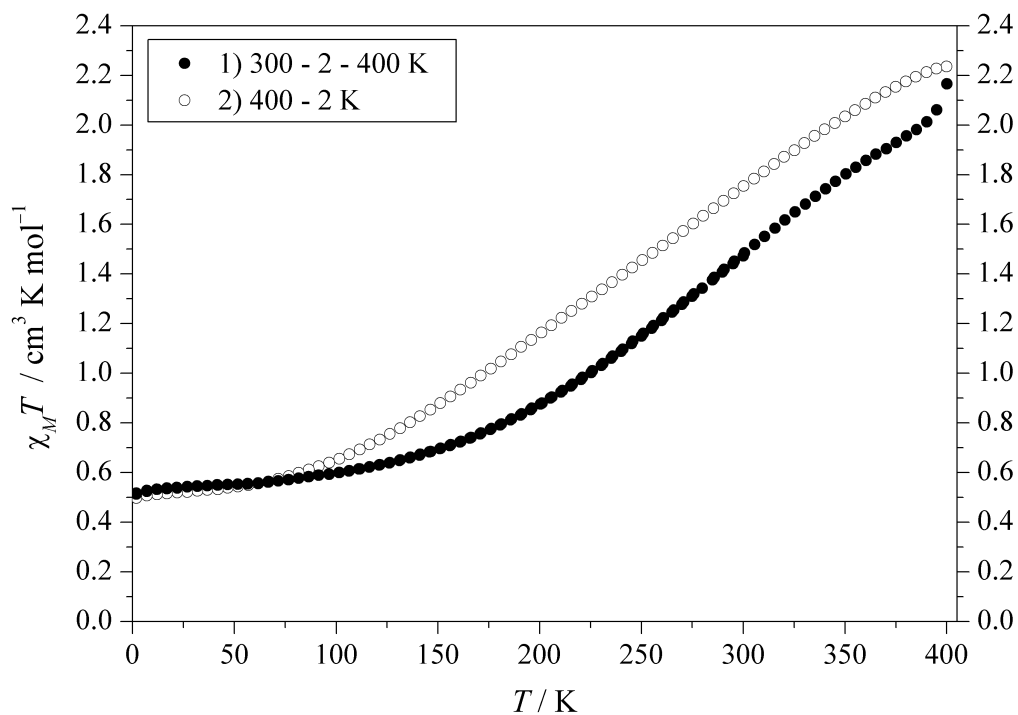
A.11. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})]^{2+}$ (7) $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (7a)

Abbildung A.62.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (7b) ($H = 5000$ Oe).

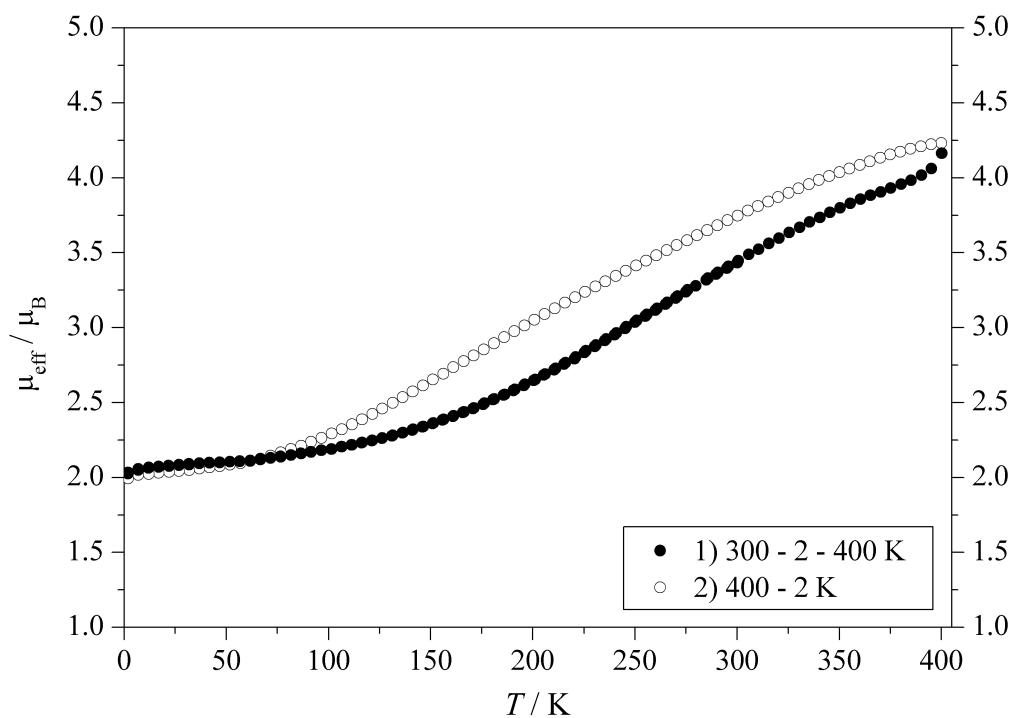
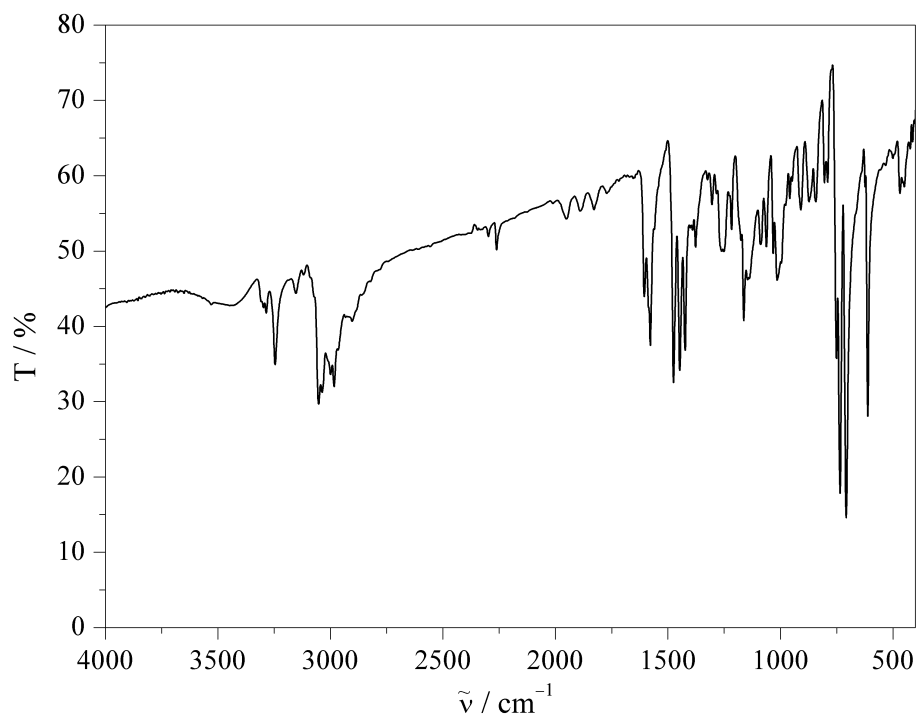
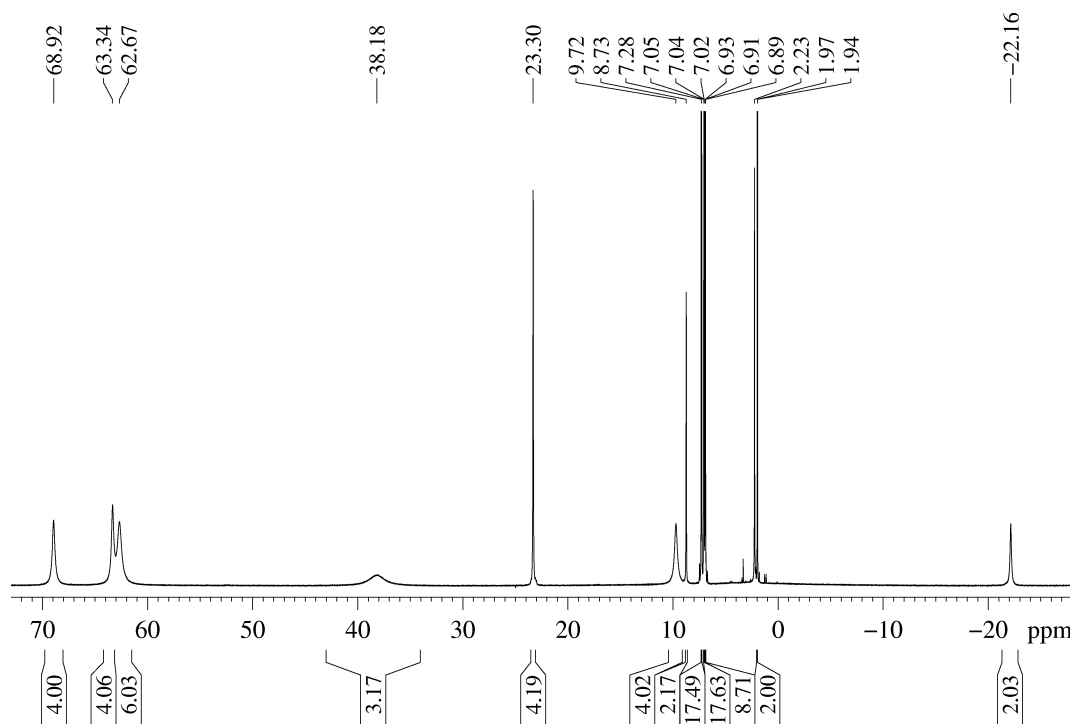


Abbildung A.63.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (7b) ($H = 5000$ Oe).

Abbildung A.64.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (7a).Abbildung A.65.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (7b) in CD_3CN (400 MHz).

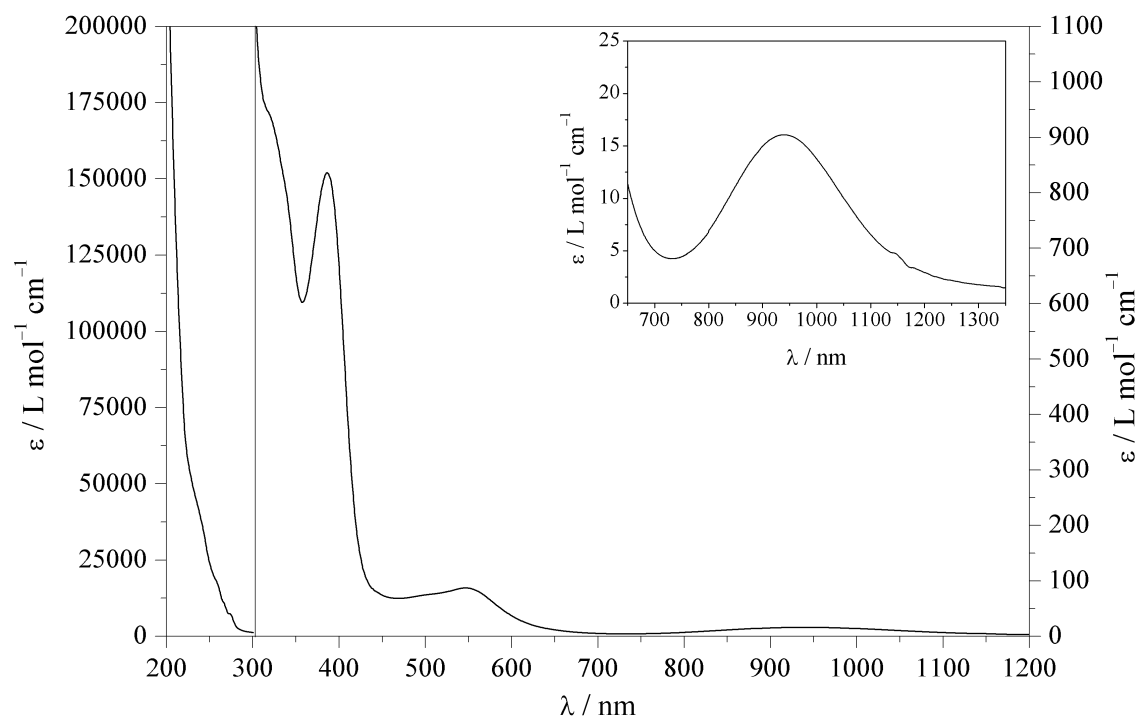


Abbildung A.66.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})]^{2+}$ (**7**) in Acetonitril.

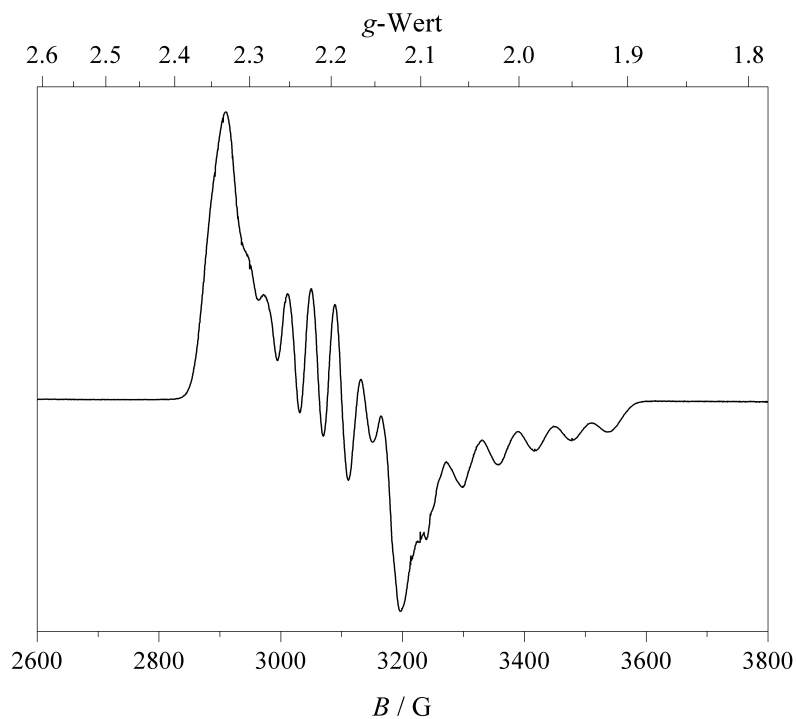


Abbildung A.67.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})]^{2+}$ (**7**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 77 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.49 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

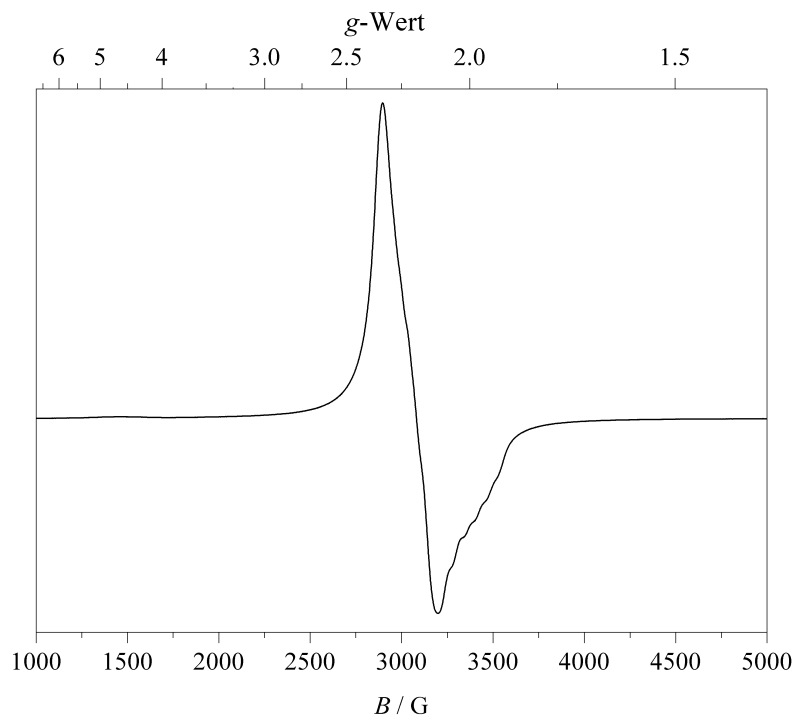


Abbildung A.68.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (**7a**) (Feststoff) bei 77 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

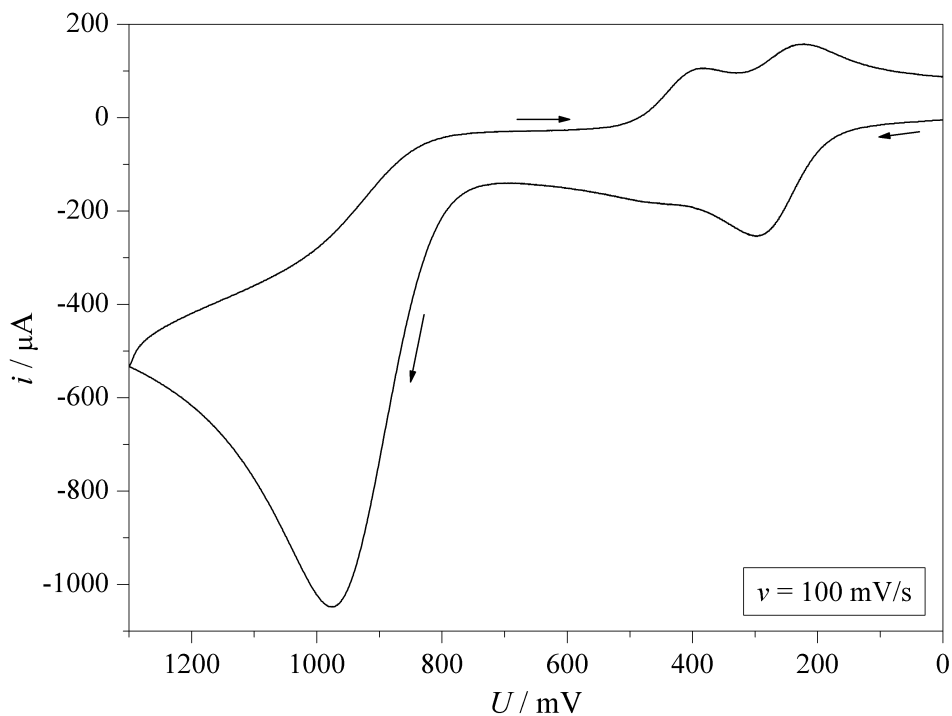


Abbildung A.69.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (**7a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

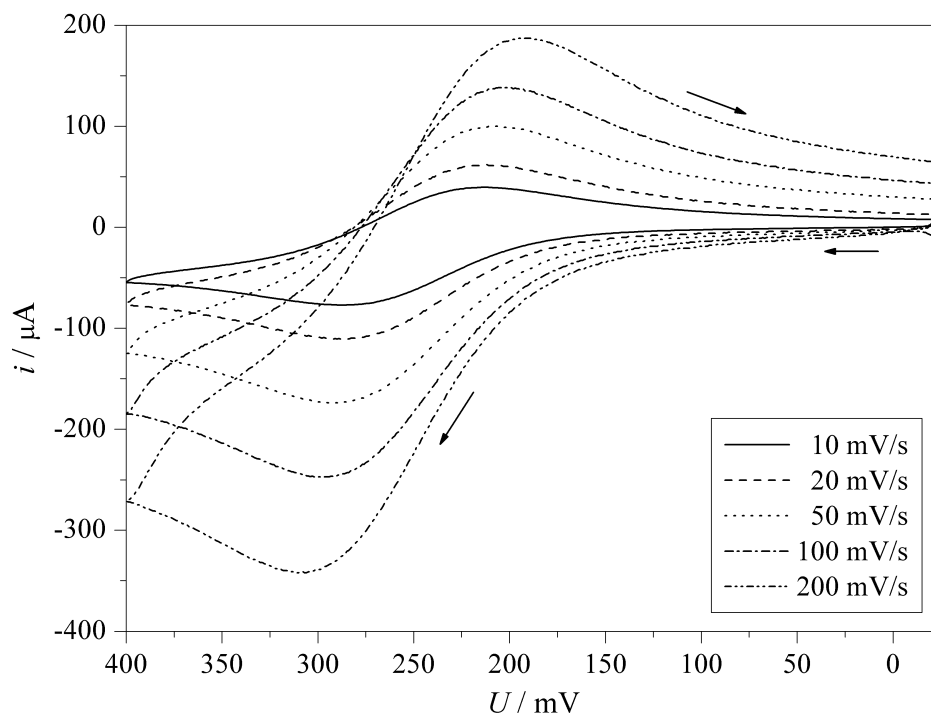


Abbildung A.70.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (**7a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

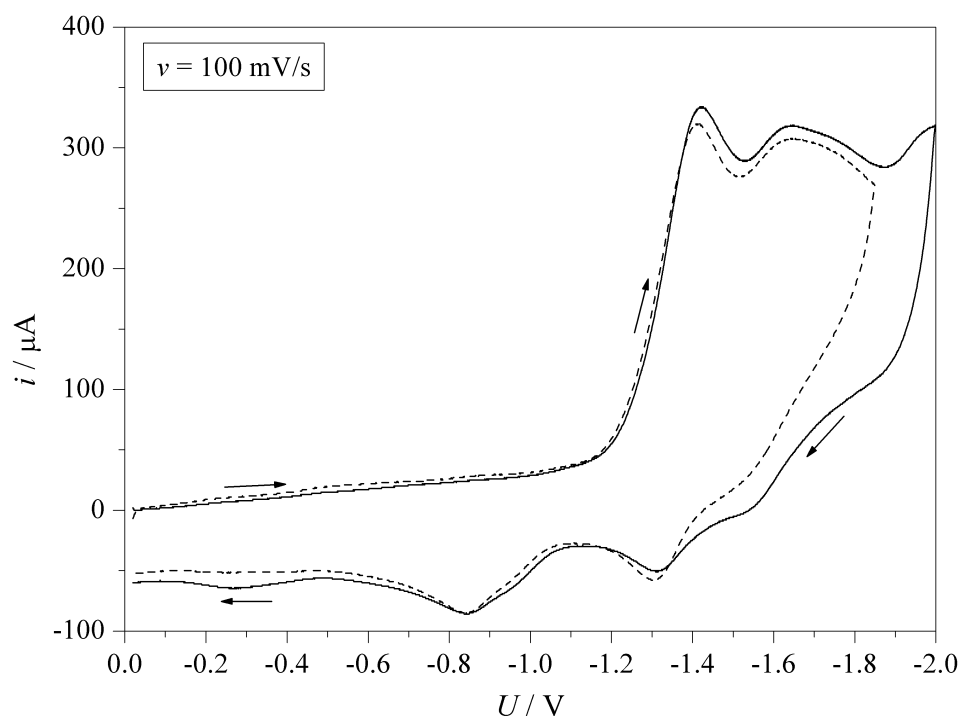


Abbildung A.71.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (**7a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

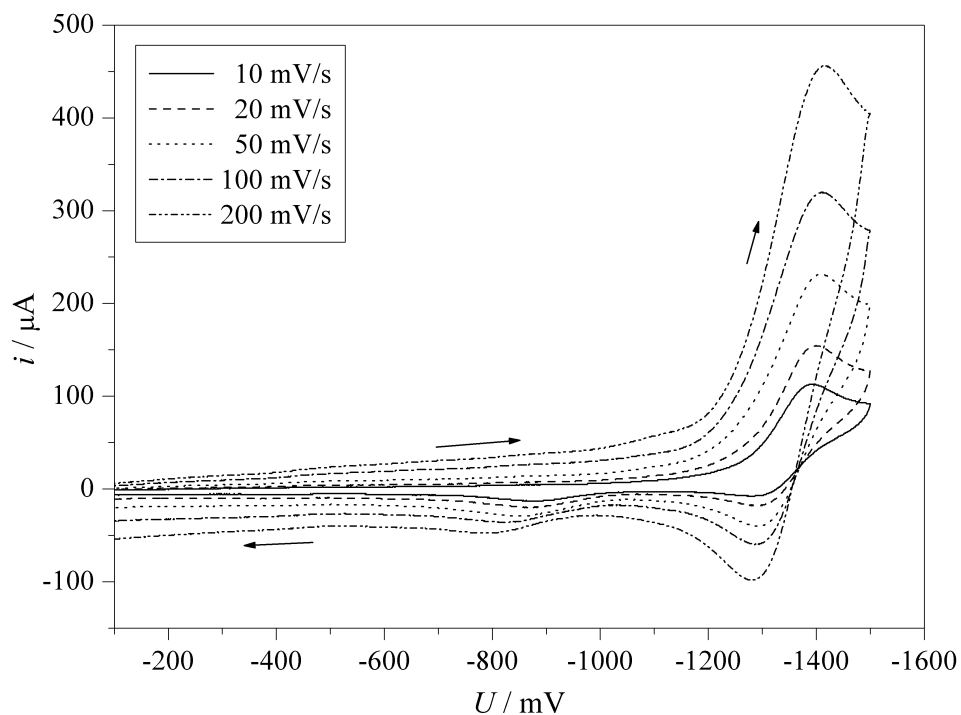


Abbildung A.72.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2$ (7a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

$[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2$ (7c)

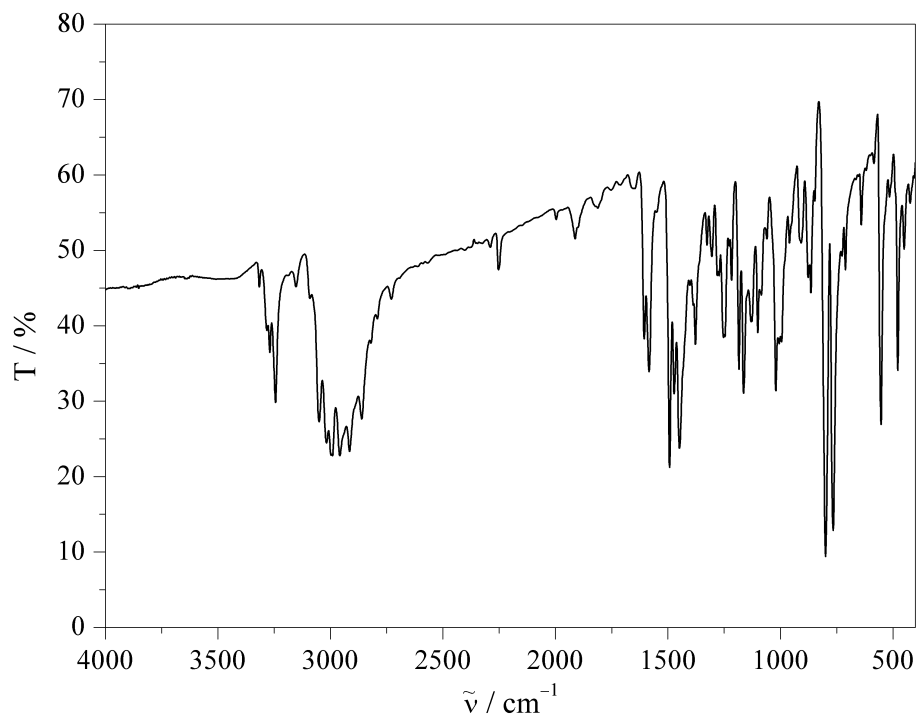


Abbildung A.73.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2$ (7c).

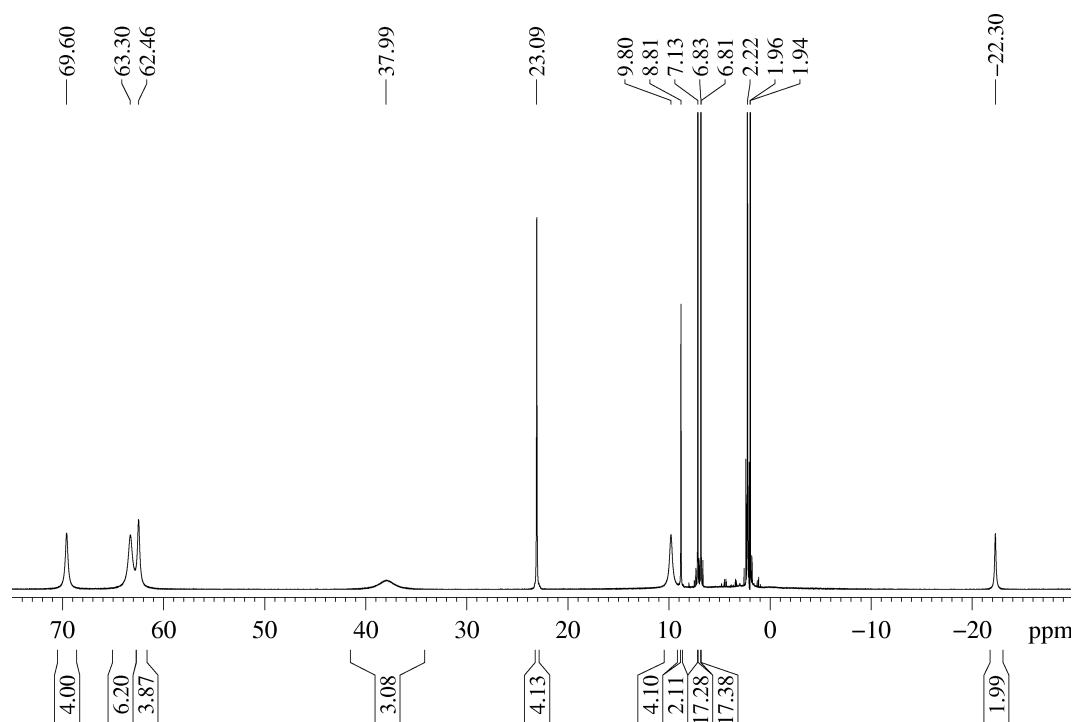


Abbildung A.74.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2 \cdot 1.5 \text{ MeCN}$ (**7d**) in CD_3CN (400 MHz).

A.12. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**8**)

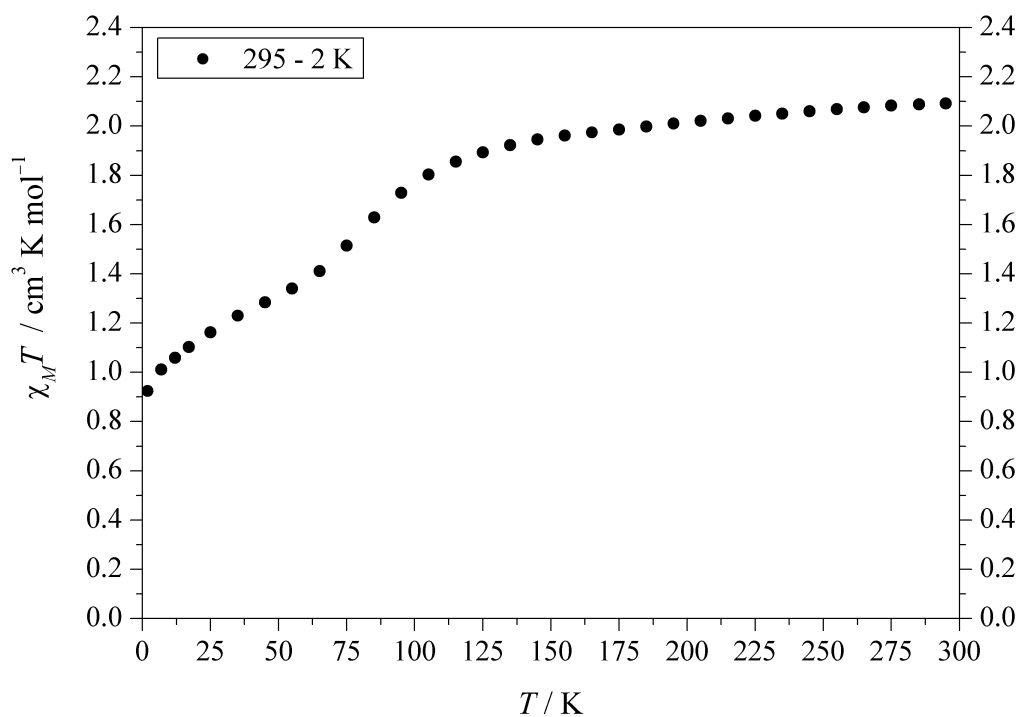


Abbildung A.75.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**8a**) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

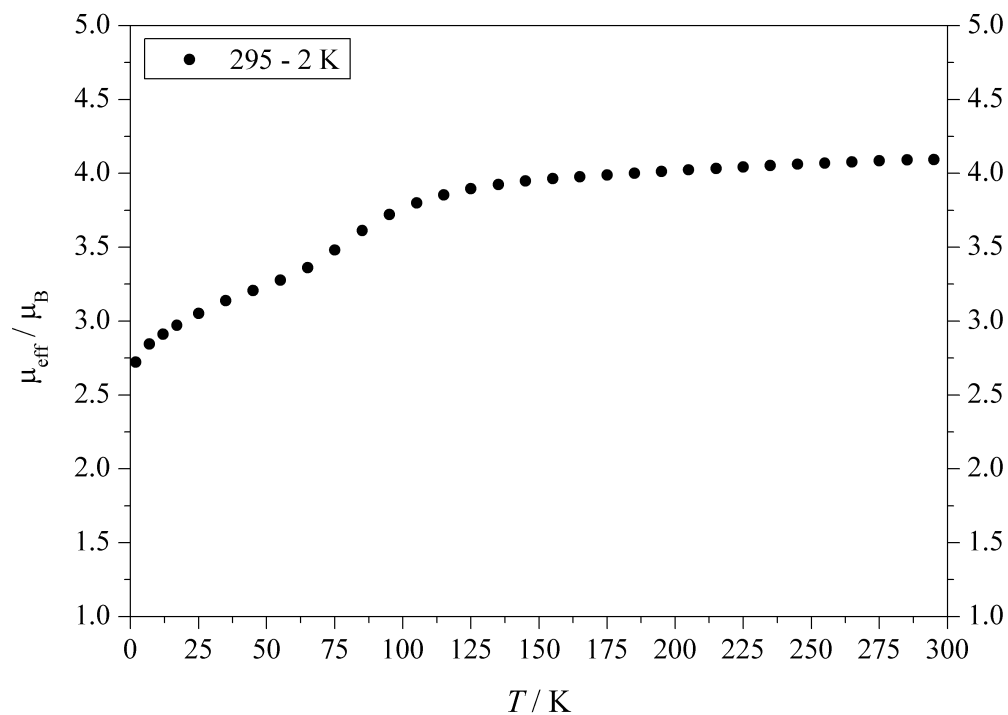


Abbildung A.76.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (8a) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

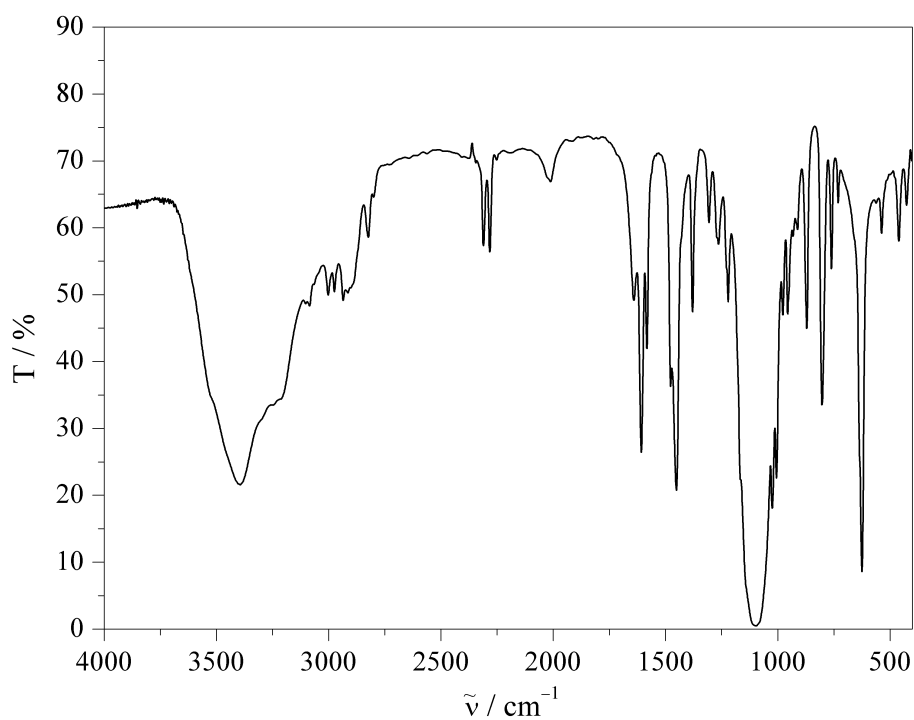


Abbildung A.77.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (8a).

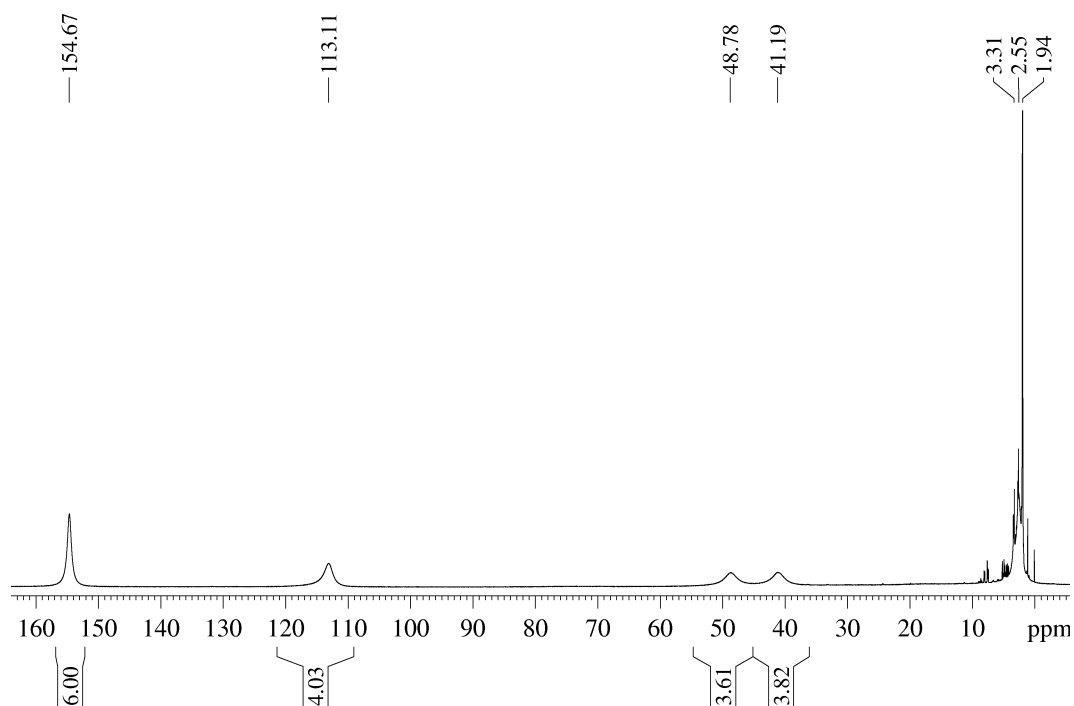


Abbildung A.78.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**8a**) in CD_3CN (400 MHz).

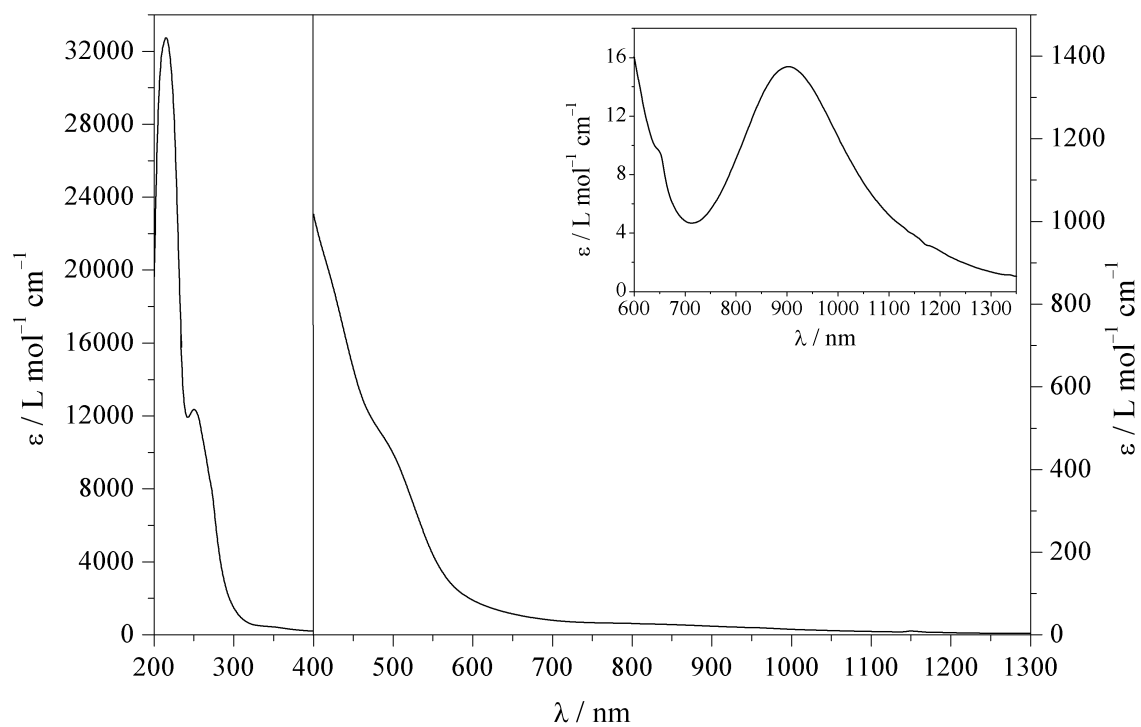


Abbildung A.79.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**8**) in Acetonitril.

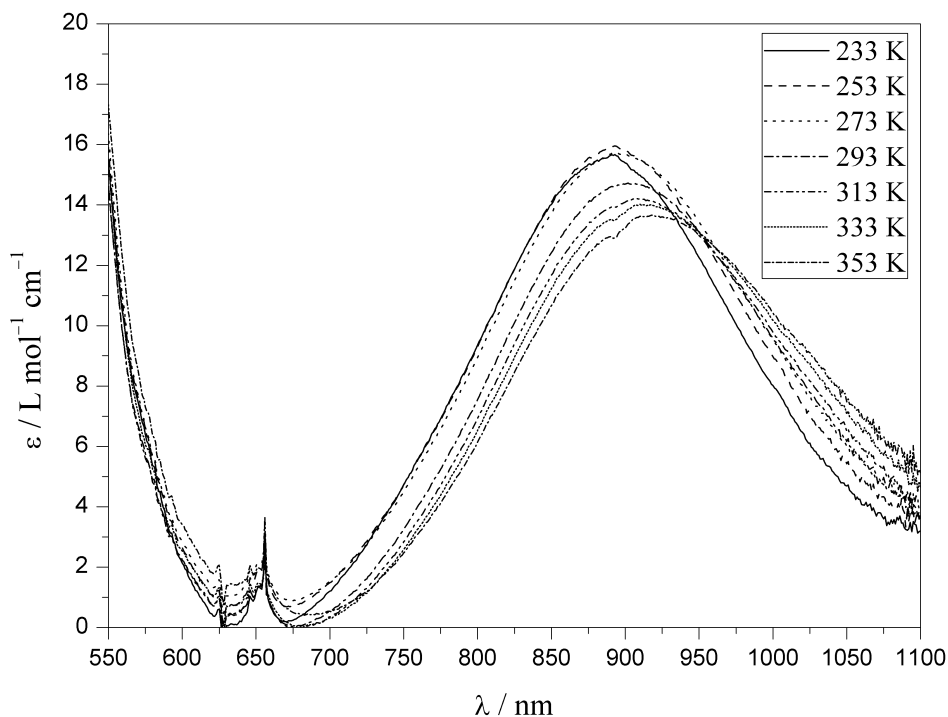


Abbildung A.80.: UV/Vis-Spektren von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**8**) bei verschiedenen Temperaturen in Acetonitril.

Tabelle A.1.: Temperaturabhängige Veränderung einer Bande im UV/Vis-Spektrum des Komplexes $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**8**).

T / K	$\lambda_{\text{max}} / \text{nm}$ ($\epsilon_{\text{M}} / \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)
233	893 (15.7)
253	893 (16.0)
273	891 (15.7)
293	902 (14.7)
313	906 (14.2)
333	910 (14.0)
353	918 (13.7)

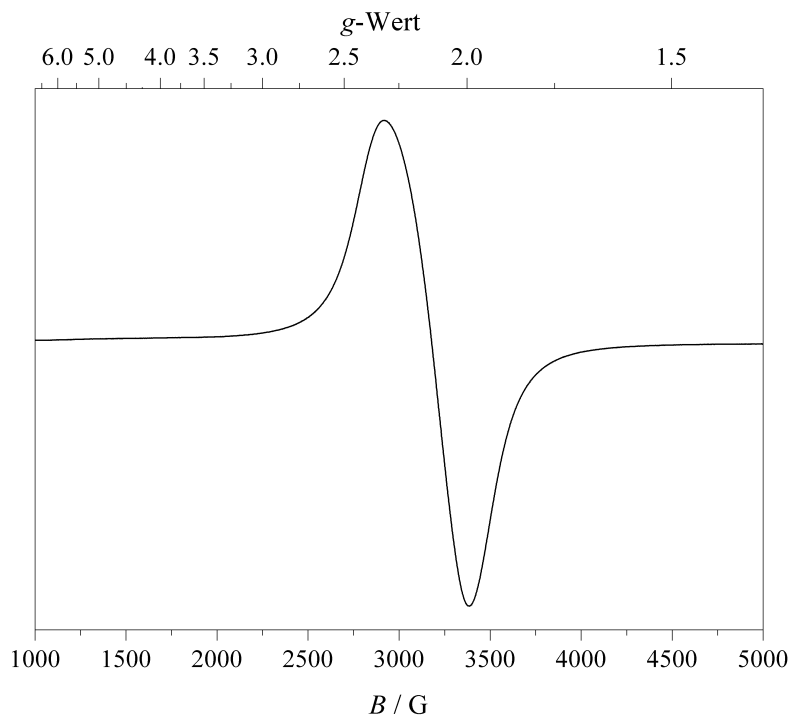


Abbildung A.81.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**8a**) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

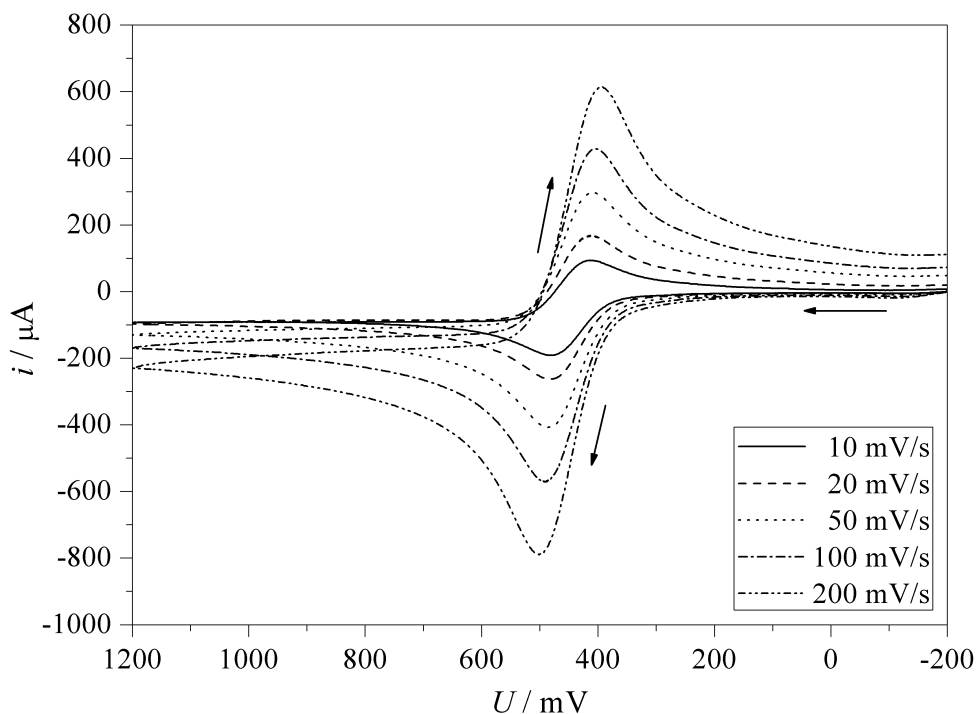


Abbildung A.82.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**8a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

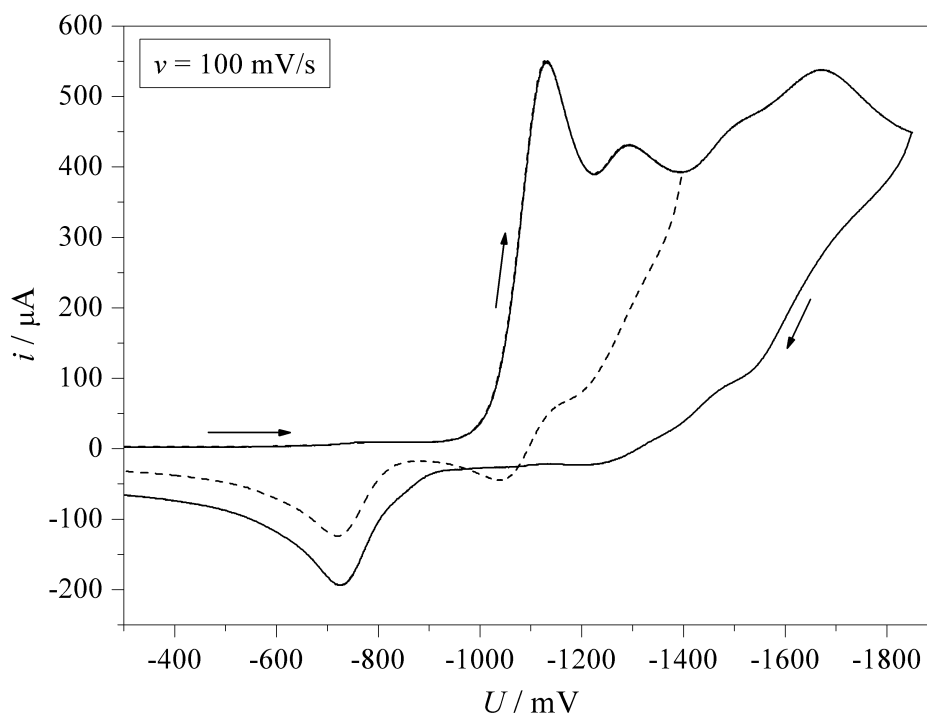


Abbildung A.83.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (8a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

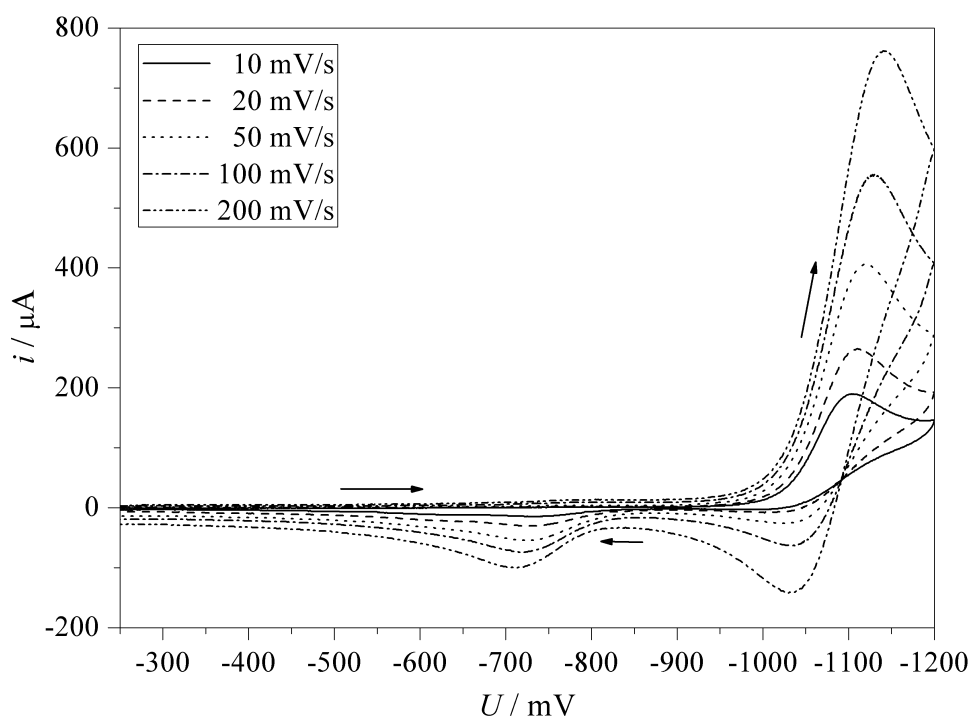
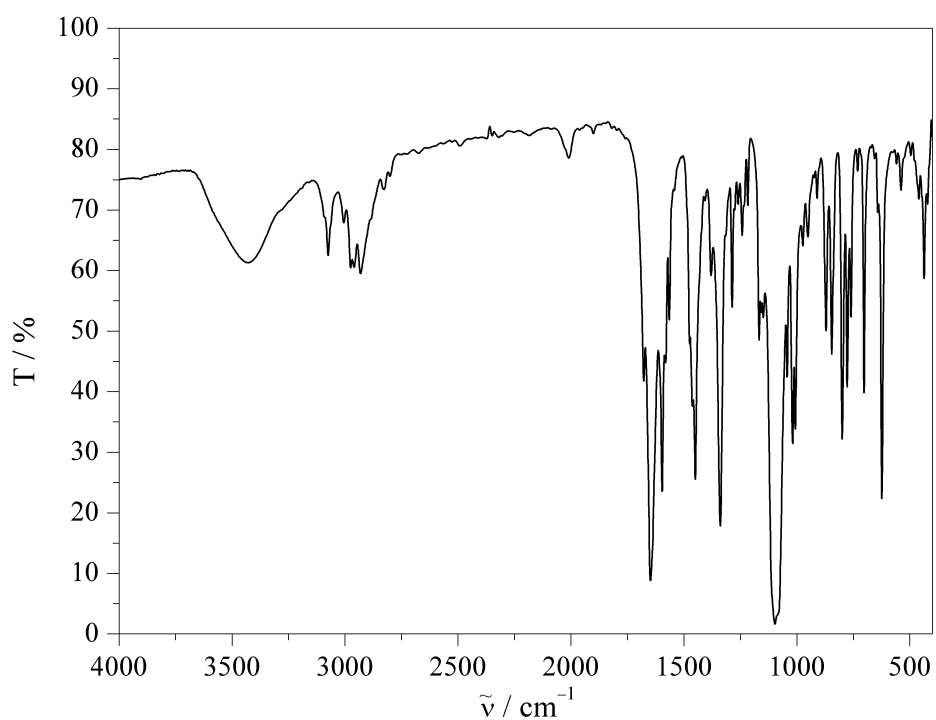
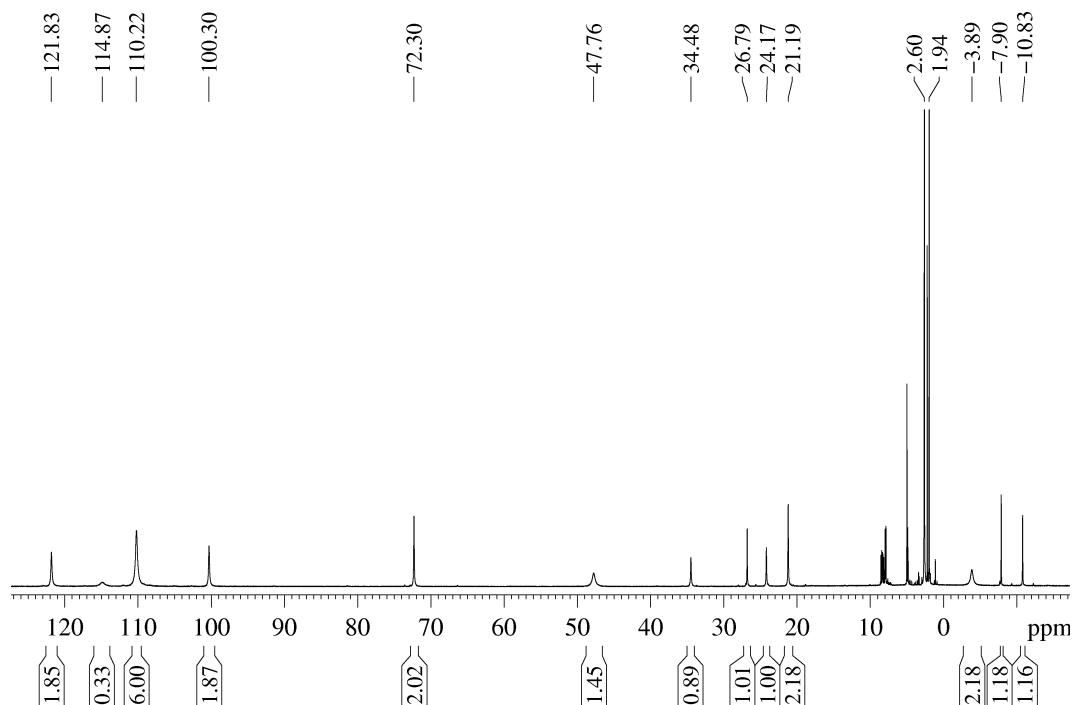


Abbildung A.84.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (8a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.13. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})]^+$ (9)Abbildung A.85.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})](\text{ClO}_4)$ (9a).Abbildung A.86.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})](\text{ClO}_4)$ (9a) in CD_3CN (400 MHz).

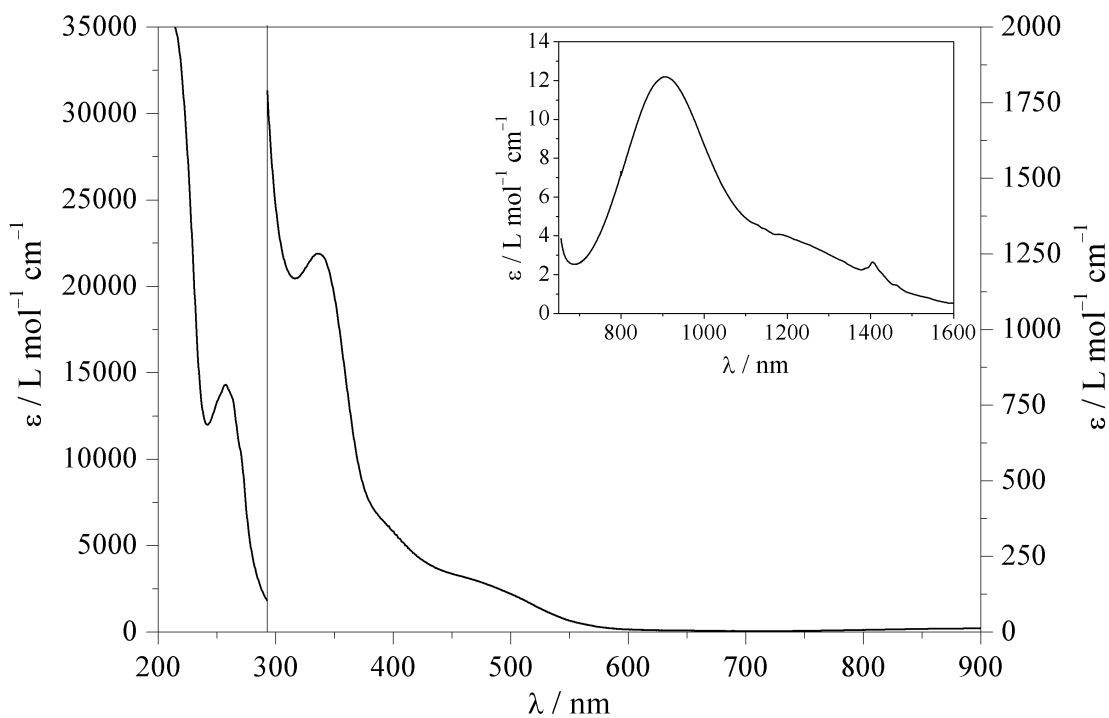


Abbildung A.87.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})]^+$ (**9**) in Acetonitril.

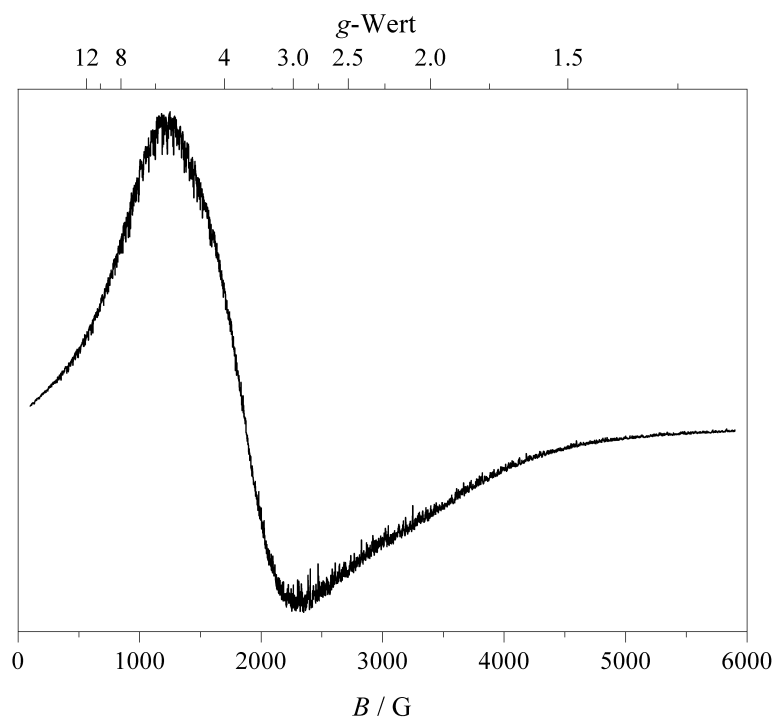


Abbildung A.88.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})](\text{ClO}_4)$ (**9a**) (Feststoff) bei 77 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.50 GHz; Modulationsamplitude 10 G; Power 4.5 mW).

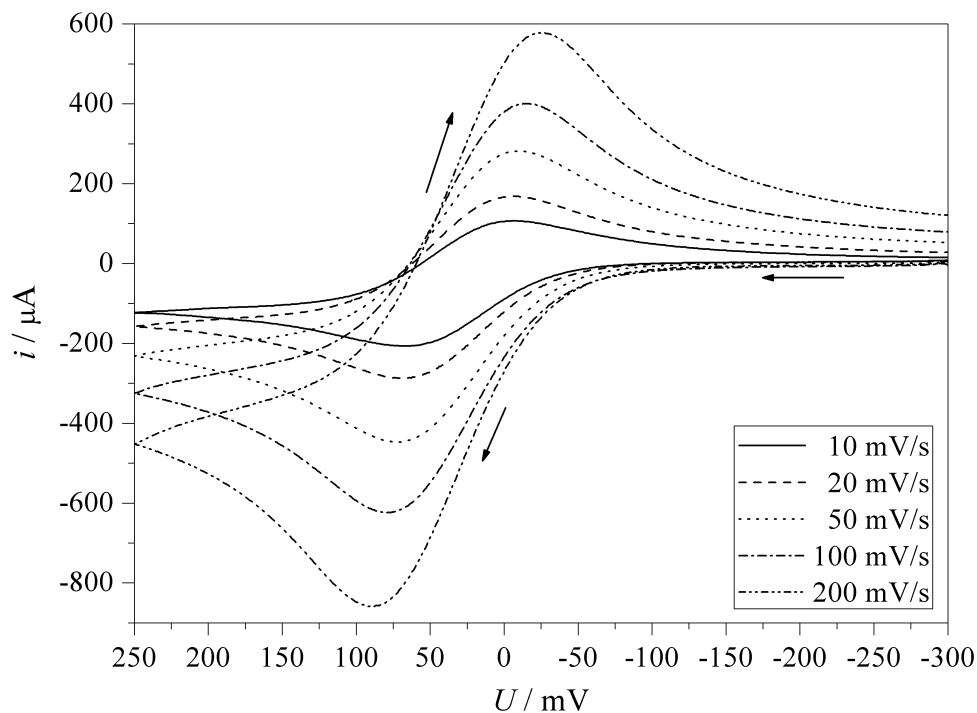


Abbildung A.89.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von [Co(L-N₄Me₂)(pyc)](ClO₄) (9a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

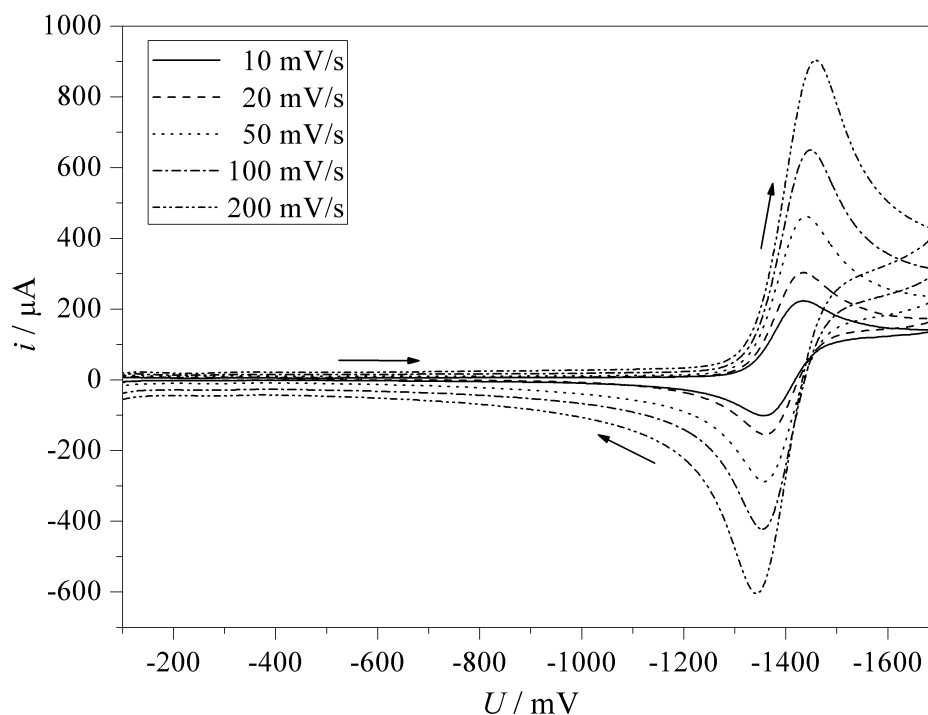


Abbildung A.90.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von [Co(L-N₄Me₂)(pyc)](ClO₄) (9a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

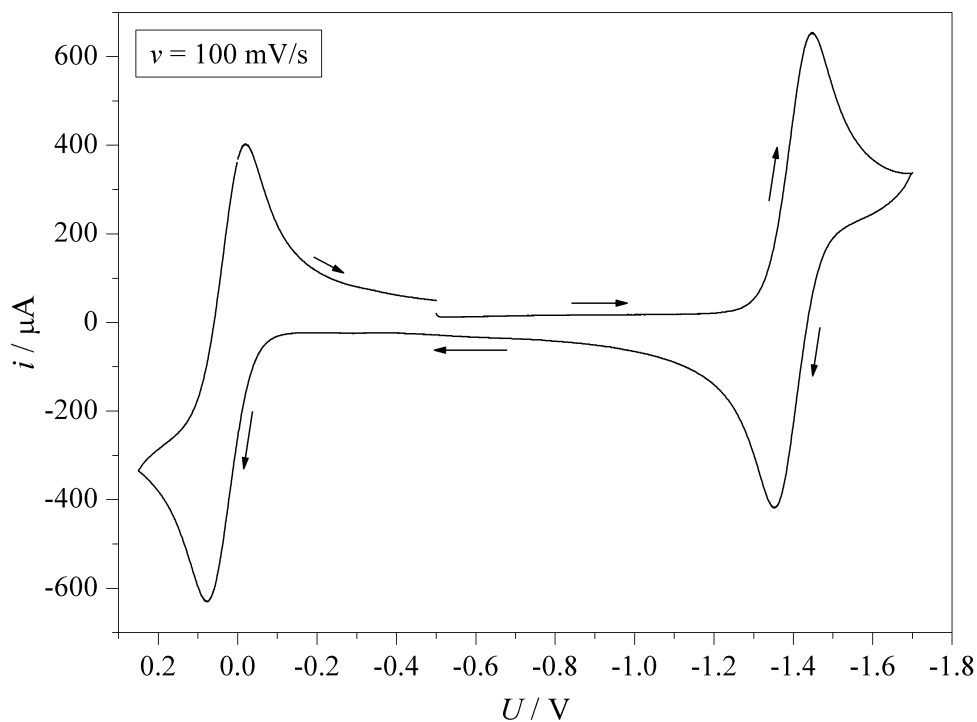


Abbildung A.91.: Cyclovoltammogramm von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{pyc})](\text{ClO}_4)$ (**9a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

A.14. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**)

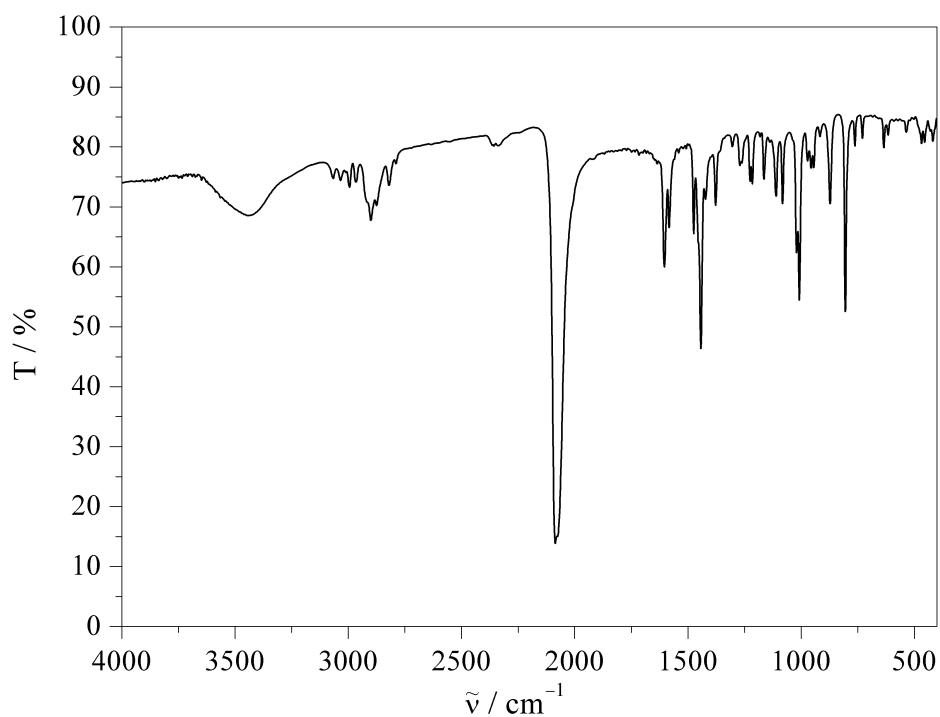


Abbildung A.92.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**).

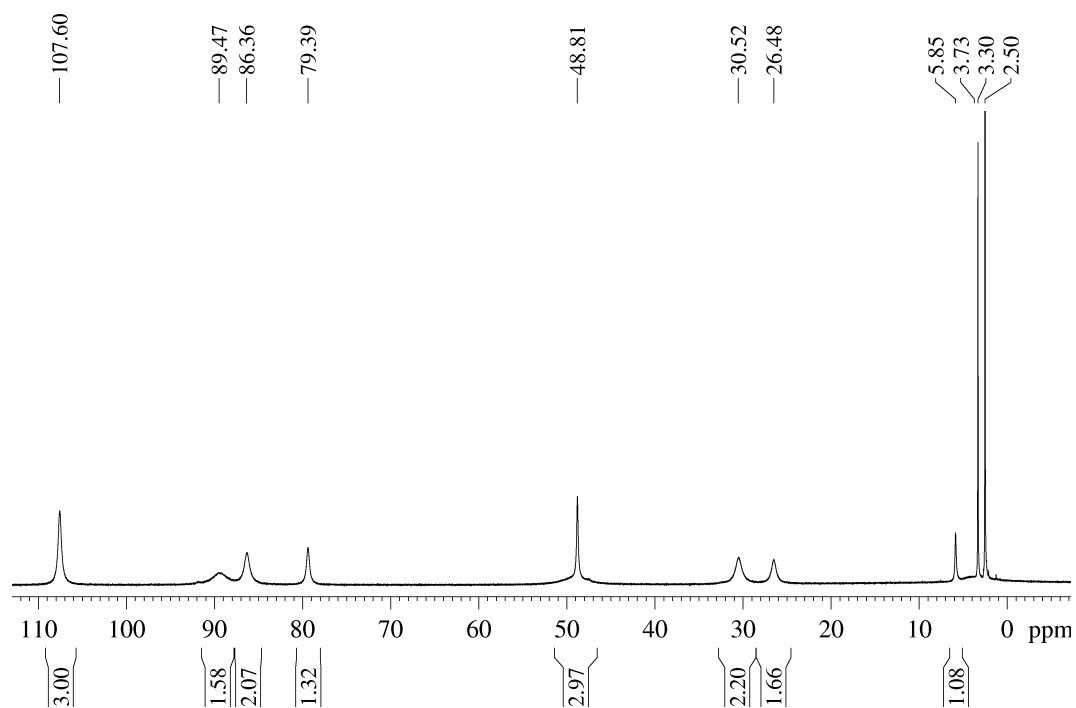


Abbildung A.93.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**) in $\text{DMSO}-d_6$ (400 MHz).

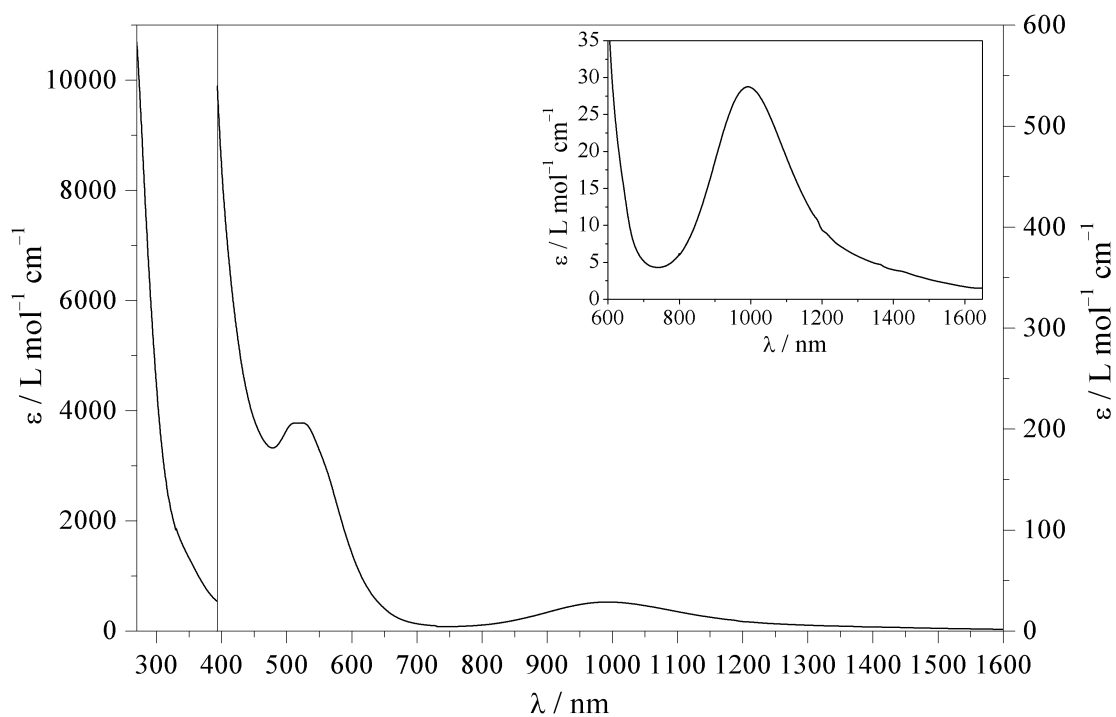


Abbildung A.94.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**) in Dimethylsulfoxid.

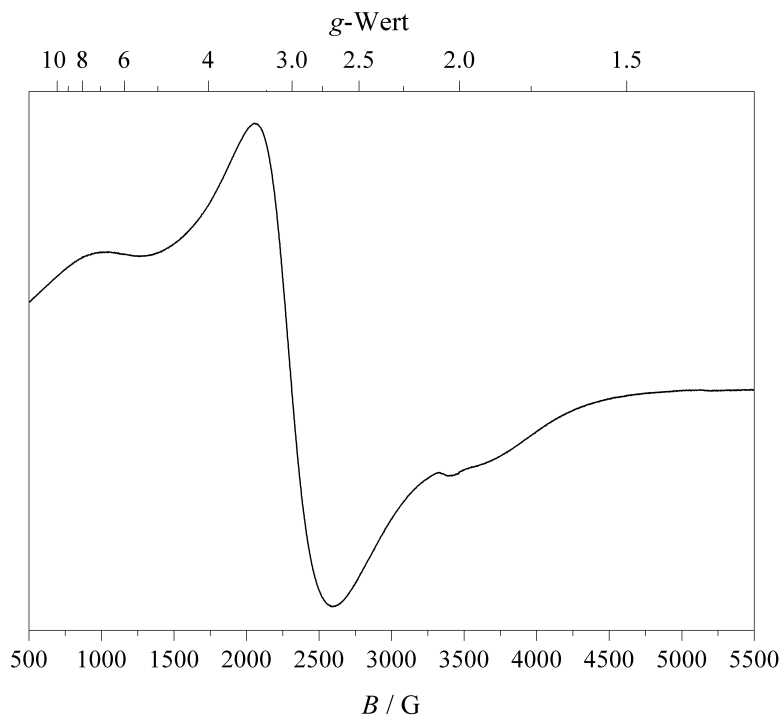


Abbildung A.95.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**) (Feststoff) bei 30 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.70 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 0.020 mW).

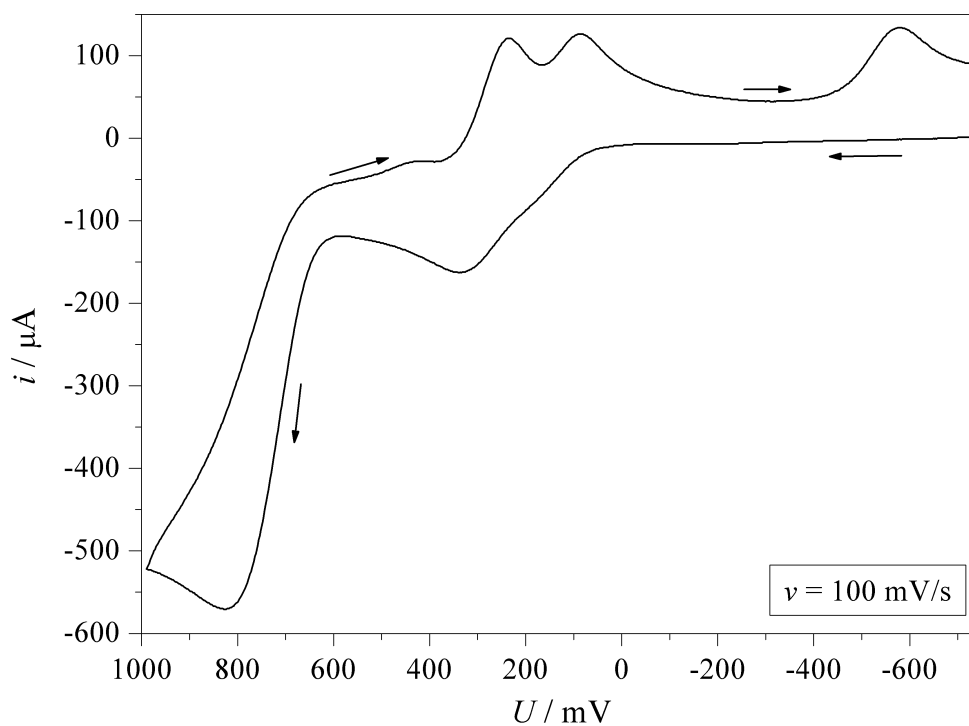


Abbildung A.96.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (**10**) in 0.2 M TBAP / DMF.

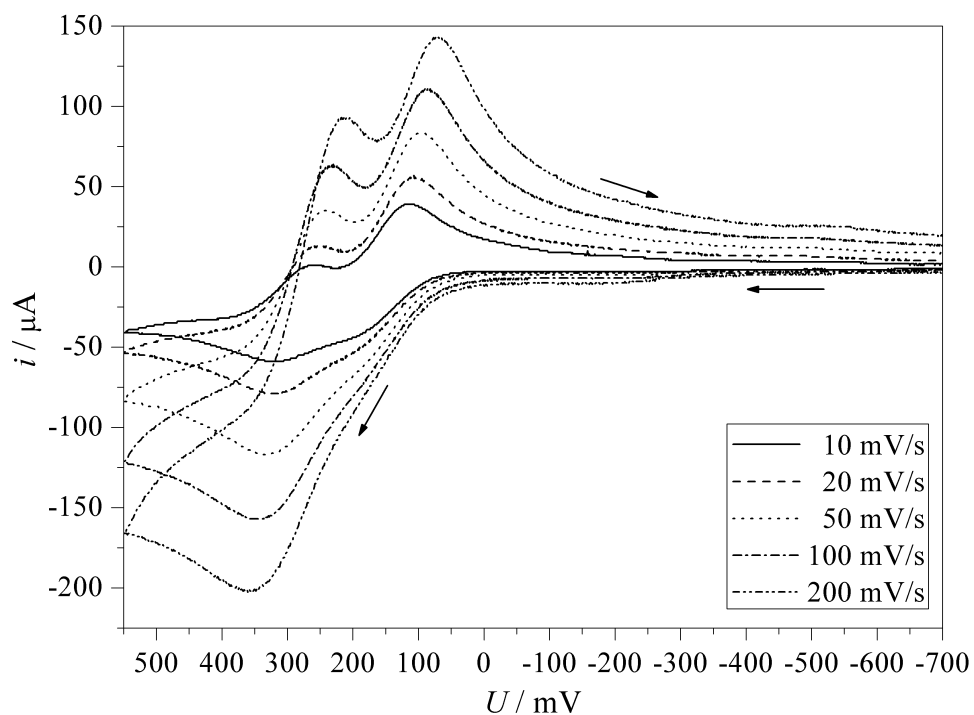


Abbildung A.97.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (10) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

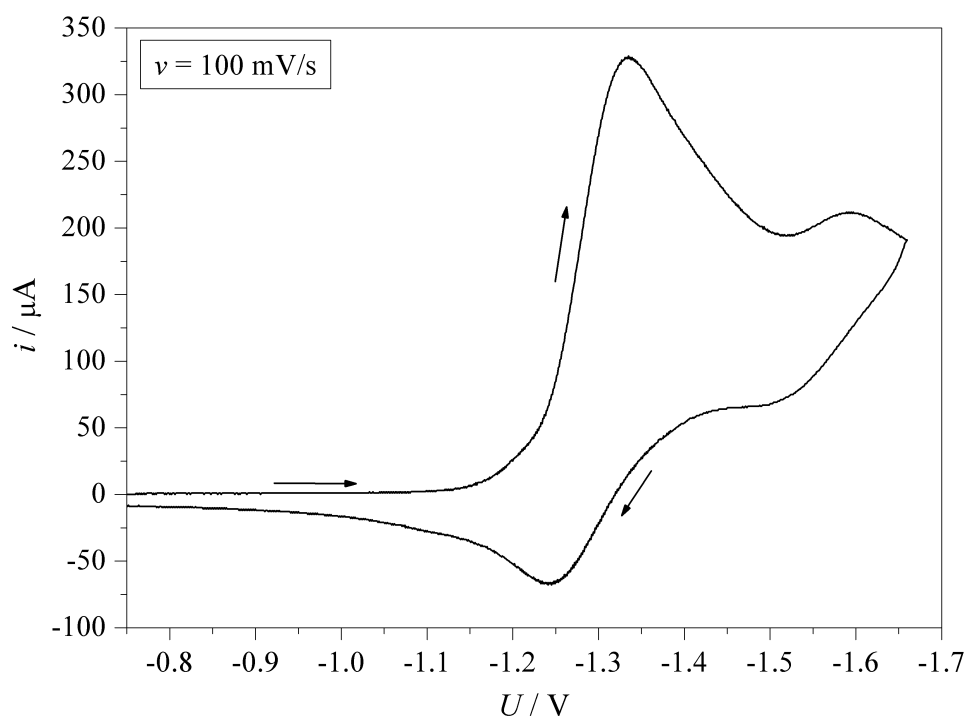


Abbildung A.98.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{NCS})_2]$ (10) in 0.2 M TBAP / DMF.

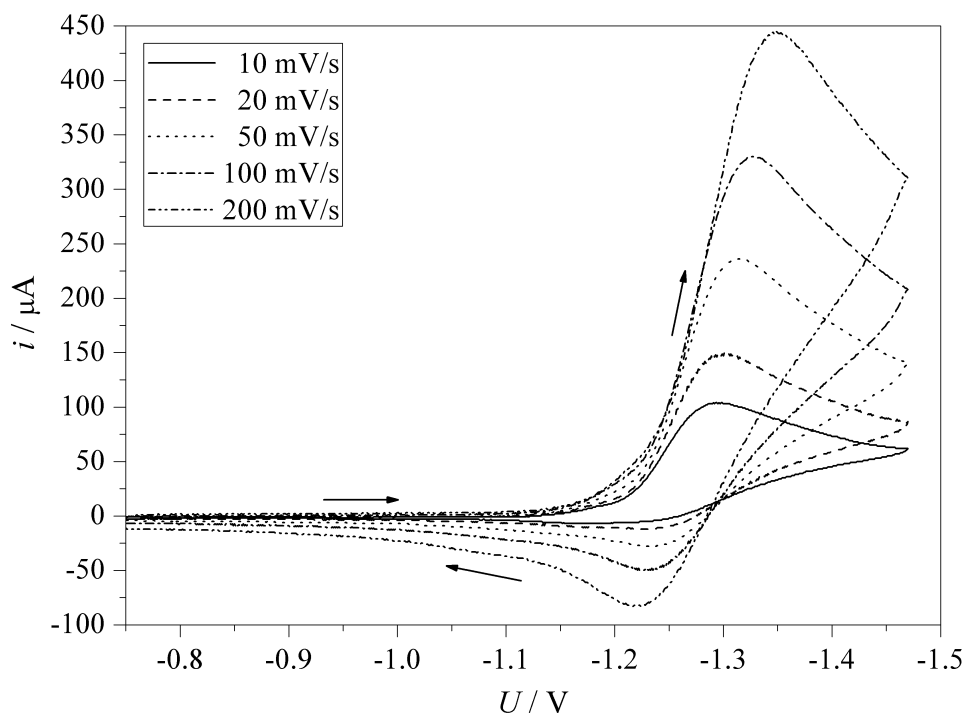


Abbildung A.99.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[Co(L-N_4Me_2)(NCS)_2]$ (**10**) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.15. $[\{Co(L-N_4Me_2)\}_2(\mu-BiBzIm)]^{2+}$ (**11**)

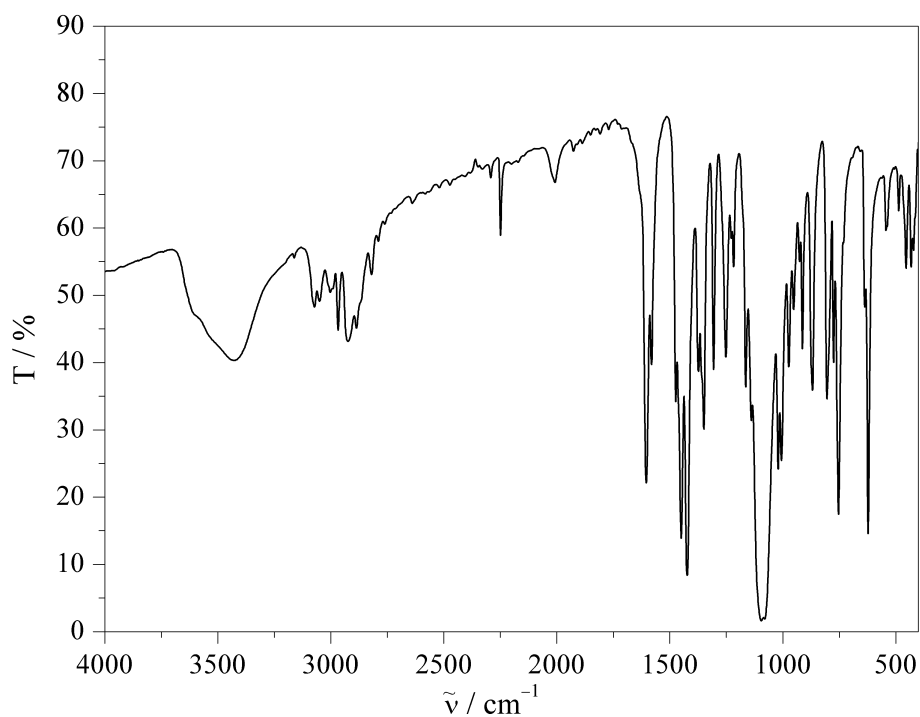


Abbildung A.100.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\{Co(L-N_4Me_2)\}_2(\mu-BiBzIm)](ClO_4)_2$ (**11a**).

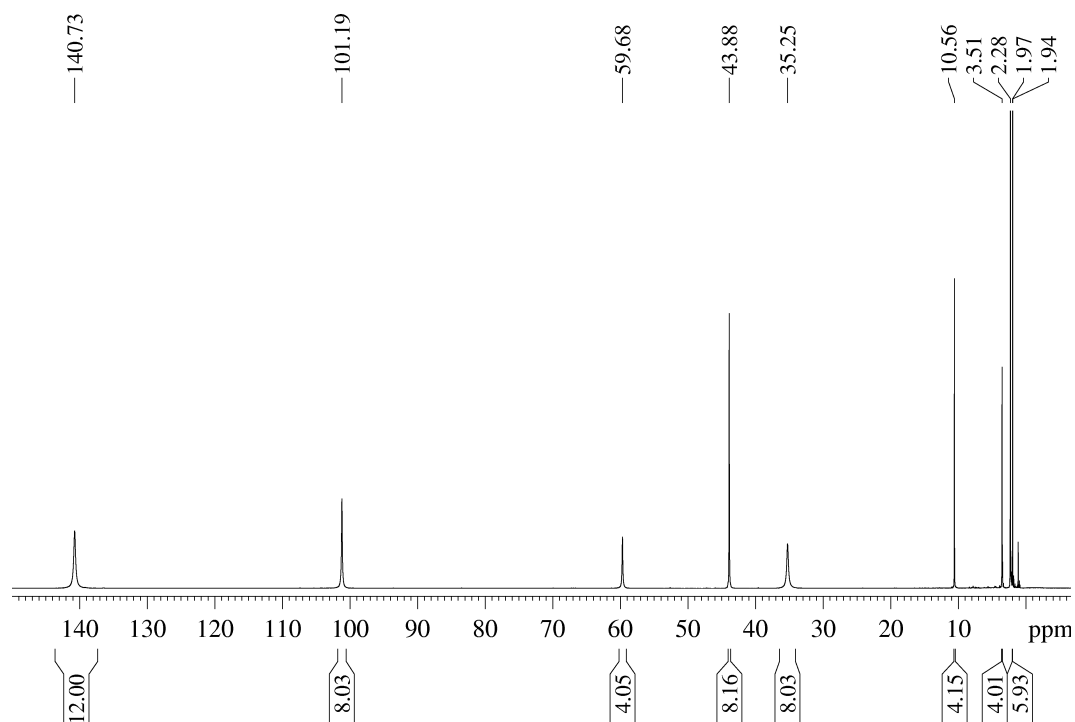


Abbildung A.101.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\{\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-BiBzIm})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2 \text{MeCN}$ (11b) in CD_3CN (400 MHz).

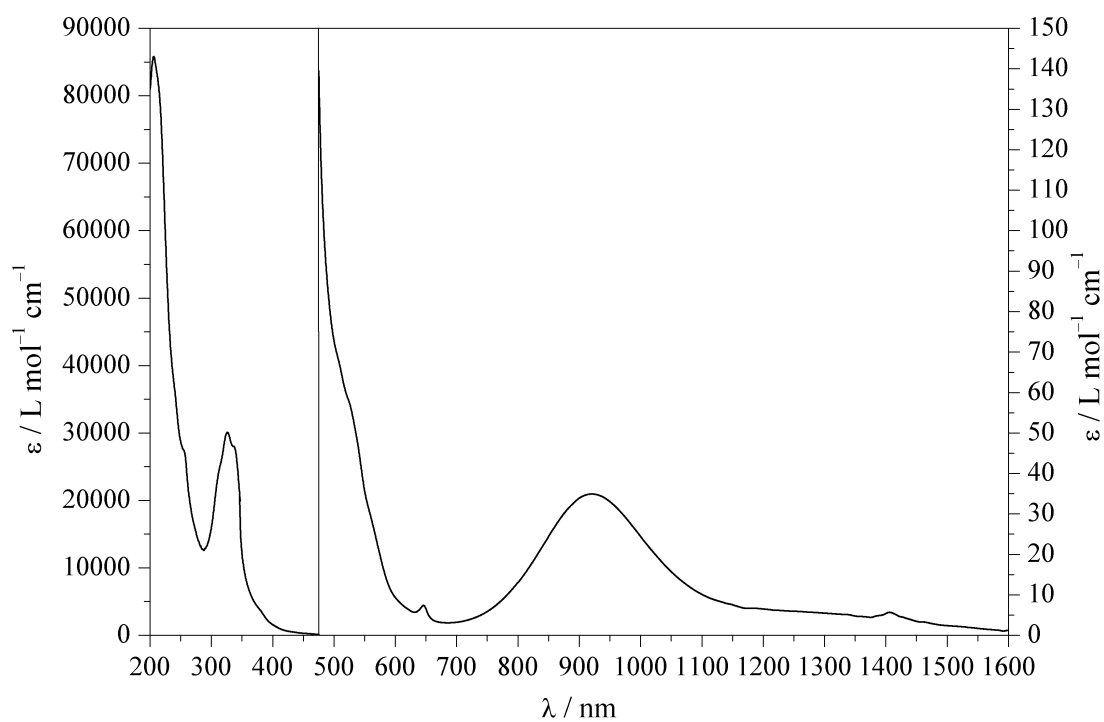


Abbildung A.102.: UV/Vis-Spektrum von $[\{\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-BiBzIm})]^{2+}$ (11) in Acetonitril.

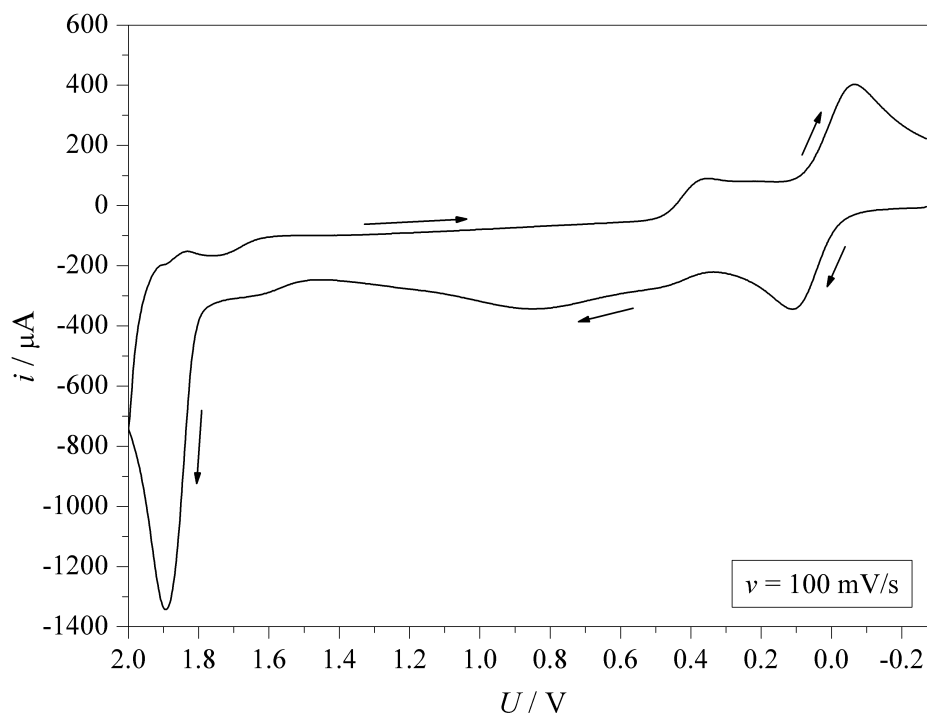


Abbildung A.103.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\{Co(L-N_4Me_2)\}_2(\mu-BiBzIm)](ClO_4)_2$ (**11a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

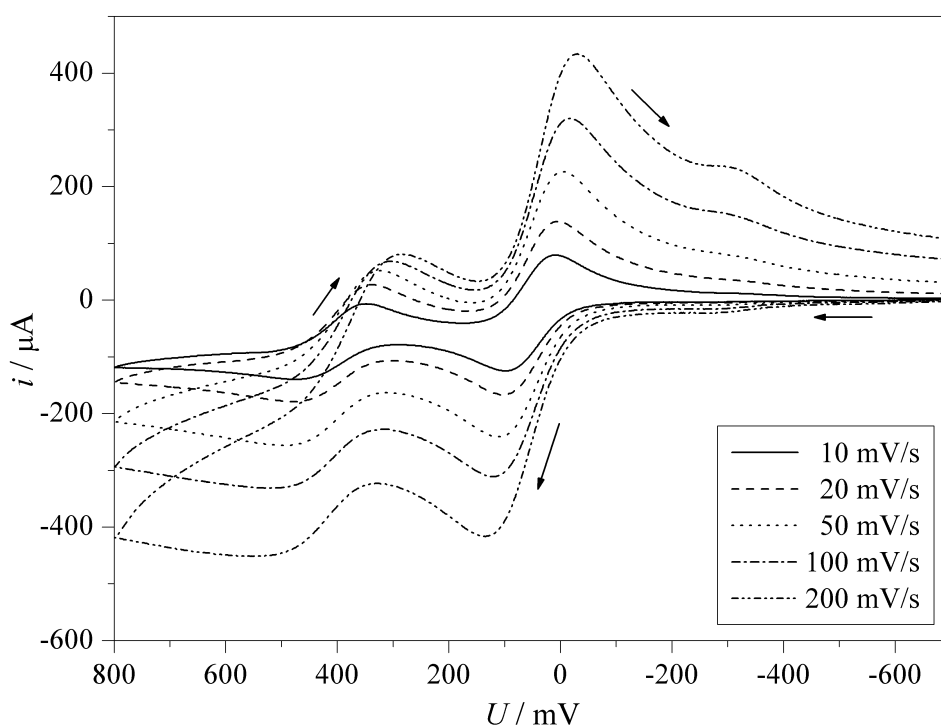


Abbildung A.104.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\{Co(L-N_4Me_2)\}_2(\mu-BiBzIm)](ClO_4)_2$ (**11a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

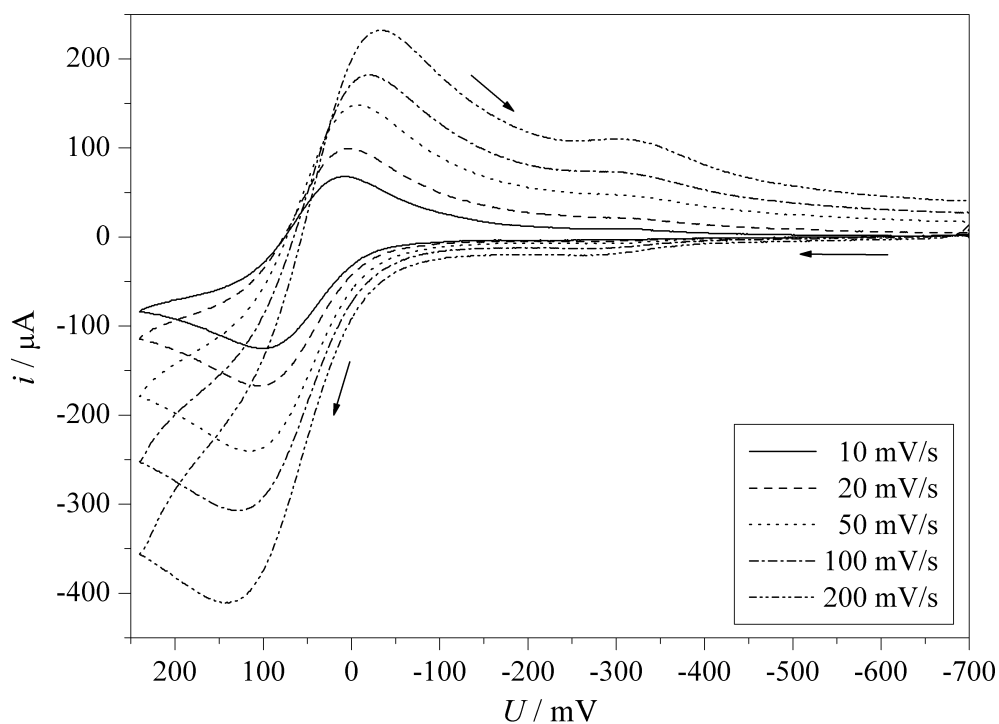


Abbildung A.105.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\{\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-BiBzIm})](\text{ClO}_4)_2$ (**11a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

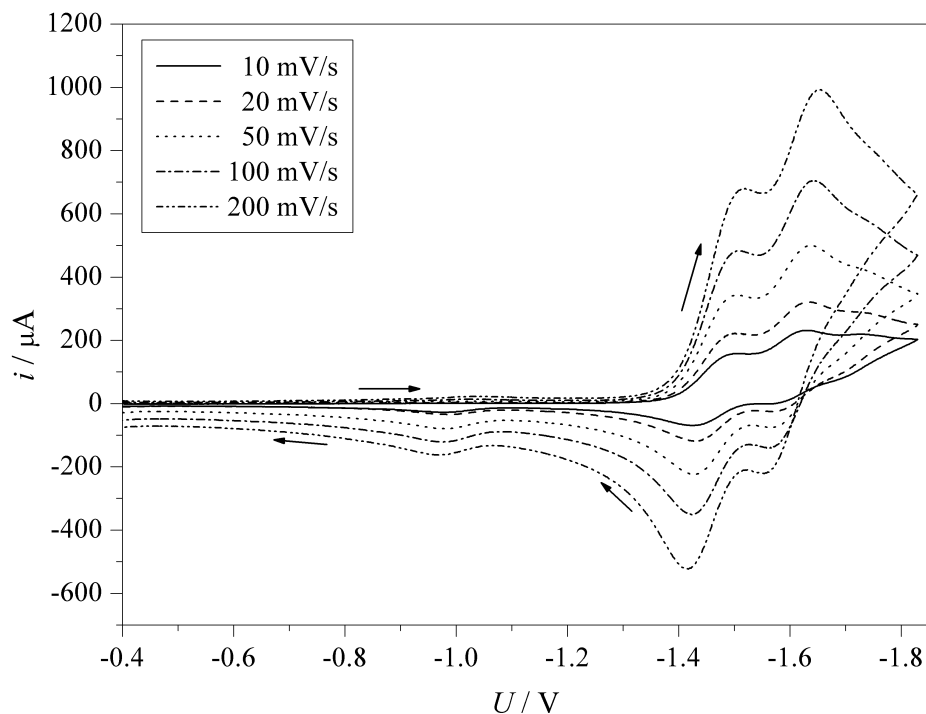
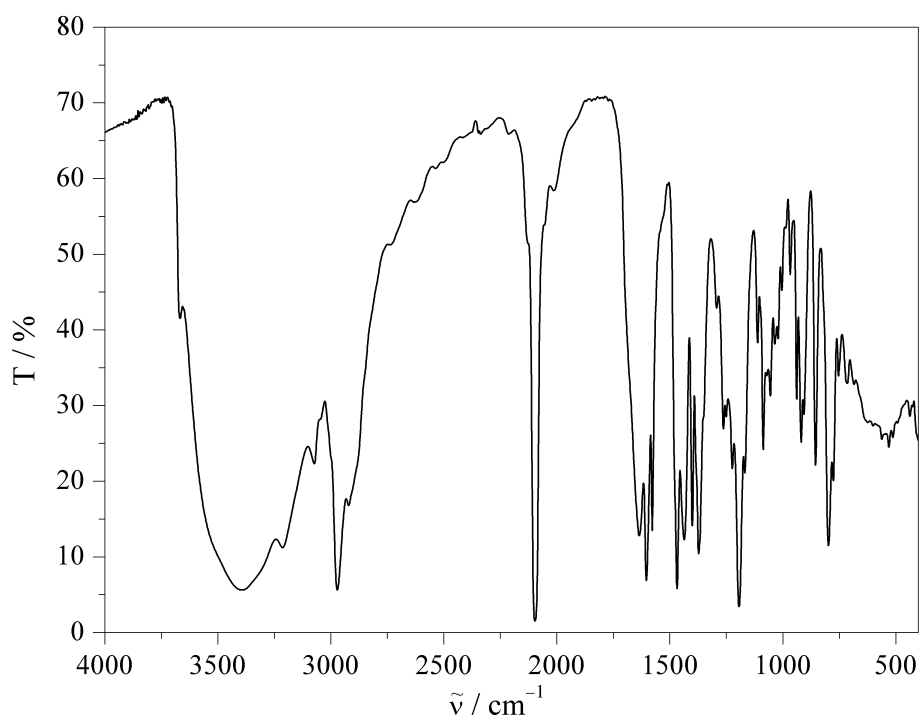
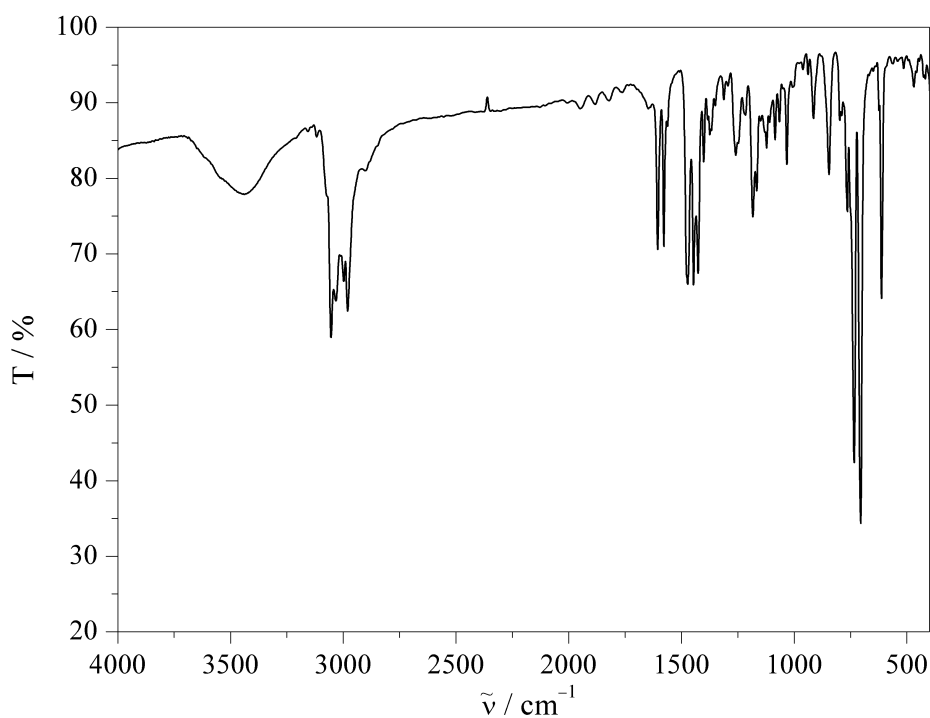


Abbildung A.106.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\{\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-BiBzIm})](\text{ClO}_4)_2$ (**11a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.16. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{CN})_2]$ (**12**)Abbildung A.107.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{CN})_2]$ (**12**).A.17. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**13**)Abbildung A.108.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (**13a**).

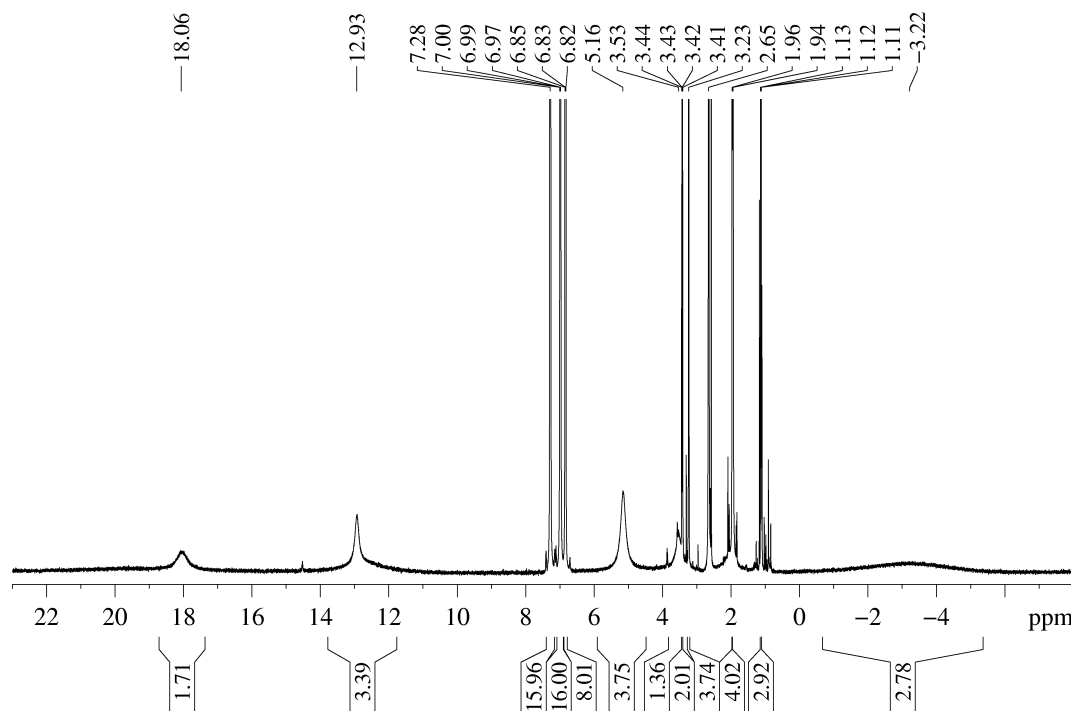


Abbildung A.109.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN} \cdot 0.6 \text{Et}_2\text{O}$ (**13b**) in CD_3CN (600 MHz).

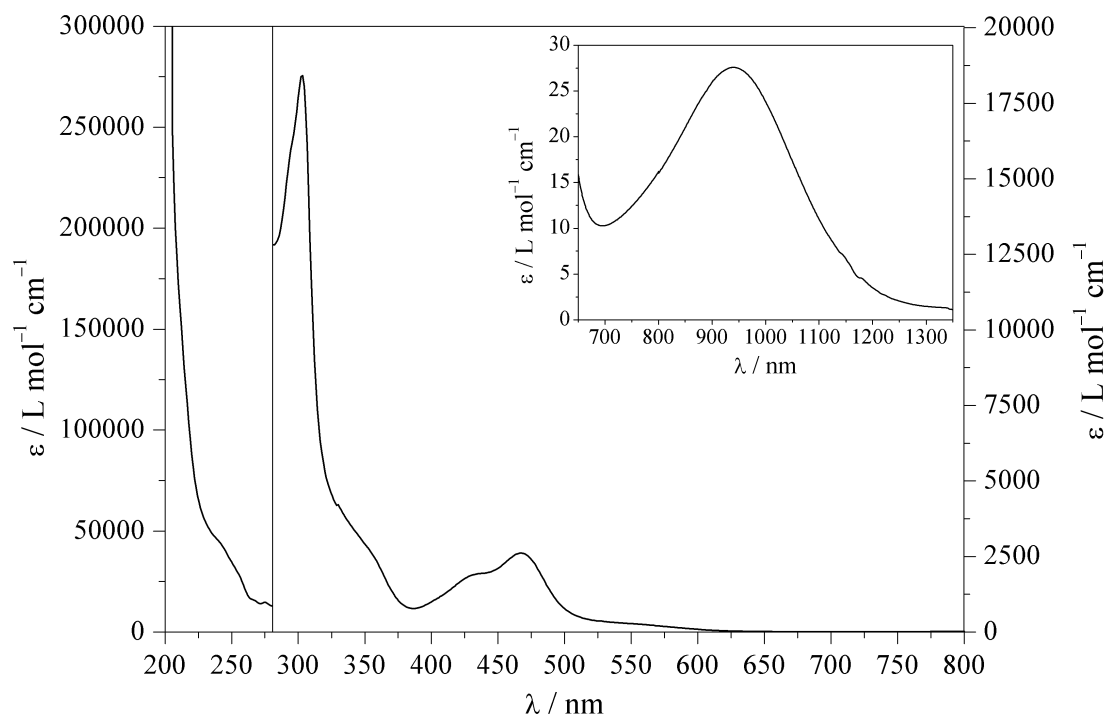


Abbildung A.110.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**13**) in Acetonitril.

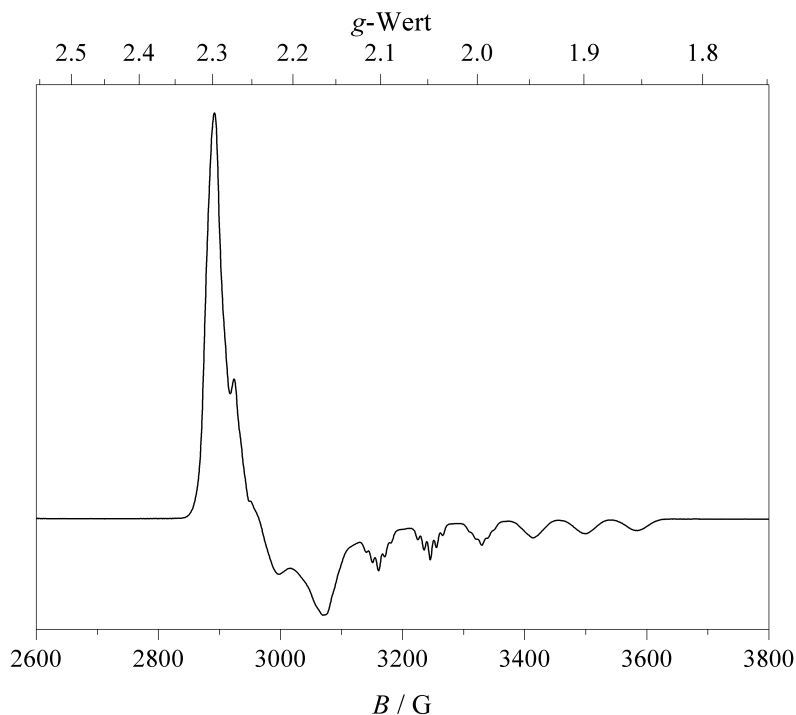


Abbildung A.111.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**13**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

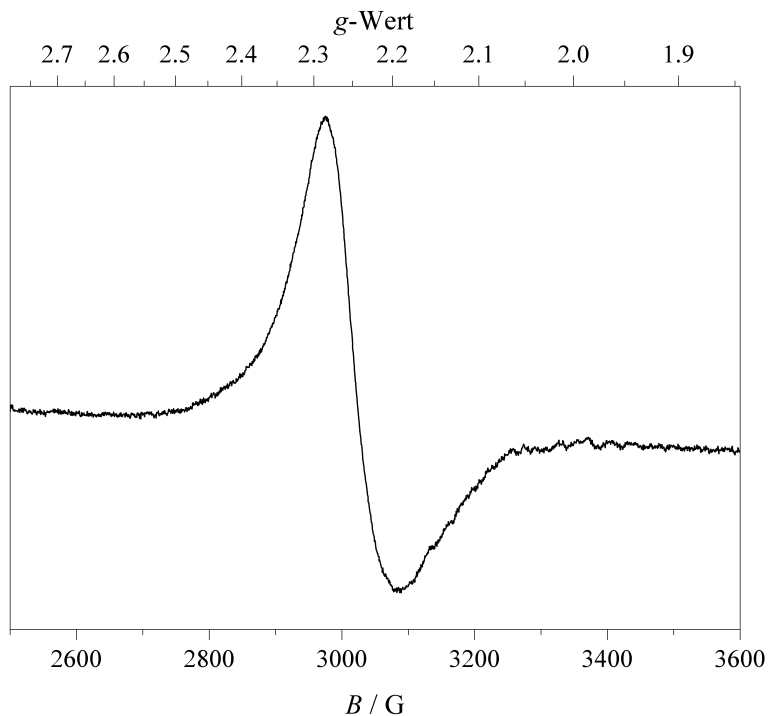


Abbildung A.112.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})]^{2+}$ (**13**) in Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 10 G; Power 6.4 mW).

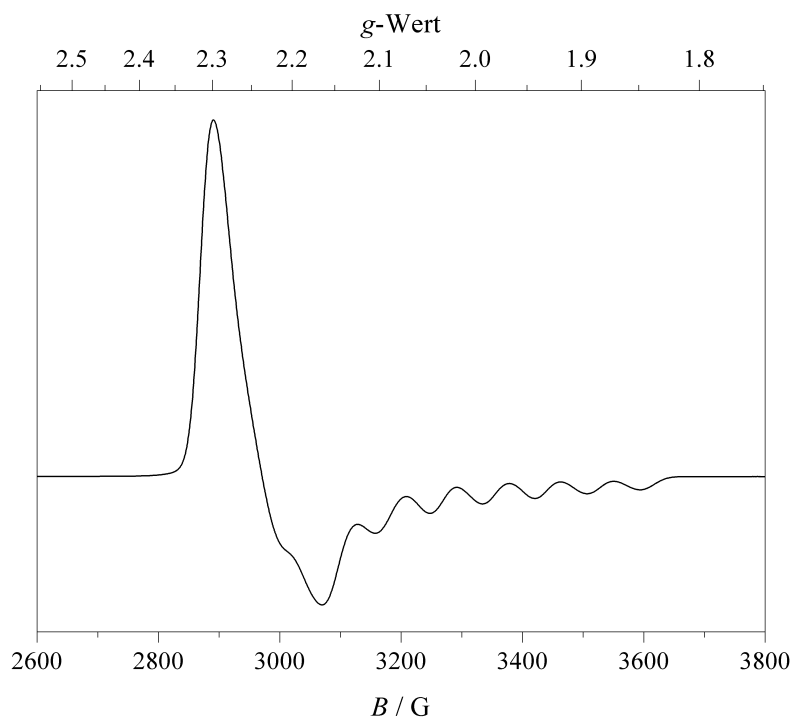


Abbildung A.113.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (**13a**) (Feststoff, Pulver) bei 183 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

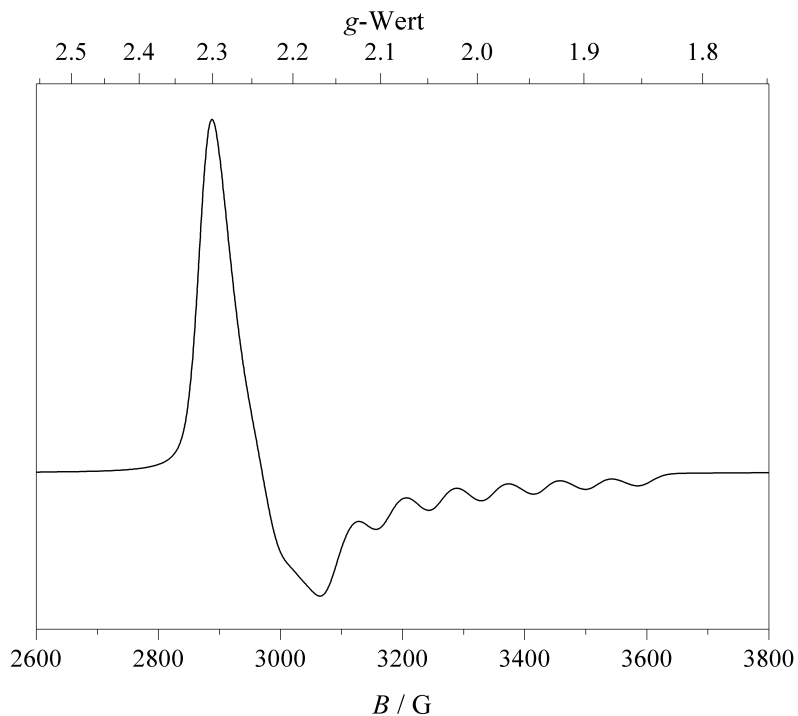


Abbildung A.114.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (**13a**) (Feststoff, Pulver) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

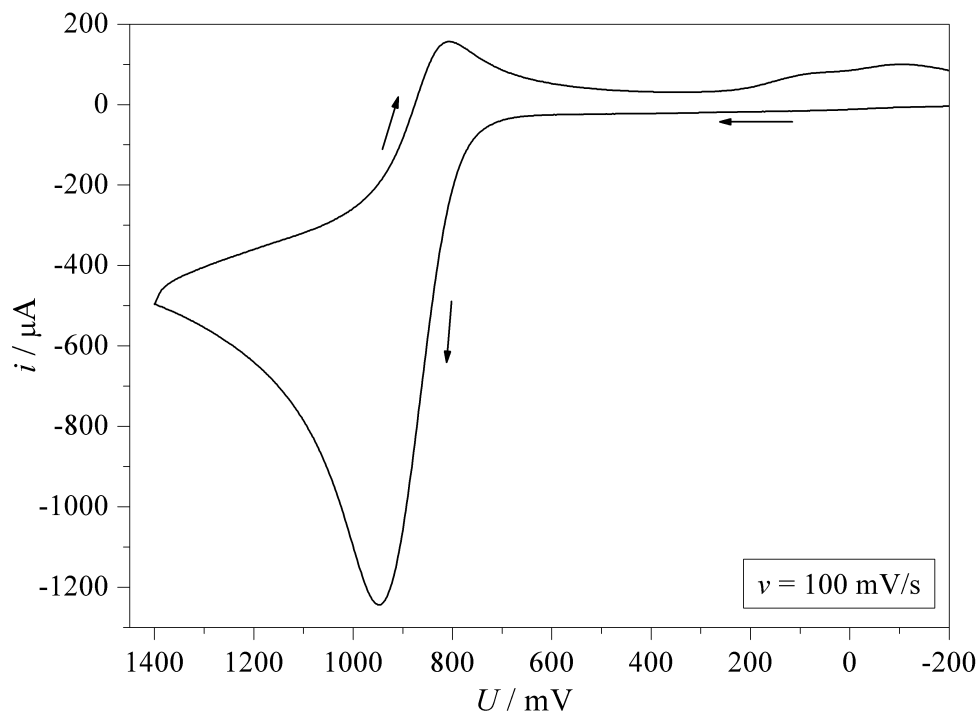


Abbildung A.115.: Cyclovoltammogramm der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (**13a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

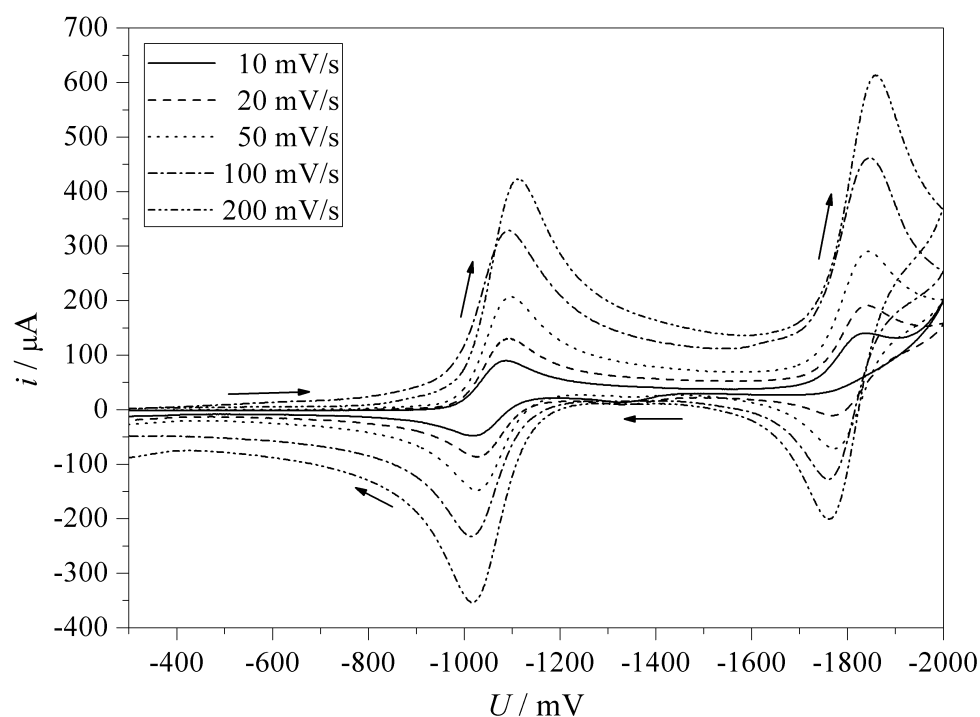


Abbildung A.116.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bipy})](\text{BPh}_4)_2$ (**13a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

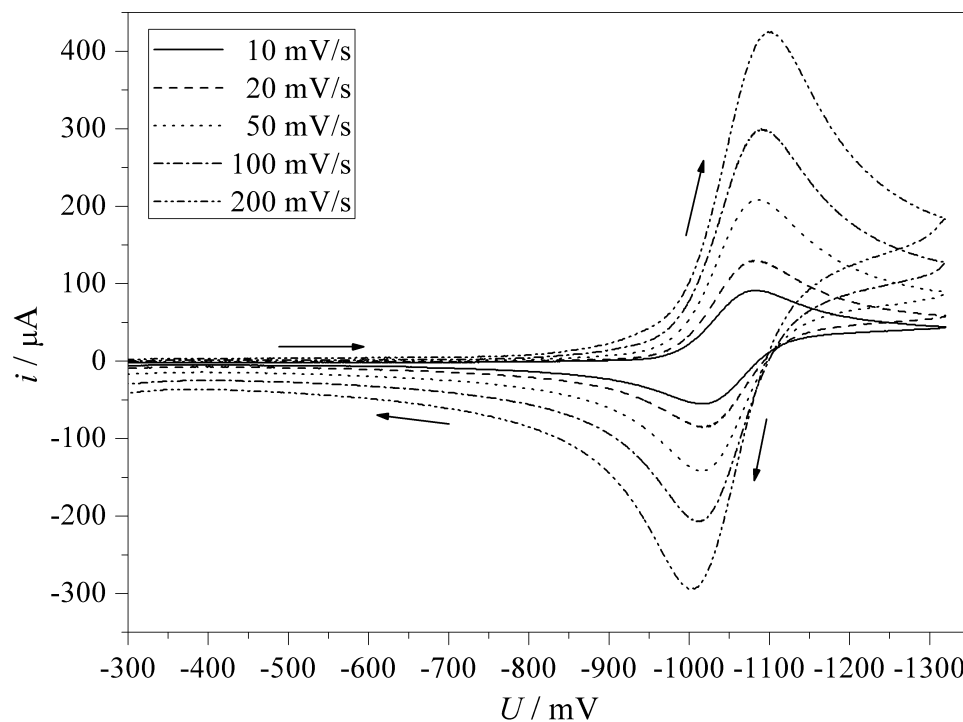


Abbildung A.117.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ (13a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.18. [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)]²⁺ (14)

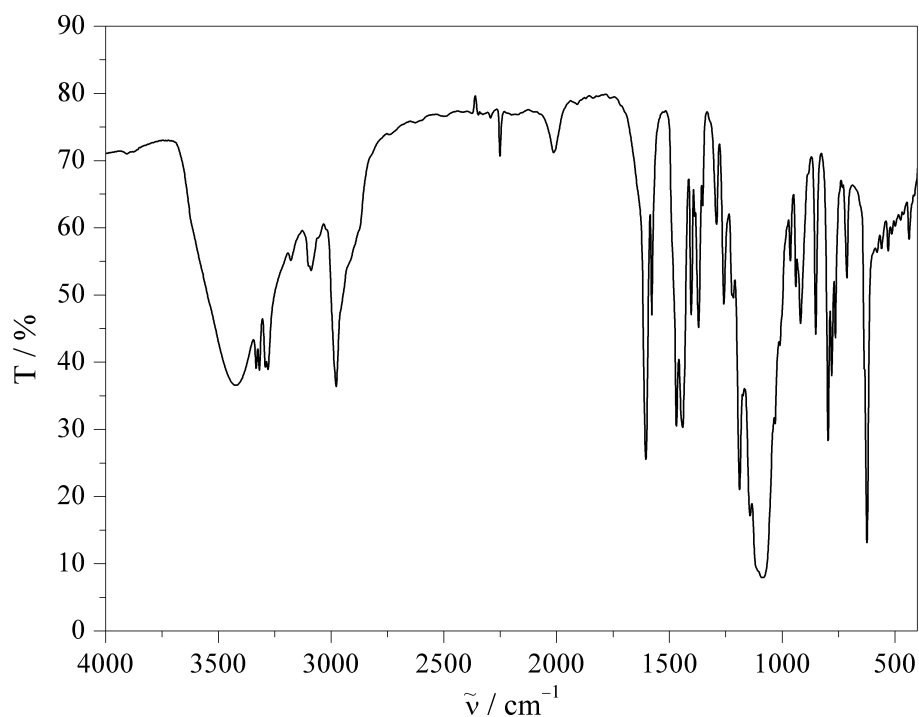


Abbildung A.118.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)](ClO₄)₂ (14a).

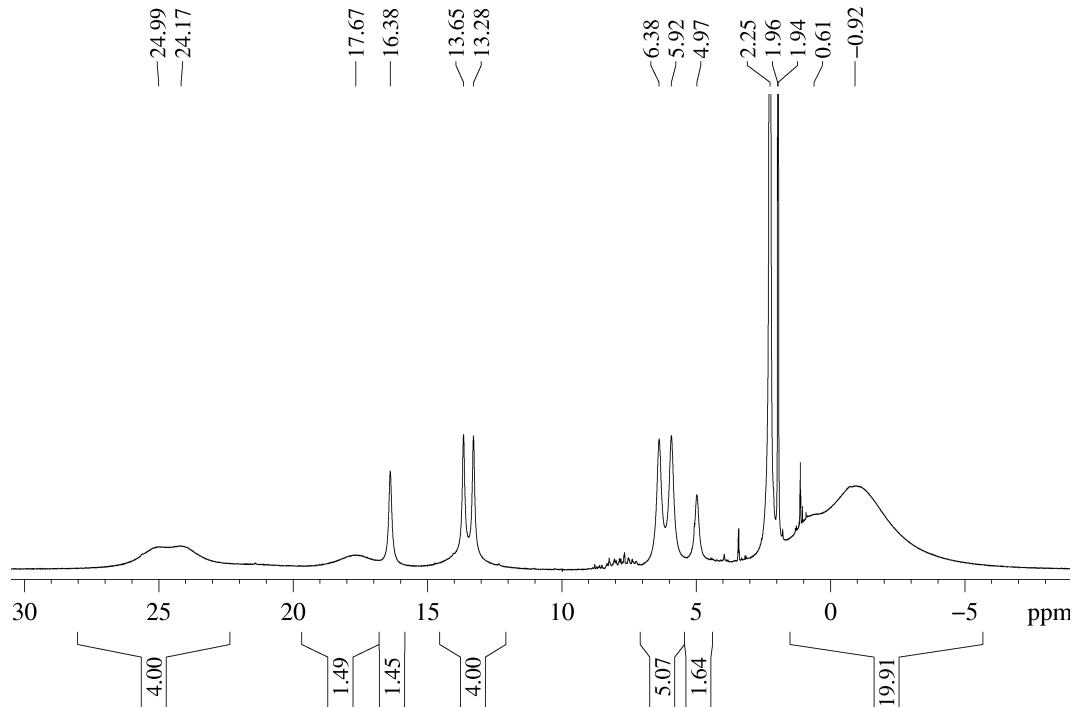


Abbildung A.119.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 0.5 \text{ MeCN}$ (**14b**) in CD_3CN (400 MHz).

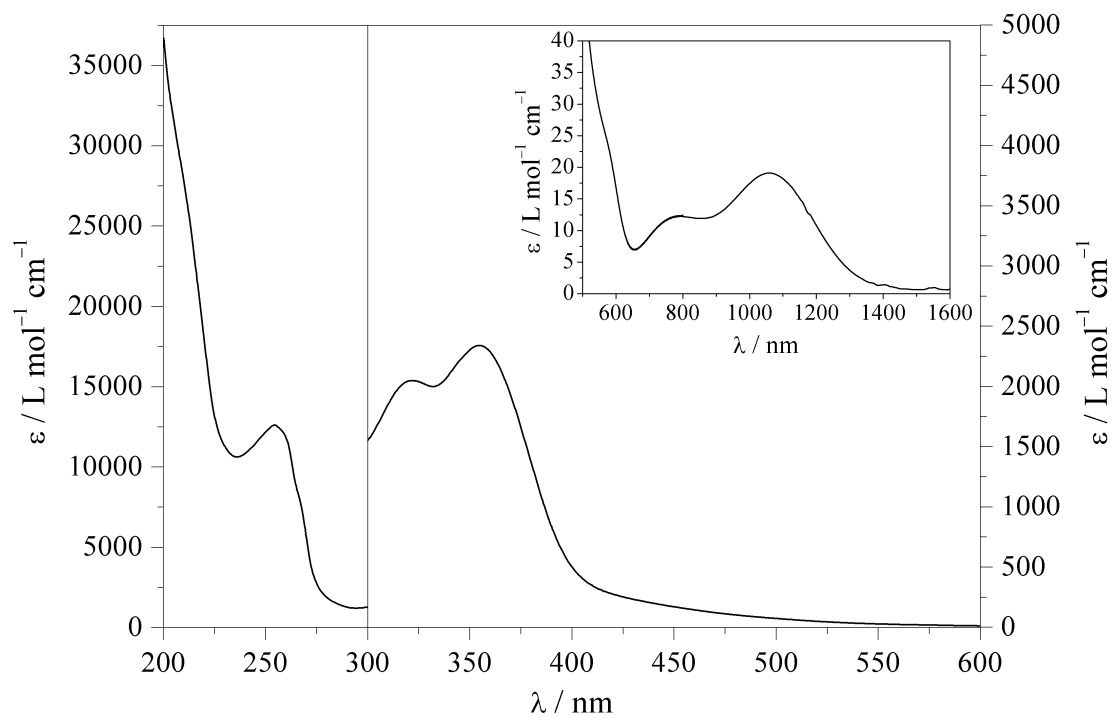


Abbildung A.120.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (**14**) in Acetonitril.

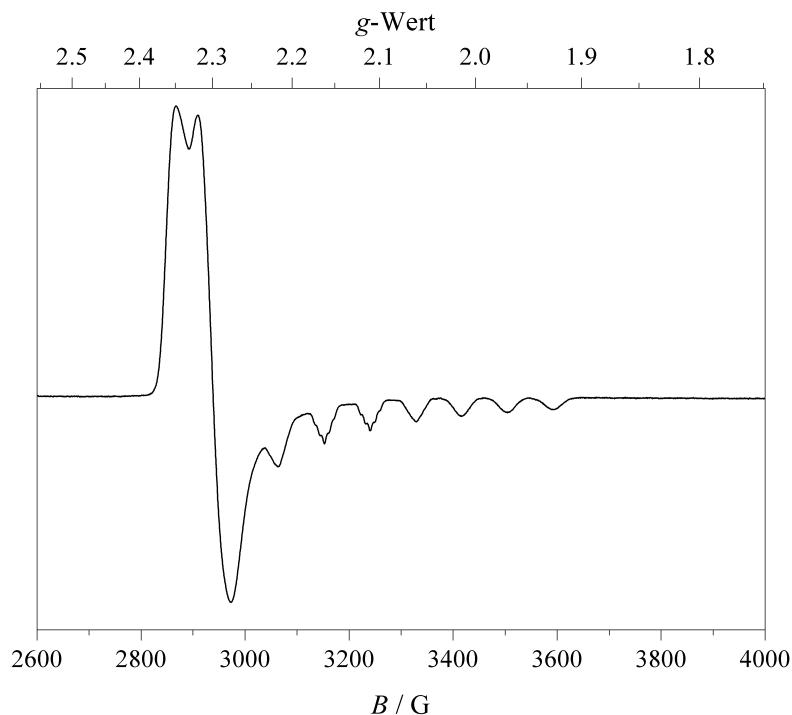


Abbildung A.121.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{ampy})]^{2+}$ (**14**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

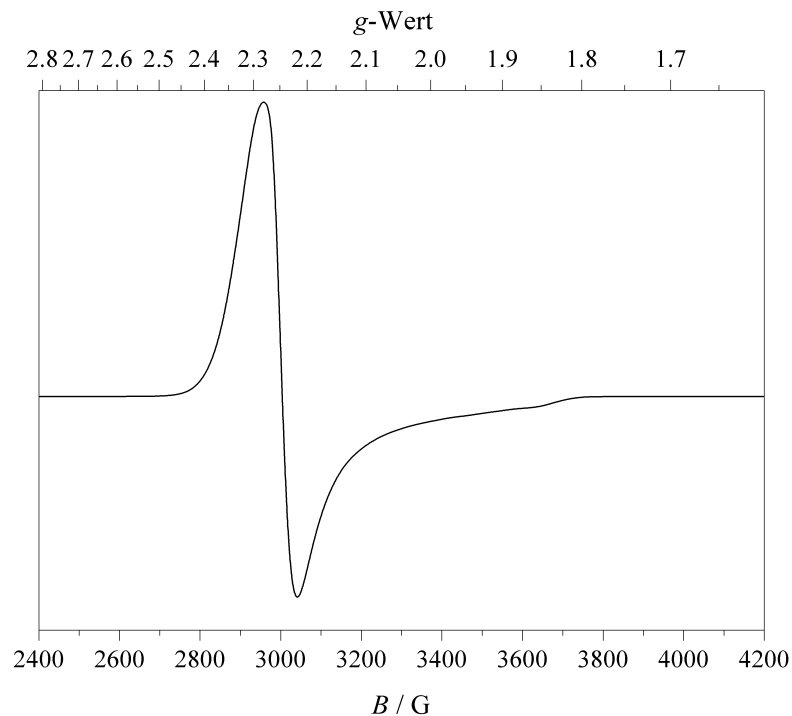


Abbildung A.122.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 0.5 \text{ MeCN}$ (**14b**) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

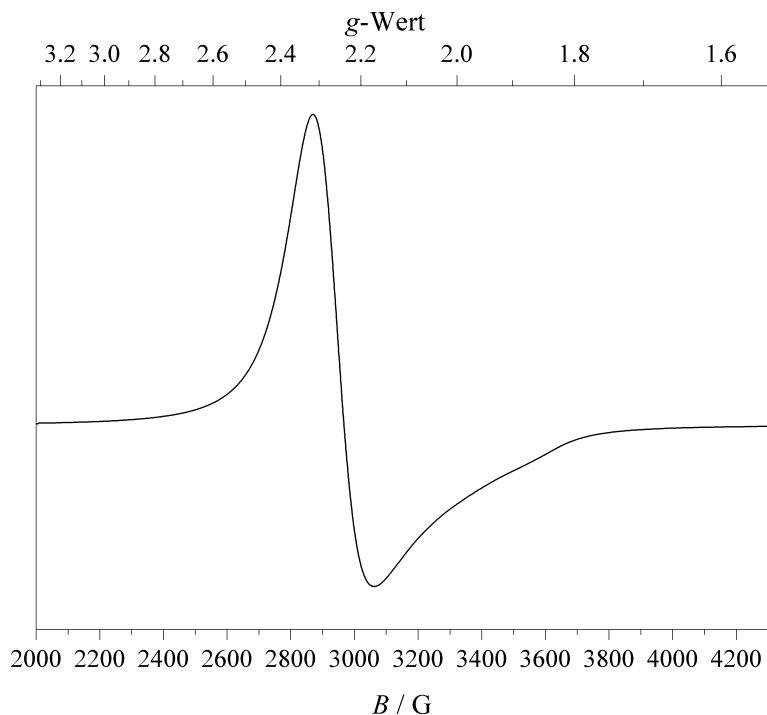


Abbildung A.123.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 0.5 \text{ MeCN}$ (**14b**) (Feststoff) bei 294 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

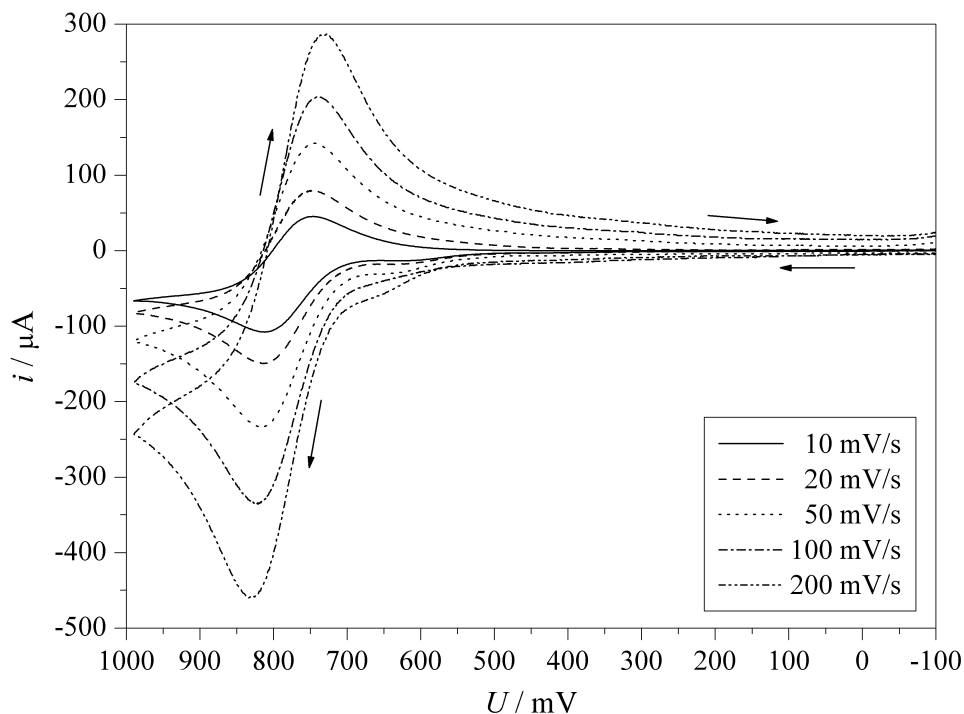


Abbildung A.124.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2$ (**14a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

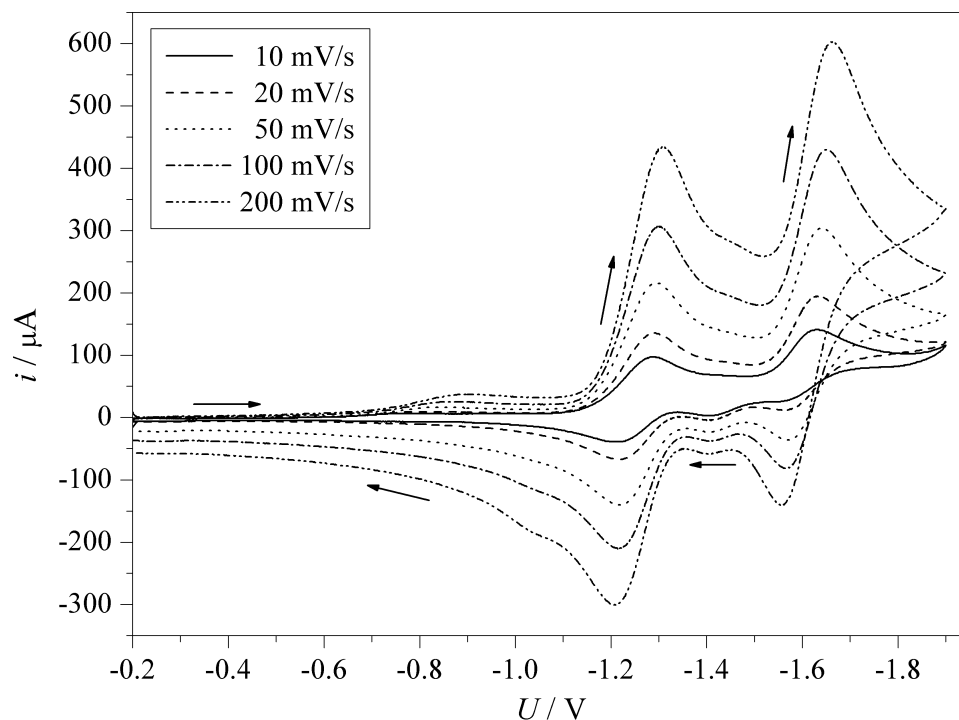


Abbildung A.125.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 1 & 2 von [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)](ClO₄)₂ (14a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

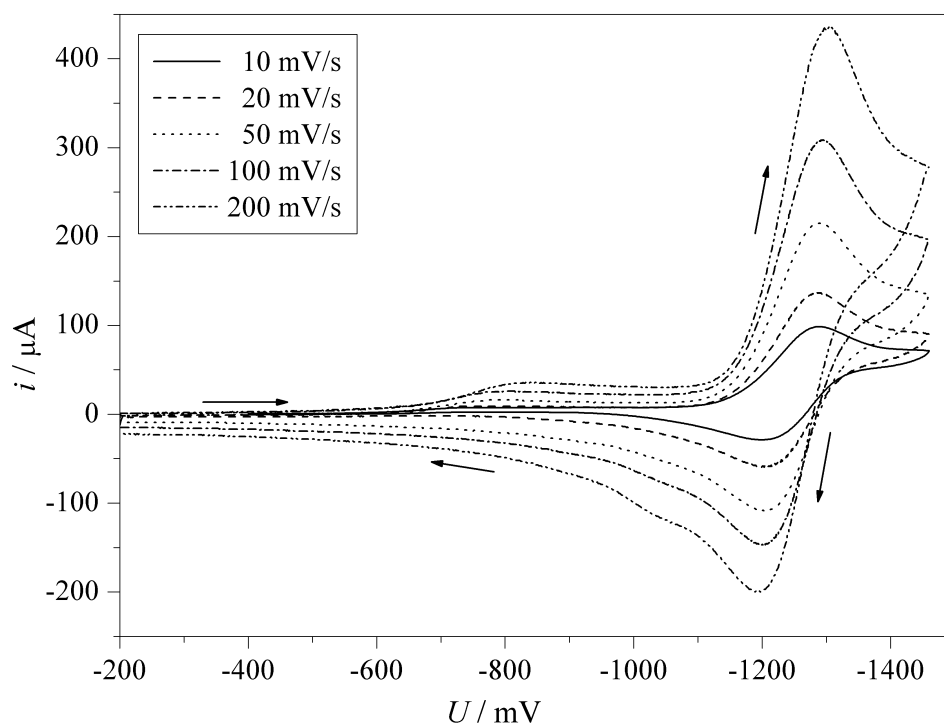
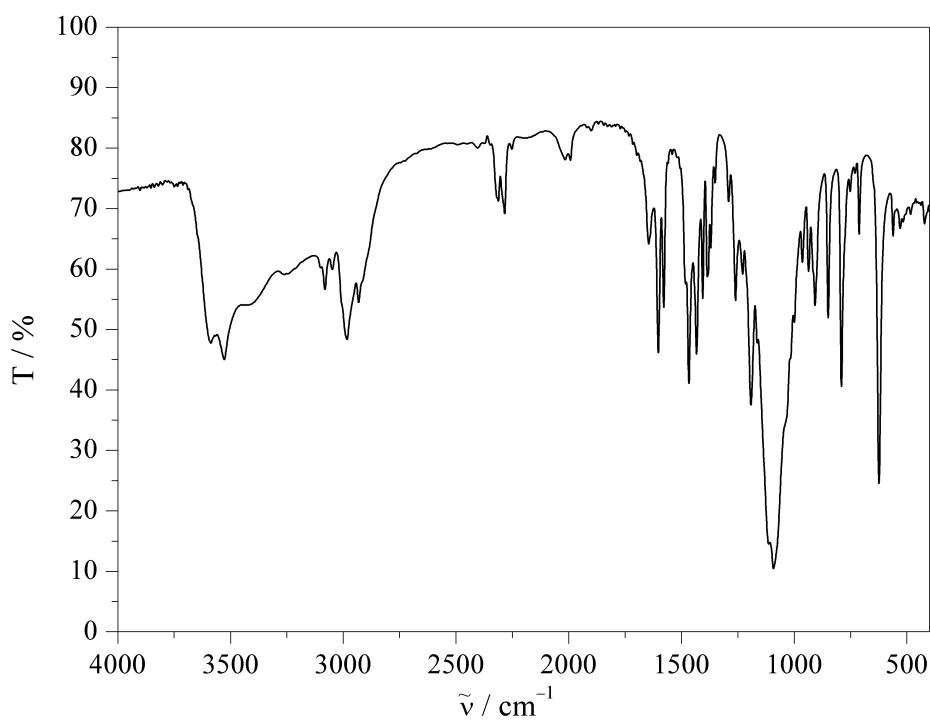
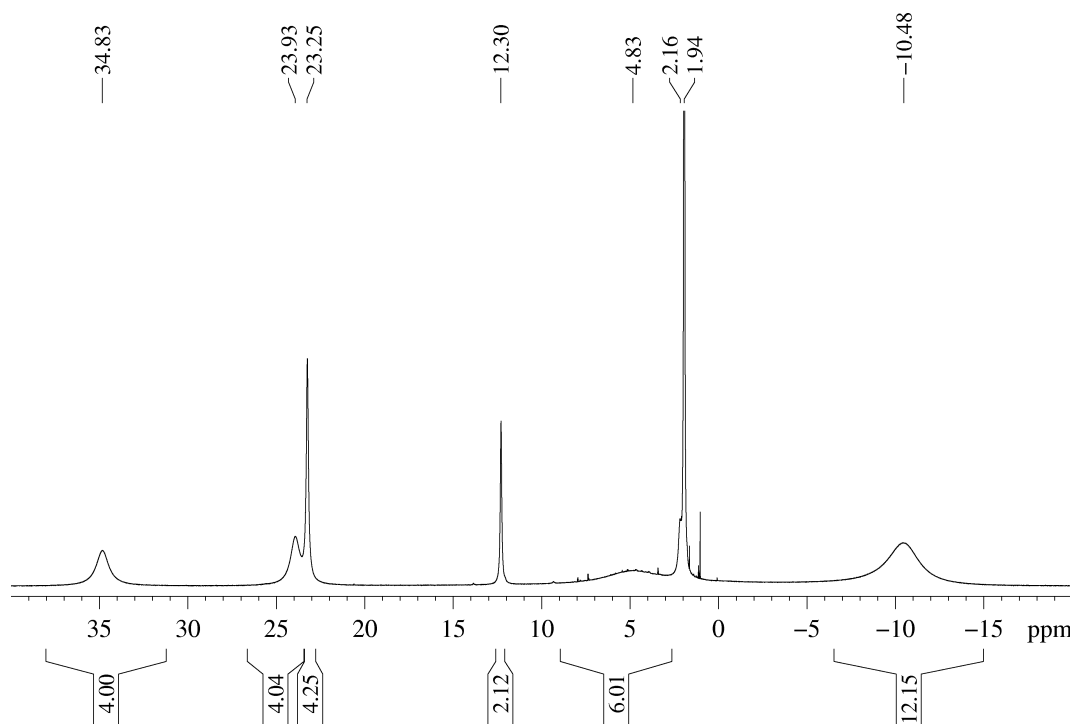


Abbildung A.126.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von [Co(L-N₄^tBu₂)(ampy)](ClO₄)₂ (14a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.19. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (15)Abbildung A.127.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a).Abbildung A.128.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a) in CD_3CN (400 MHz).

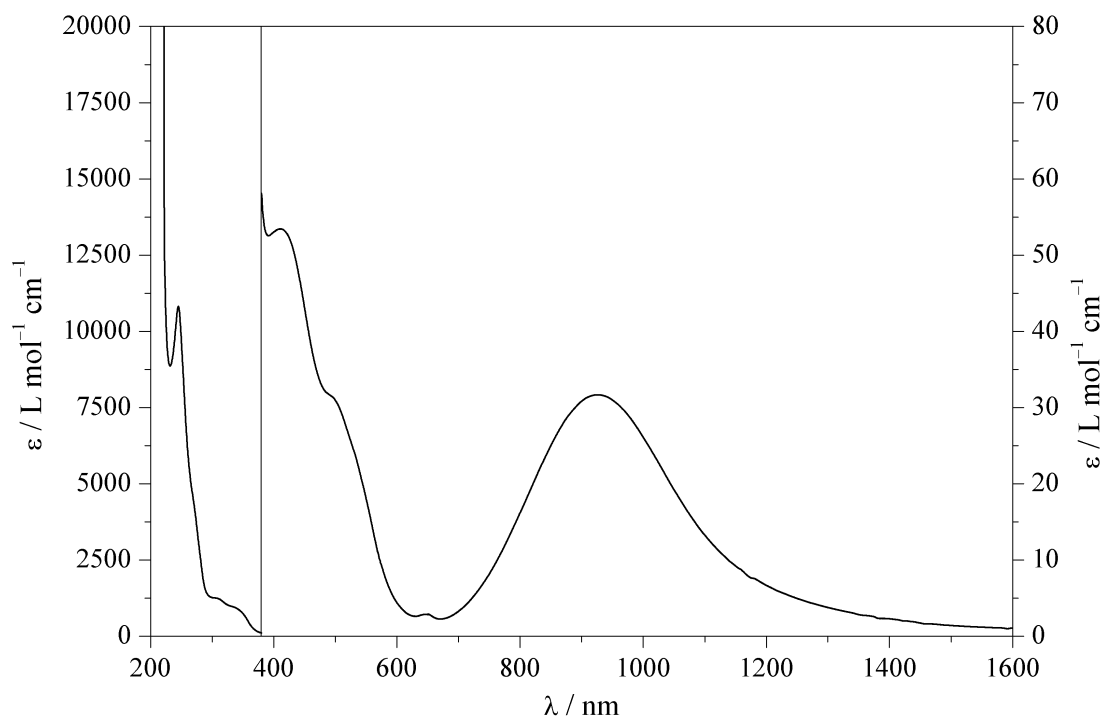


Abbildung A.129.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**15**) in Acetonitril.

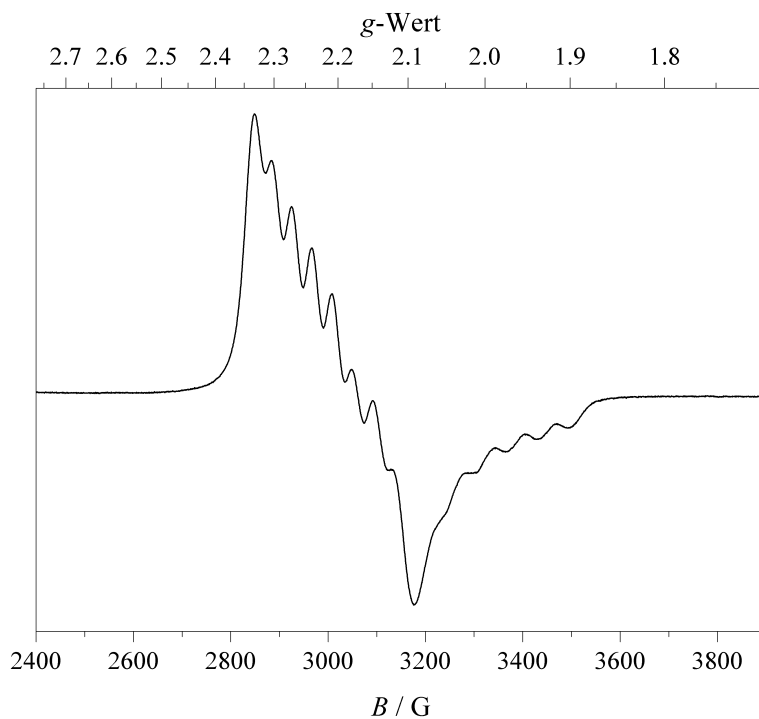


Abbildung A.130.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2]^{2+}$ (**15**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in MeCN) bei 141 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

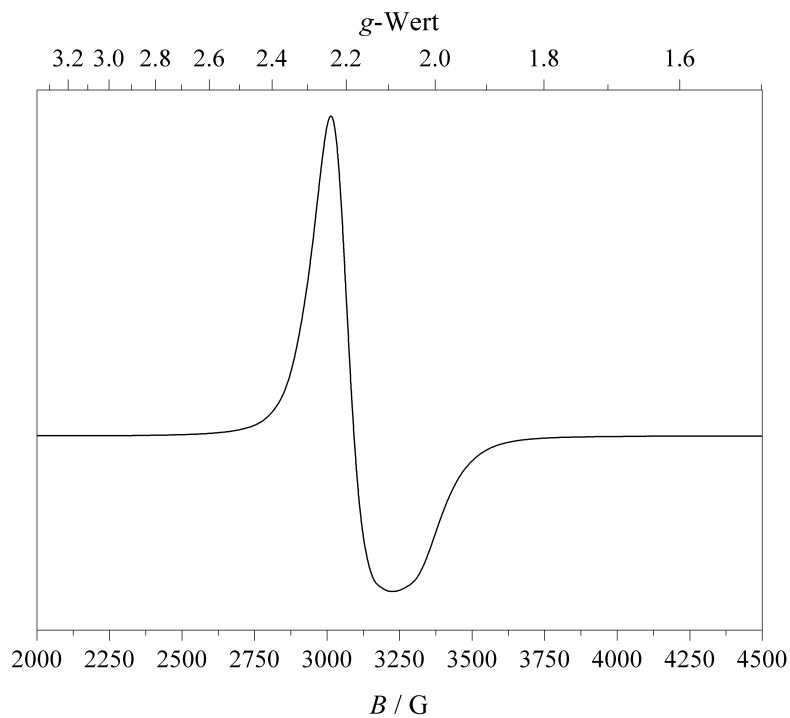


Abbildung A.131.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a) (Feststoff) bei 130 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.44 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

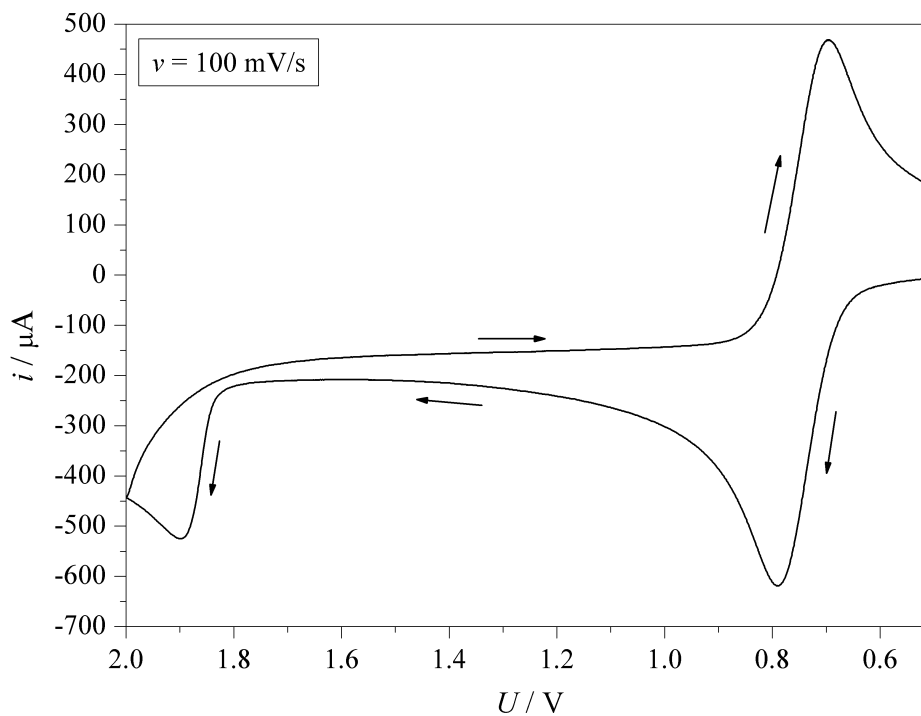


Abbildung A.132.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

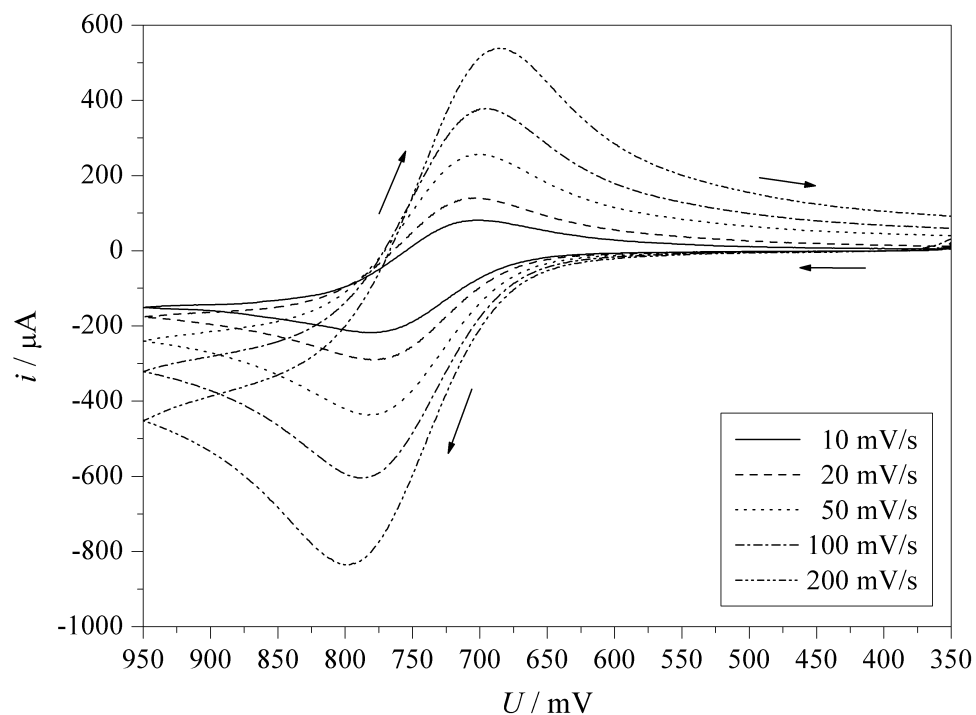


Abbildung A.133.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**15a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

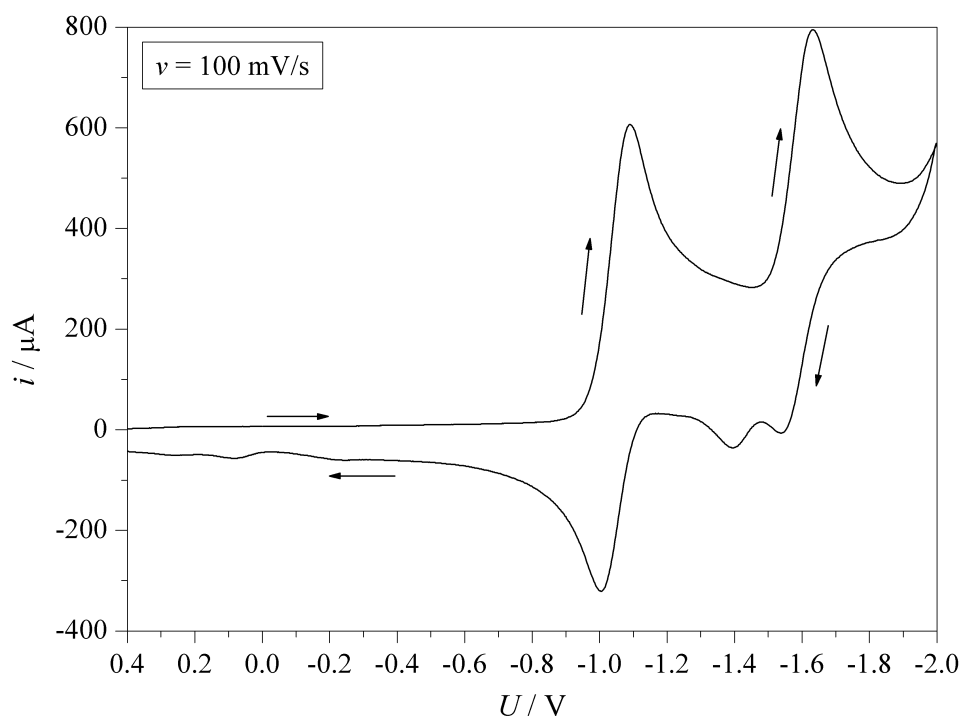


Abbildung A.134.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (**15a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

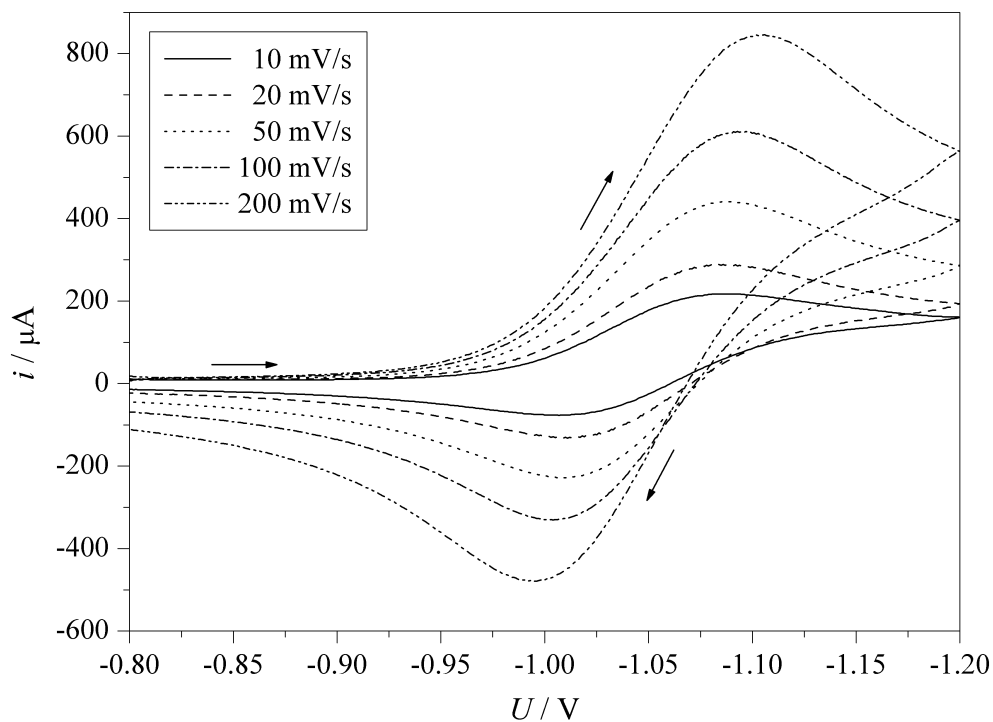


Abbildung A.135.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 2 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

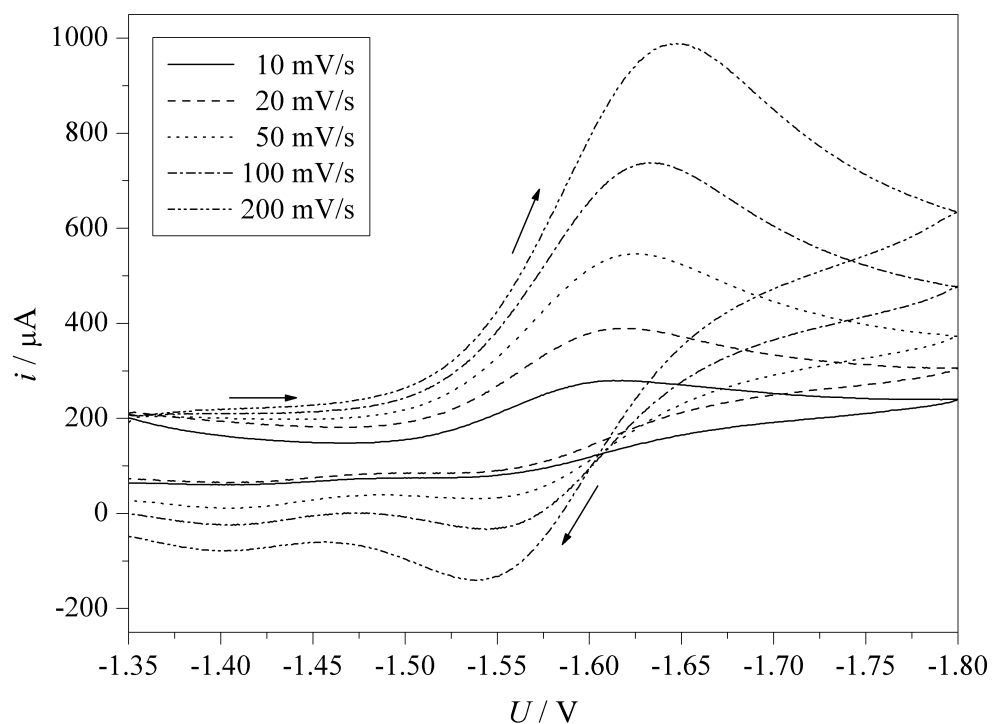


Abbildung A.136.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{ClO}_4)_2$ (15a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

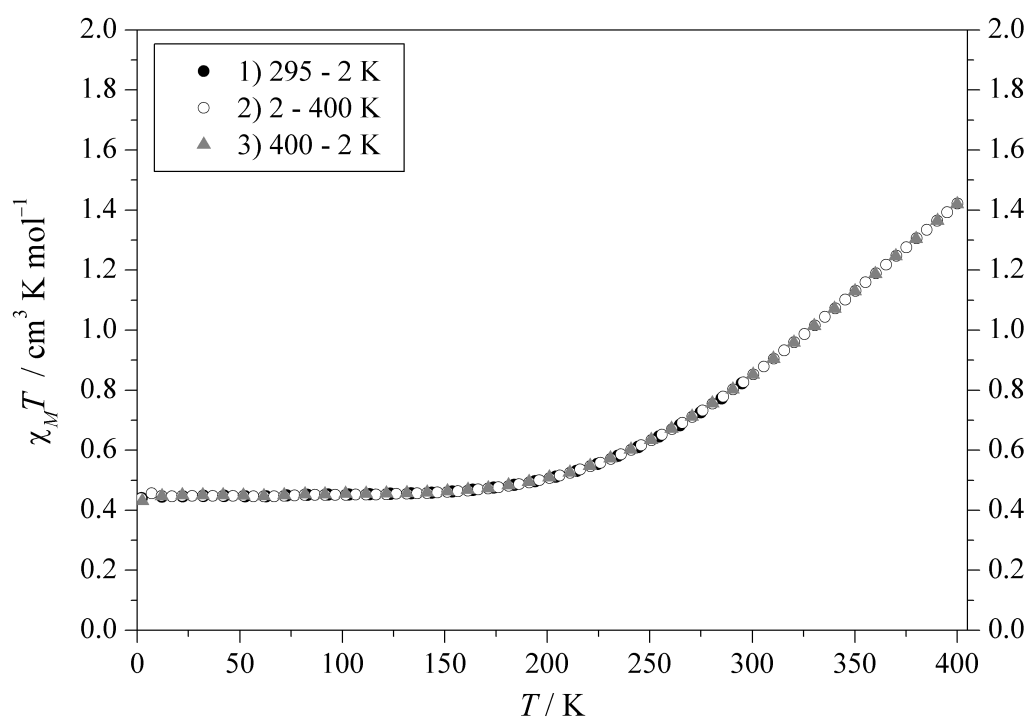
A.20. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})]^+$ (16)

Abbildung A.137.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4) \cdot \text{EtCN}$ (16b) ($H = 5000$ Oe).

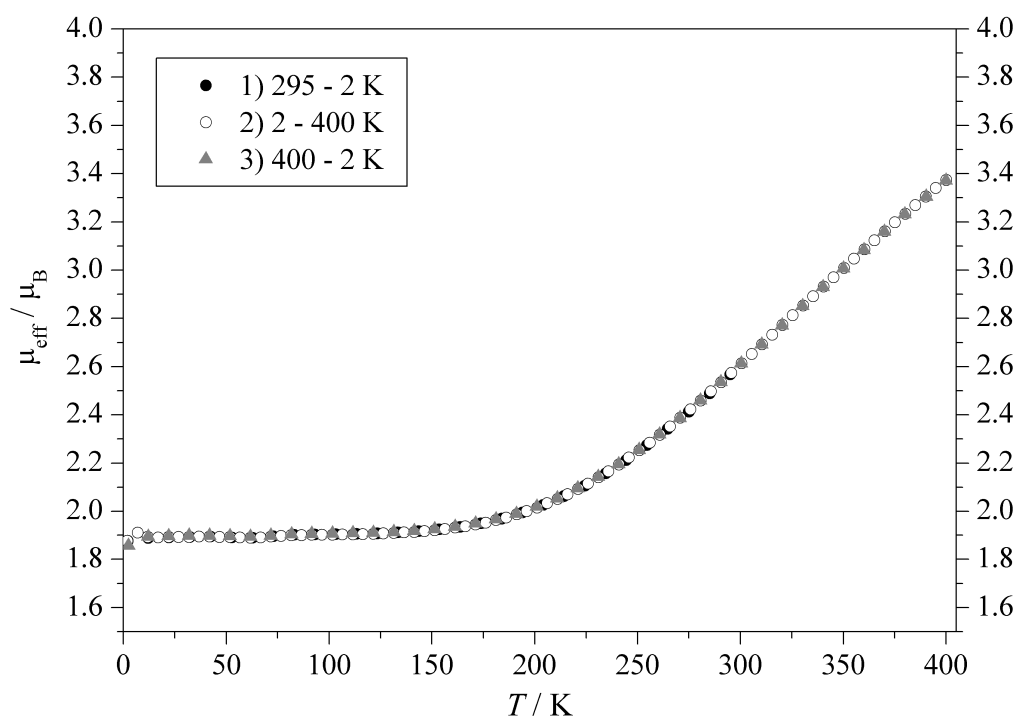
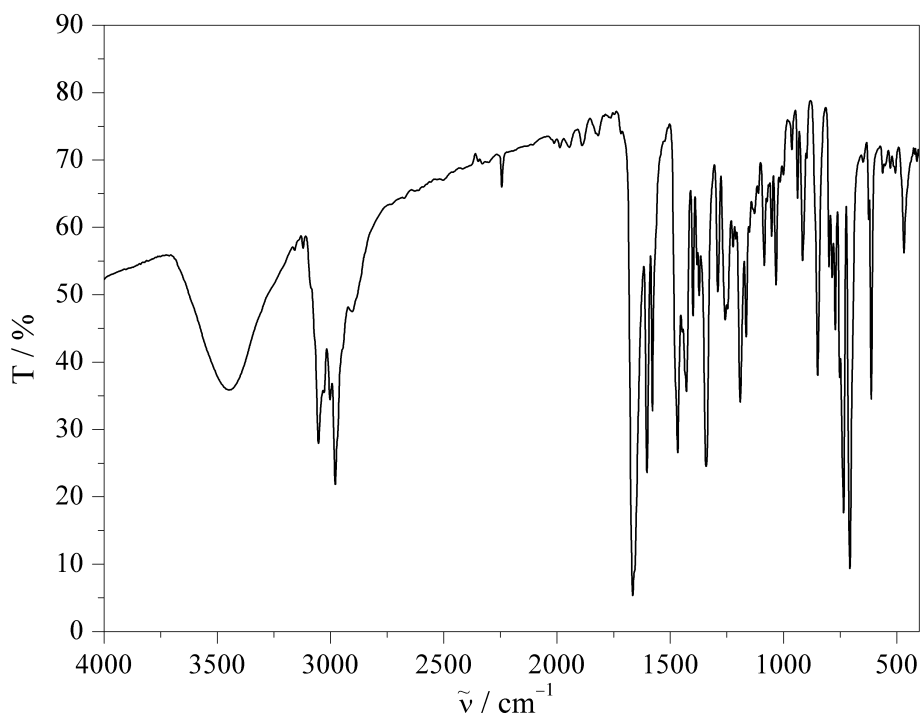
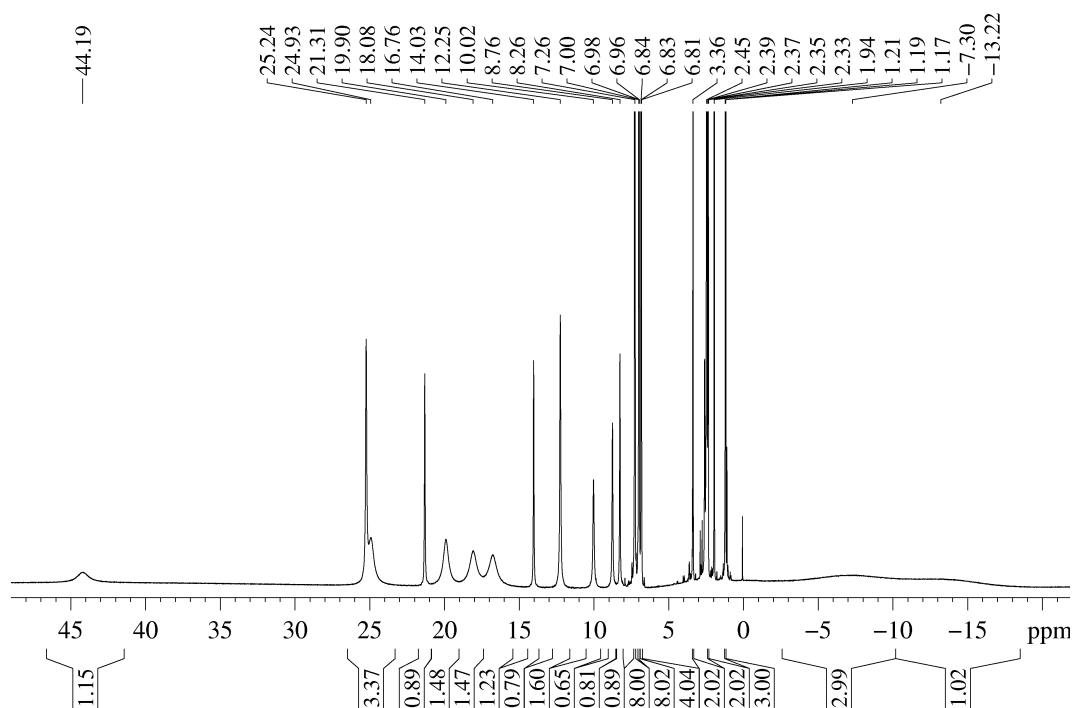


Abbildung A.138.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4) \cdot \text{EtCN}$ (16b) ($H = 5000$ Oe).

Abbildung A.139.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4)$ (**16a**).Abbildung A.140.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4) \cdot \text{EtCN}$ (**16b**) in CD_3CN (400 MHz).

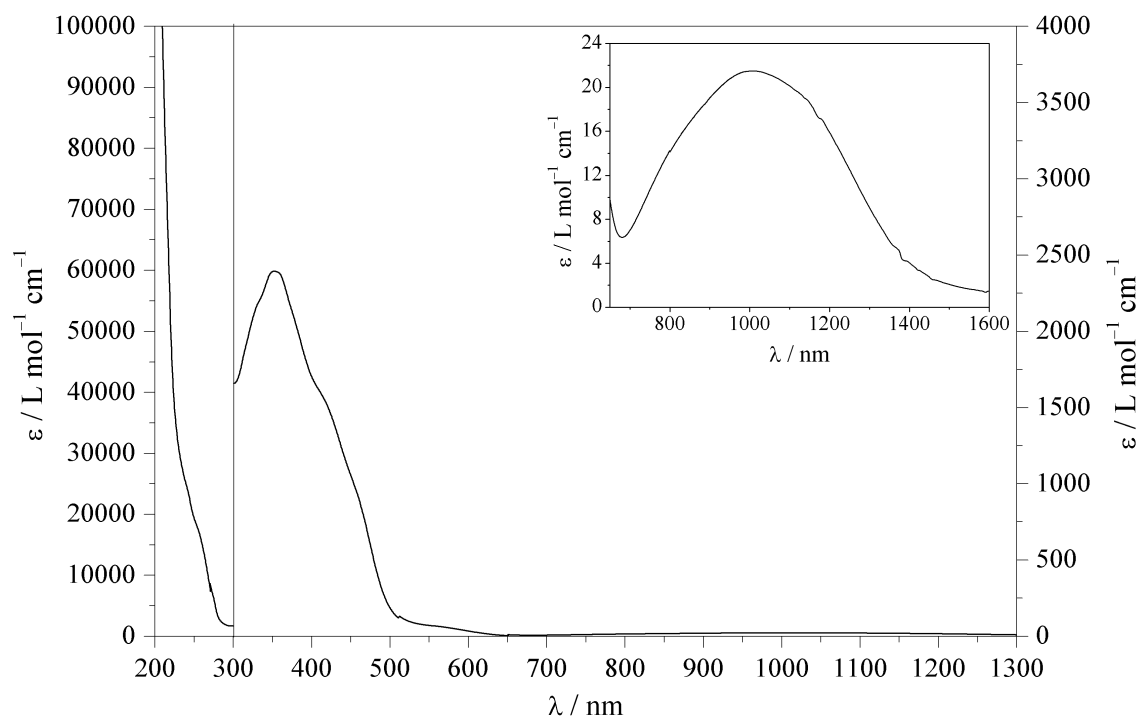


Abbildung A.141.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})]^+$ (**16**) in Acetonitril.

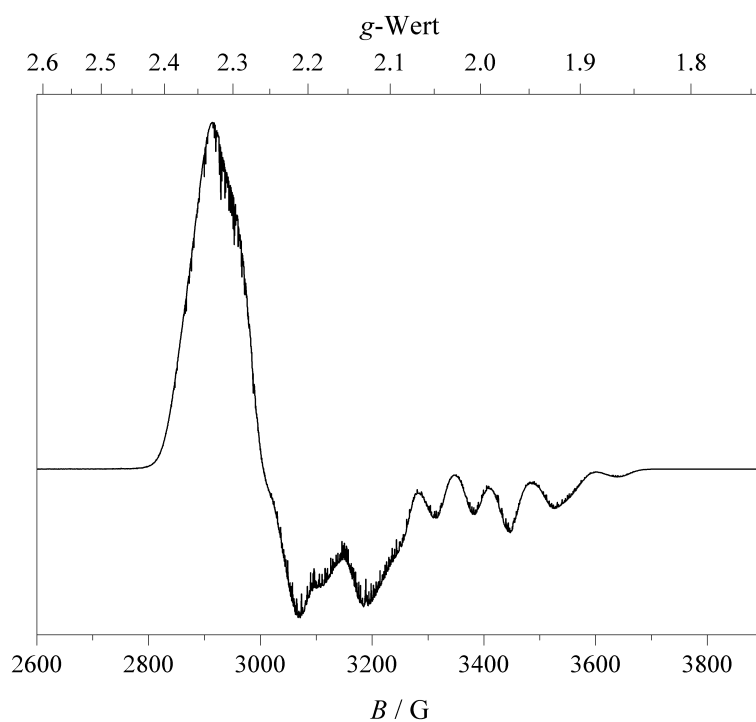


Abbildung A.142.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4) \cdot \text{EtCN}$ (**16b**) (Feststoff) bei 77 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.50 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.3 mW).

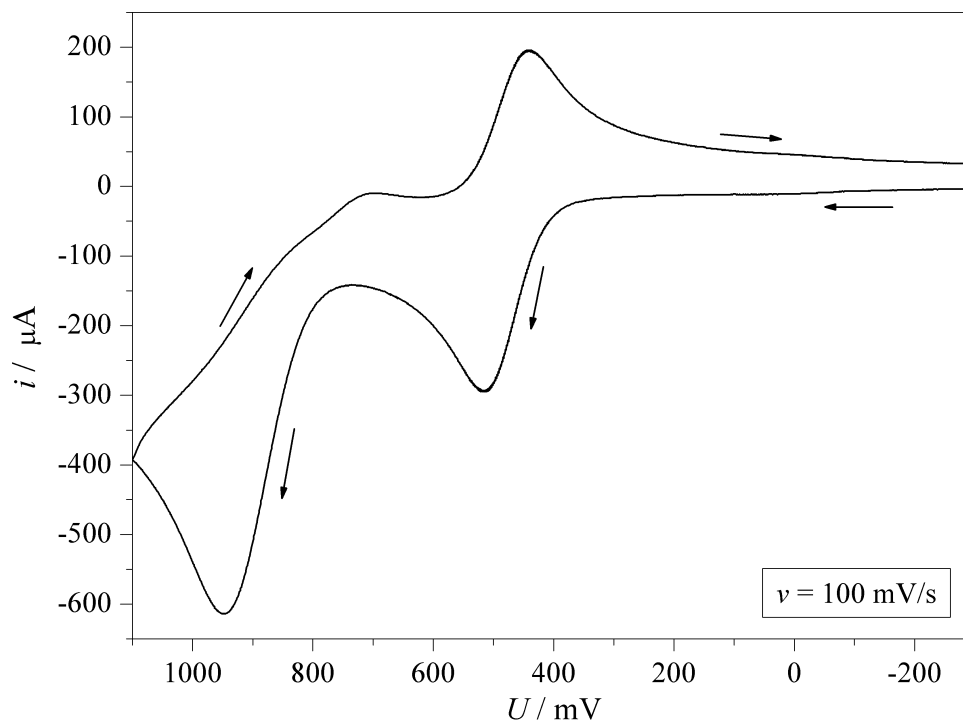


Abbildung A.143.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4)$ (**16a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

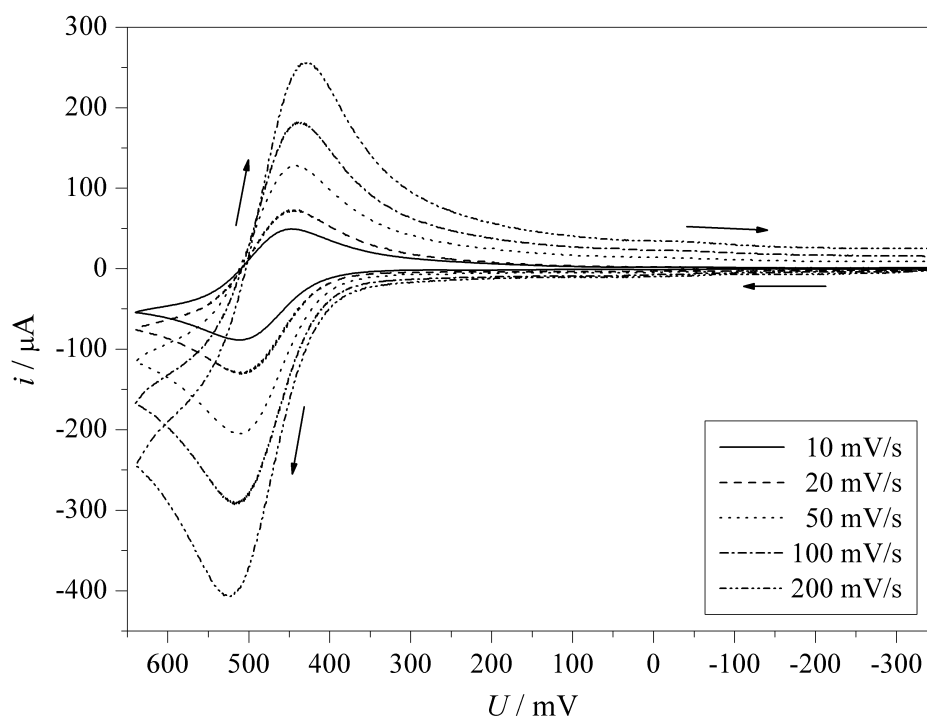


Abbildung A.144.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4)$ (**16a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

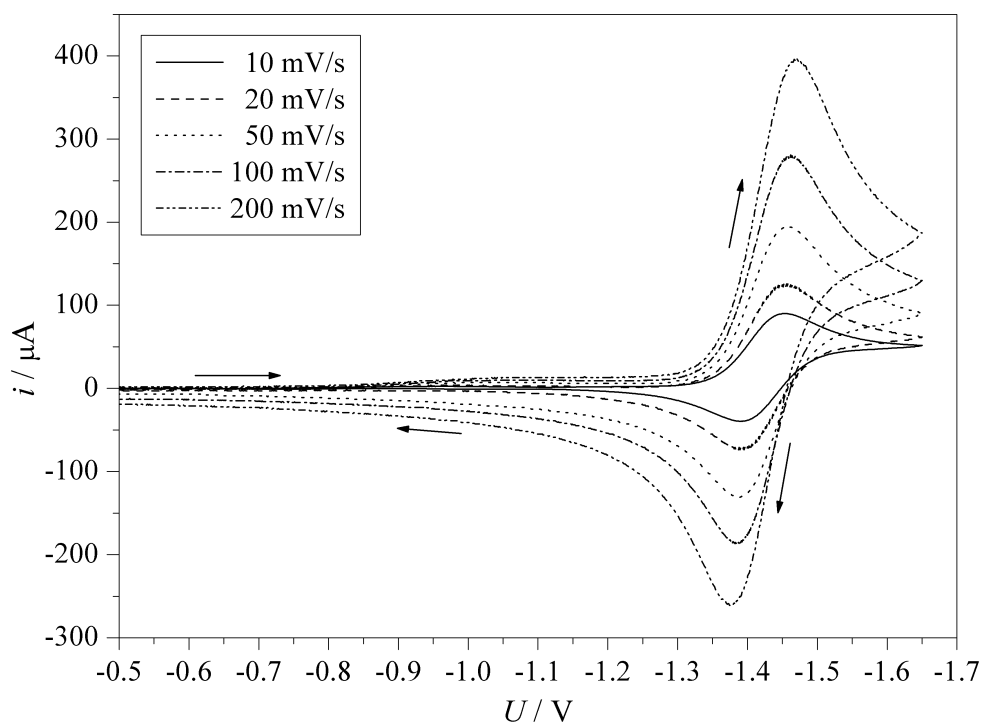


Abbildung A.145.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{pyc})](\text{BPh}_4)$ (**16a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.21. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**)

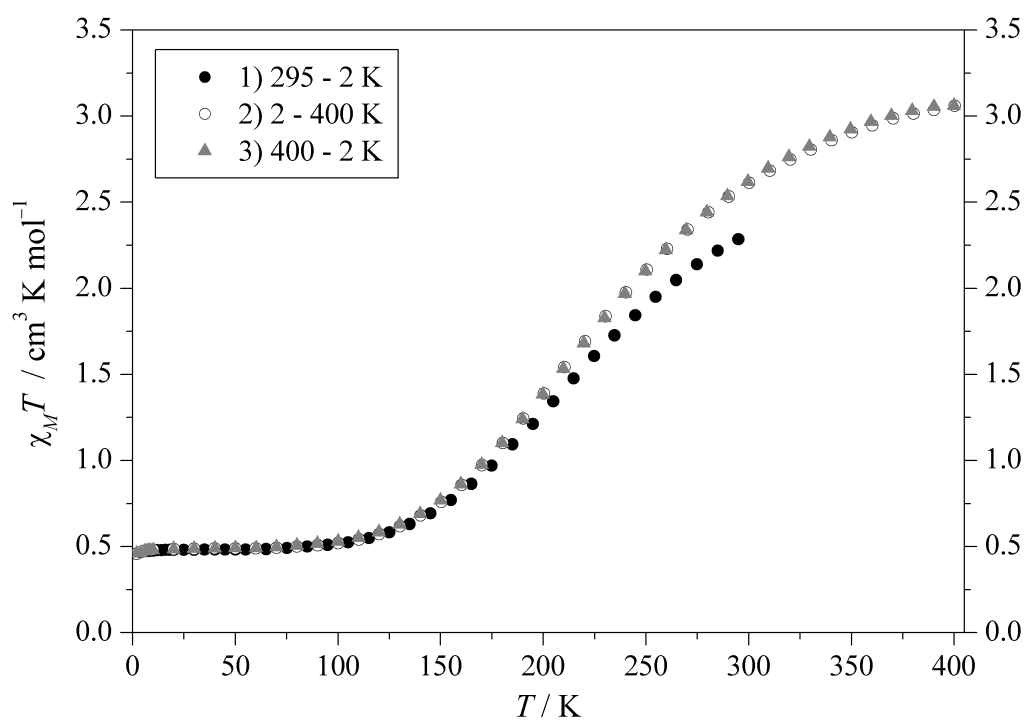


Abbildung A.146.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) ($H = 5000$ Oe).

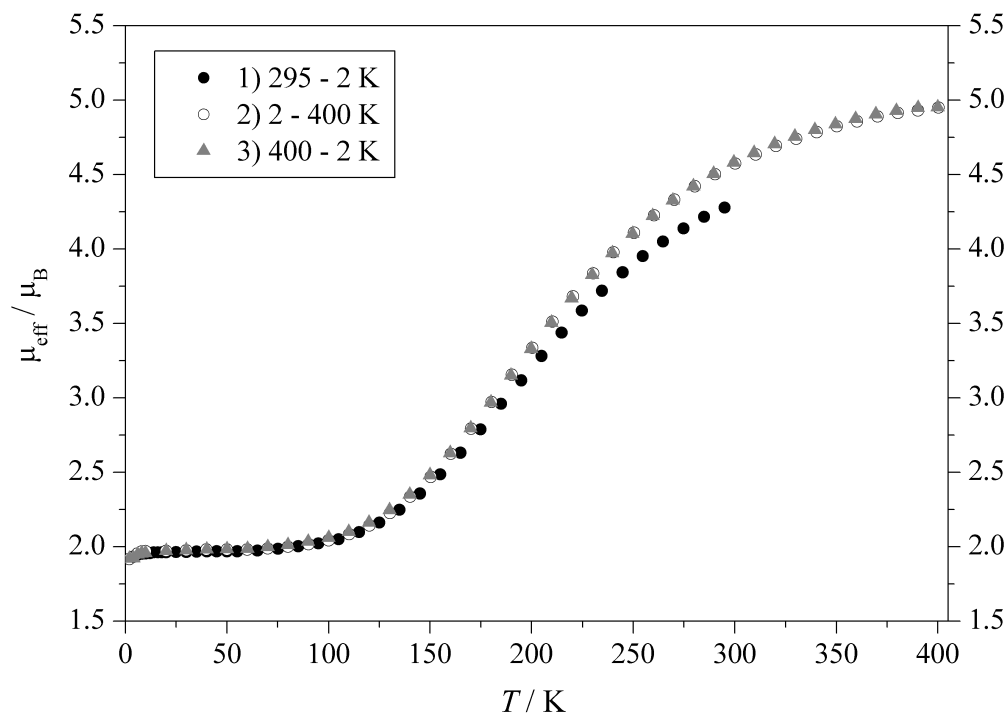


Abbildung A.147.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (17) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

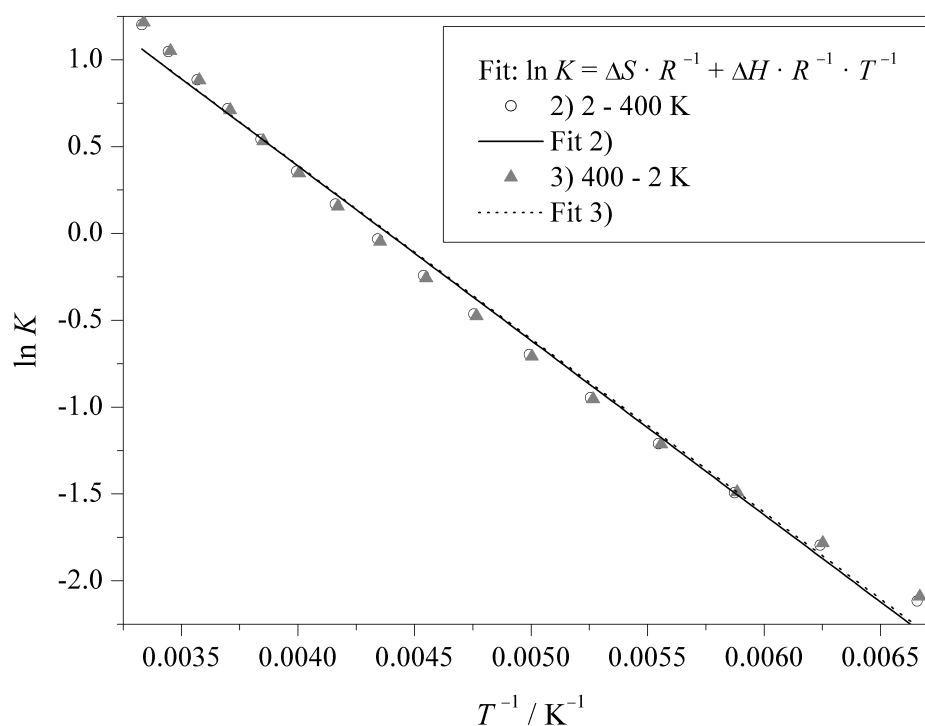


Abbildung A.148.: SQUID-Messung: Auftragung von $\ln K$ ($K = \frac{\chi_{\text{HS}}}{\chi_{\text{LS}}}$, berechnet mit $(\chi_M T)_{\text{HS}} = 3.26 \text{ cm}^3 \cdot \text{K} \cdot \text{mol}^{-1}$) gegen T^{-1} für $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (17); Fitparameter: $\frac{\Delta S}{R} = 2) 4.41 \pm 0.10, 3) 4.39 \pm 0.12, \frac{\Delta H}{RT} = 2) -1004 \pm 22 \cdot 10^3 \text{ K}, 3) -999 \pm 24 \cdot 10^3 \text{ K}$.

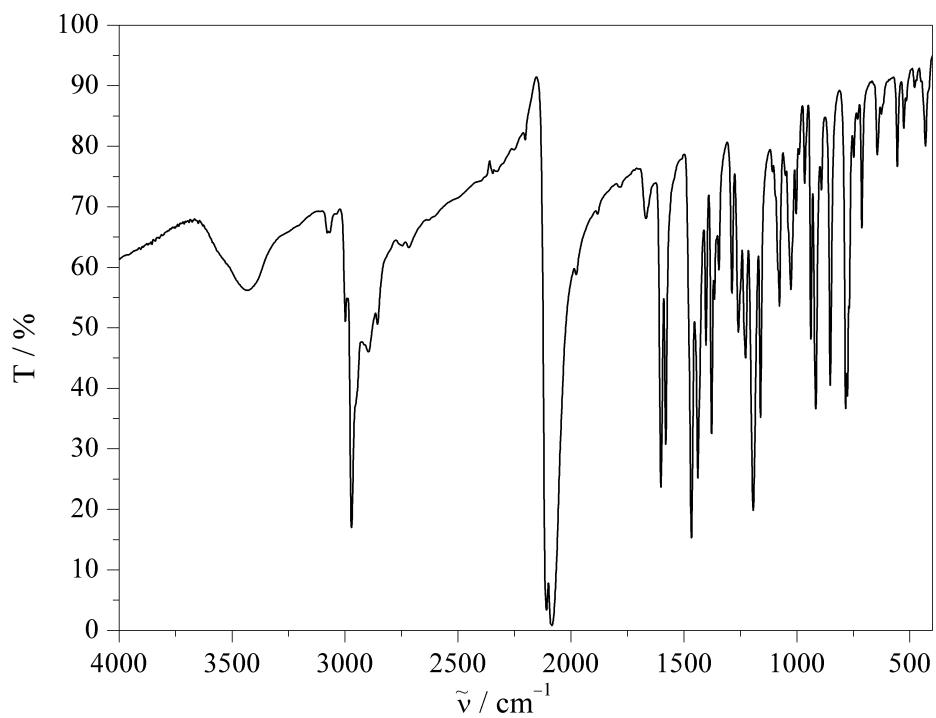


Abbildung A.149.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**).

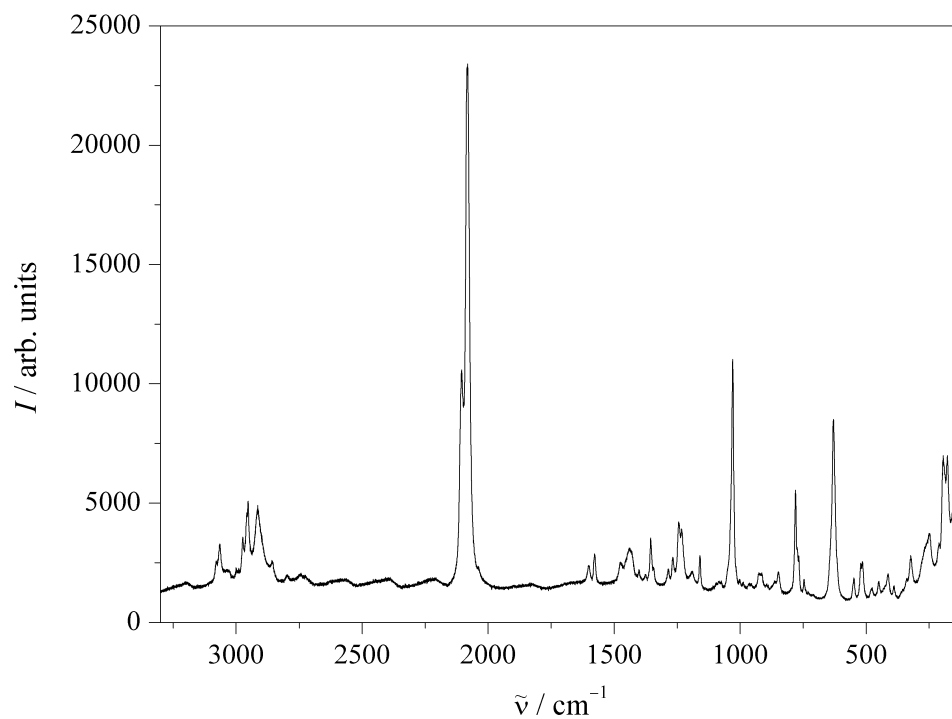


Abbildung A.150.: Raman-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) bei Raumtemperatur.

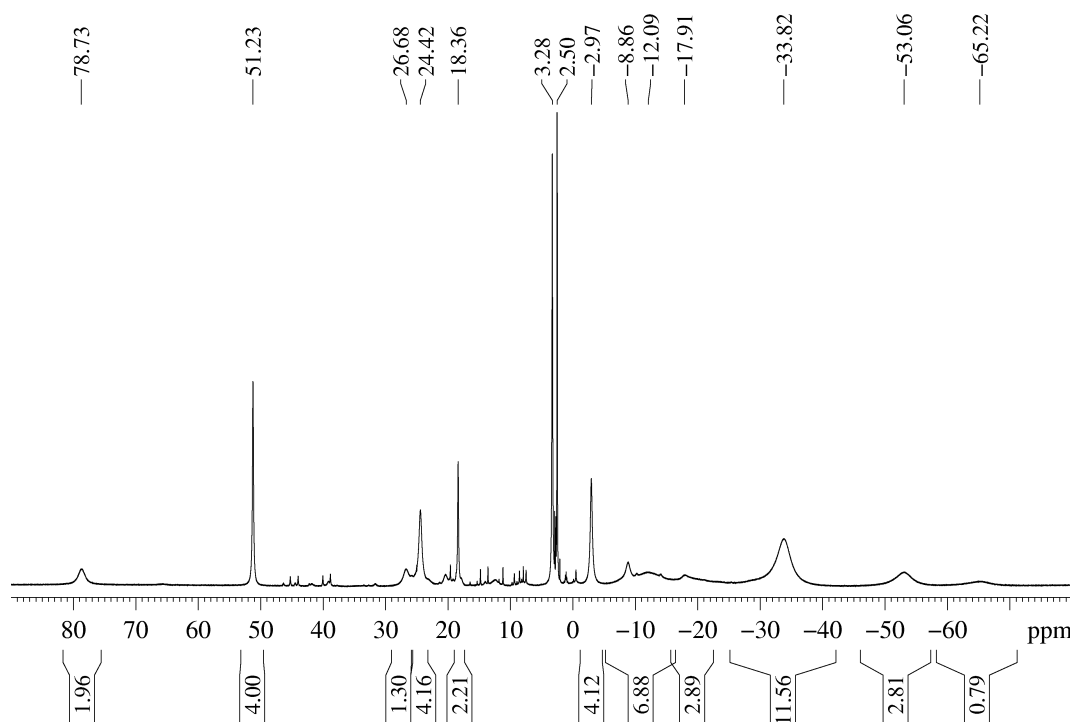


Abbildung A.151.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) in $\text{DMSO}-d_6$ (400 MHz).

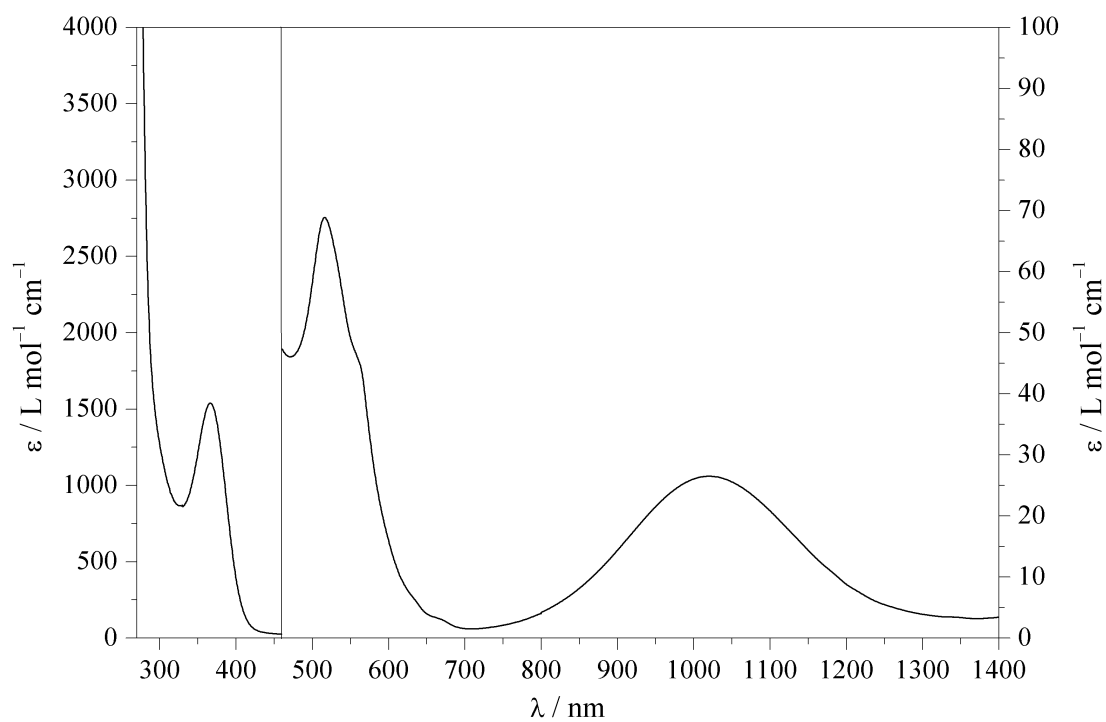


Abbildung A.152.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) in N,N -Dimethylformamid.

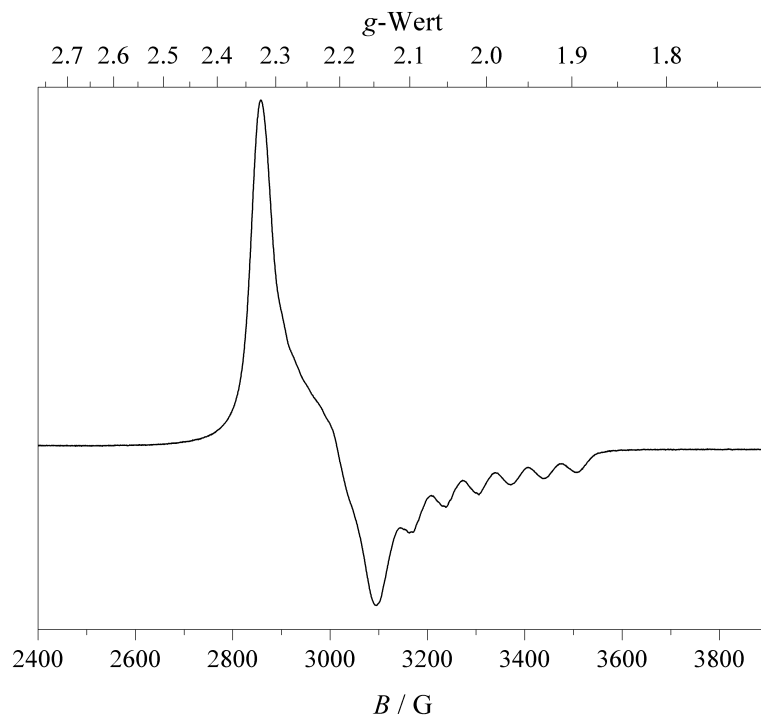


Abbildung A.153.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) in Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

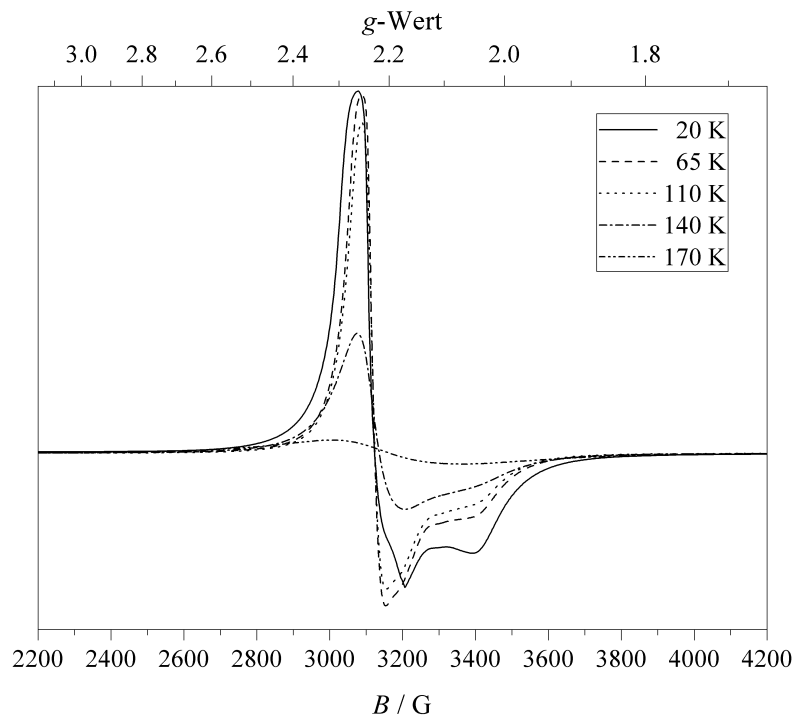


Abbildung A.154.: X-Band-ESR-Spektren von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^+\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (**17**) (Feststoff) bei verschiedenen Temperaturen (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.72 - 9.75 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 2.0 mW).

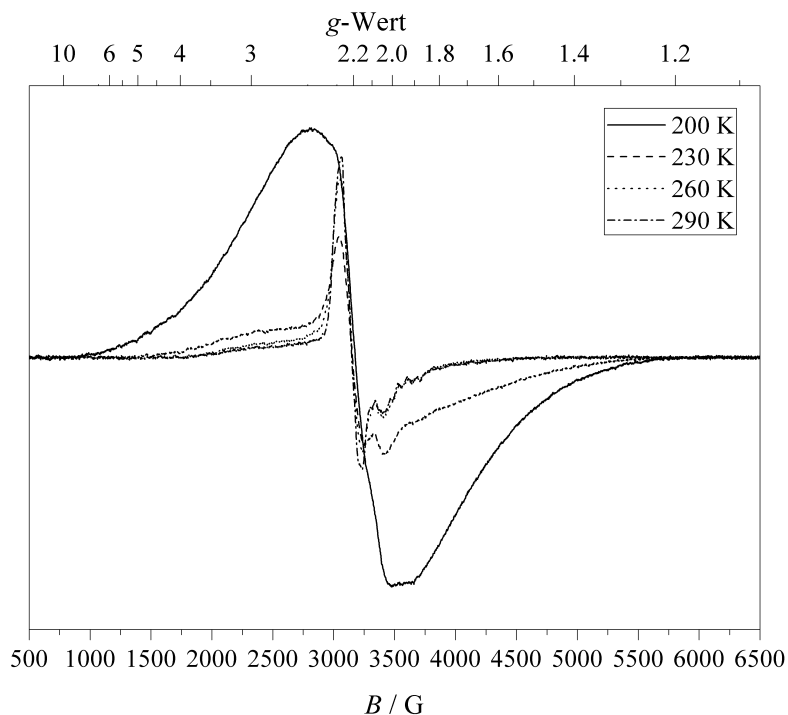


Abbildung A.155.: X-Band-ESR-Spektren von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe}_2)]$ (**17**) (Feststoff) bei verschiedenen Temperaturen (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.75 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 2.0 mW).

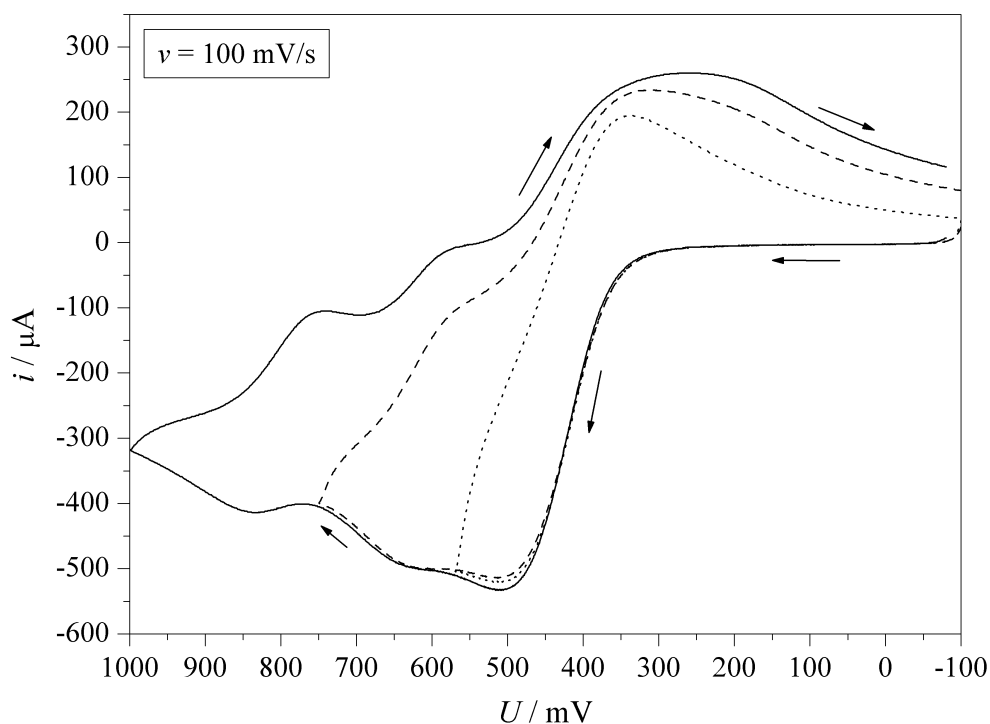


Abbildung A.156.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe}_2)]$ (**17**) in 0.2 M TBAP / DMF.

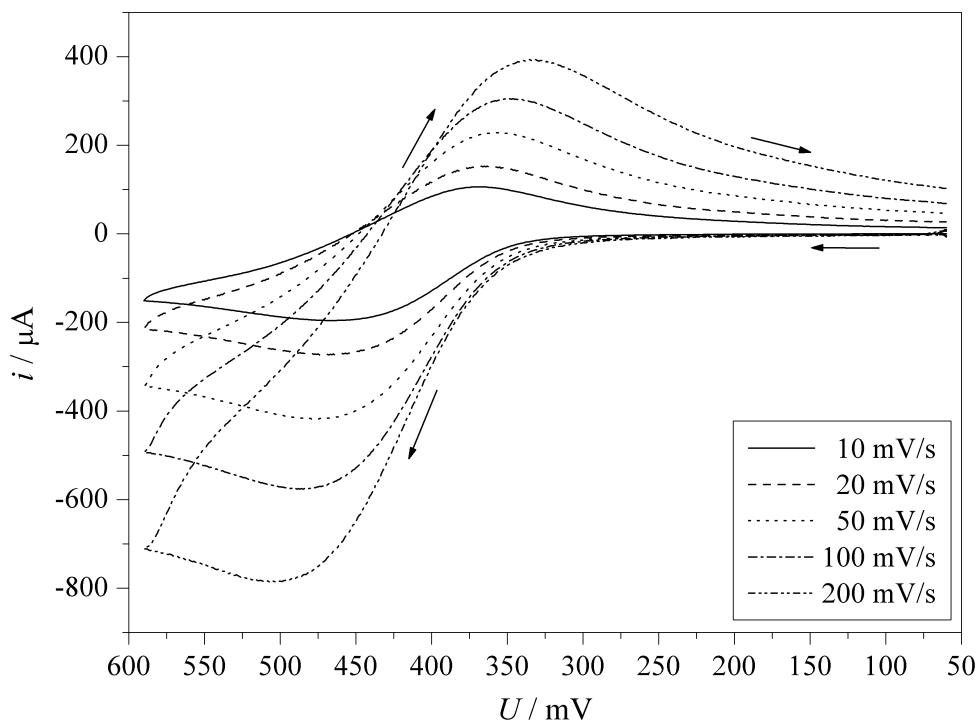


Abbildung A.157.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (17) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

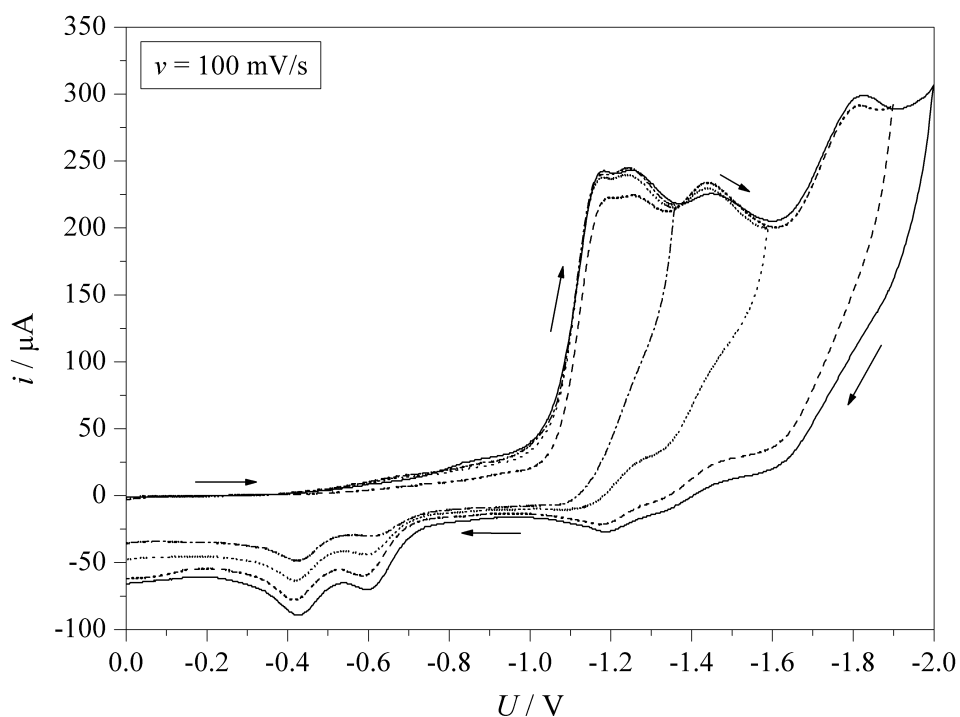


Abbildung A.158.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCSe})_2]$ (17) in 0.2 M TBAP / DMF.

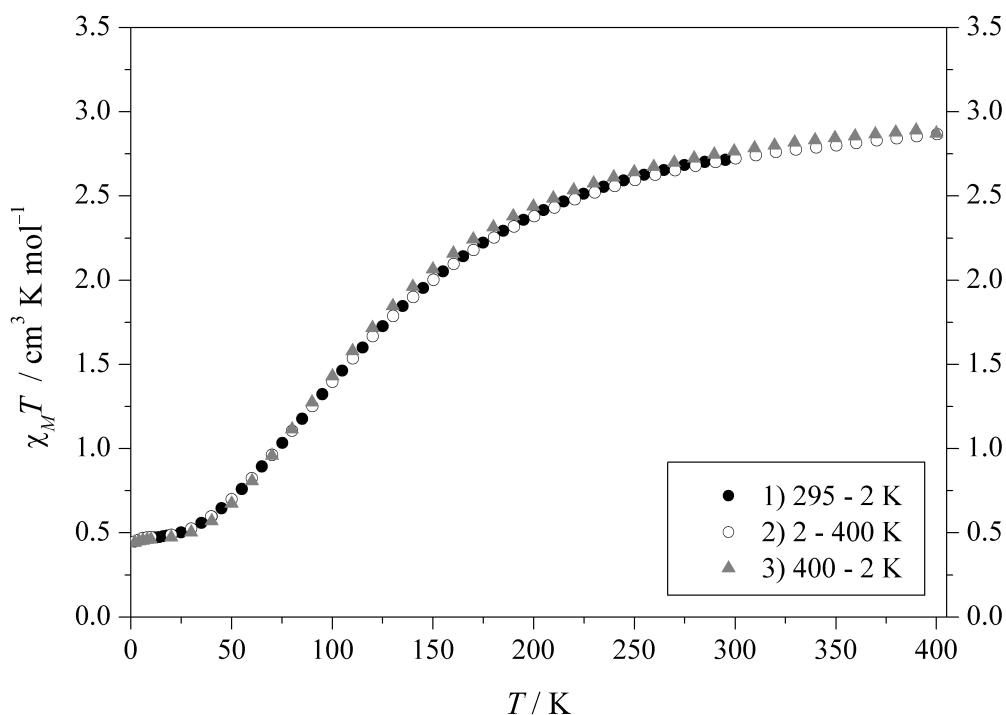
A.22. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18)

Abbildung A.159.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

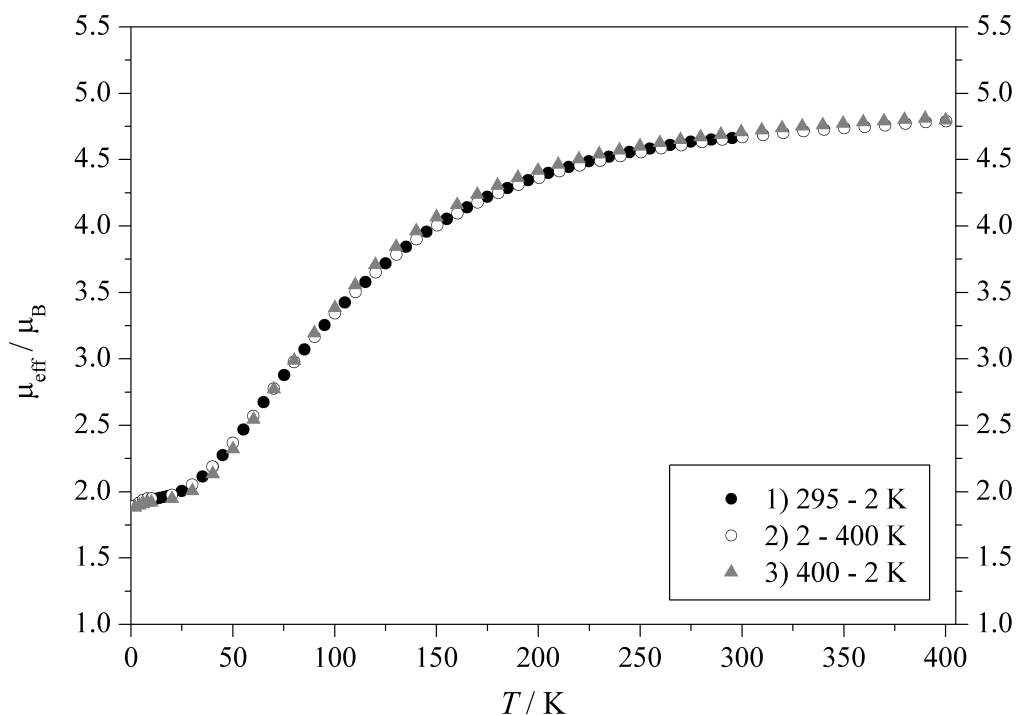


Abbildung A.160.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

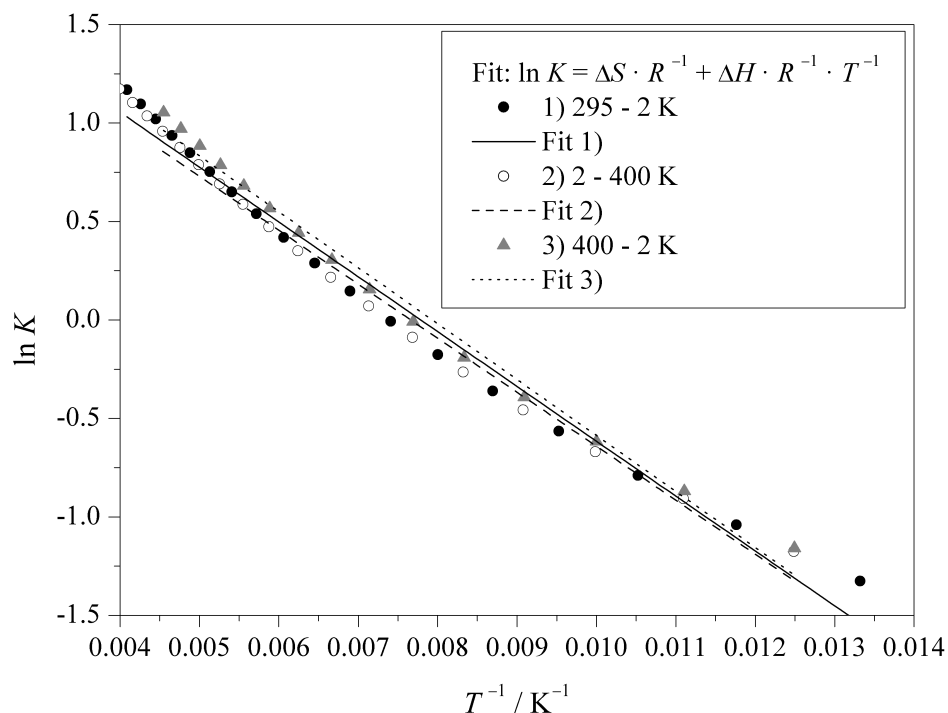


Abbildung A.161.: SQUID-Messung: Auftragung von $\ln K$ ($K = \frac{\chi_{\text{HS}}}{\chi_{\text{LS}}}$, berechnet mit $(\chi_M T)_{\text{HS}} = 3.26 \text{ cm}^3 \cdot \text{K} \cdot \text{mol}^{-1}$) gegen T^{-1} für $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**); Fitparameter: $\frac{\Delta S}{R} = 1)$ 2.17 ± 0.07 , 2) 2.10 ± 0.06 , 3) 2.26 ± 0.06 , $\frac{\Delta H}{RT} = 1)$ $-279 \pm 9 \cdot 10^3 \text{ K}$, 2) $-274 \pm 8 \cdot 10^3 \text{ K}$, 3) $-284 \pm 8 \cdot 10^3 \text{ K}$.

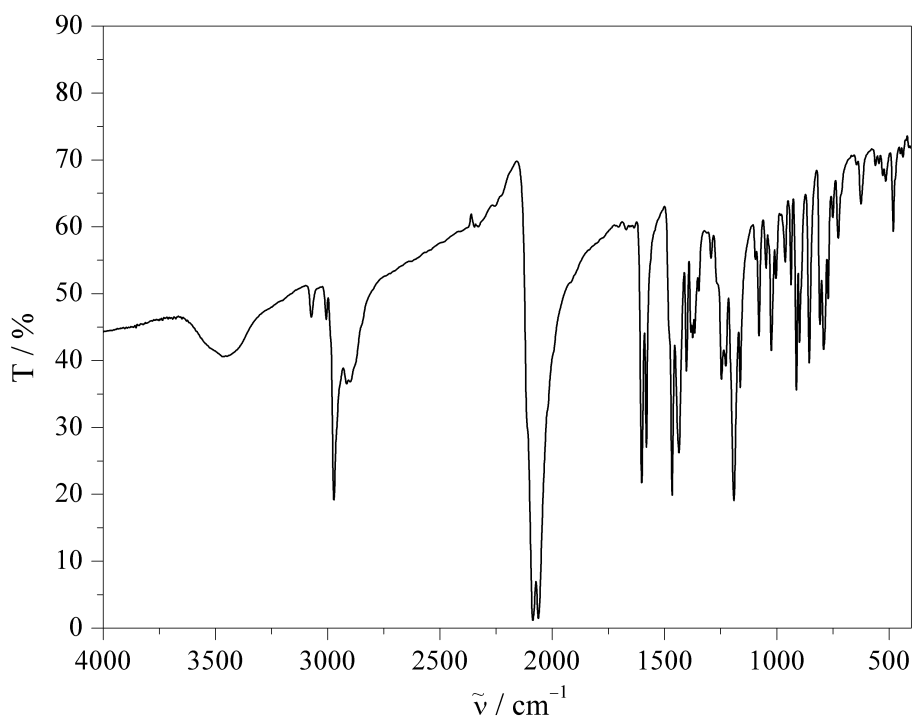


Abbildung A.162.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**).

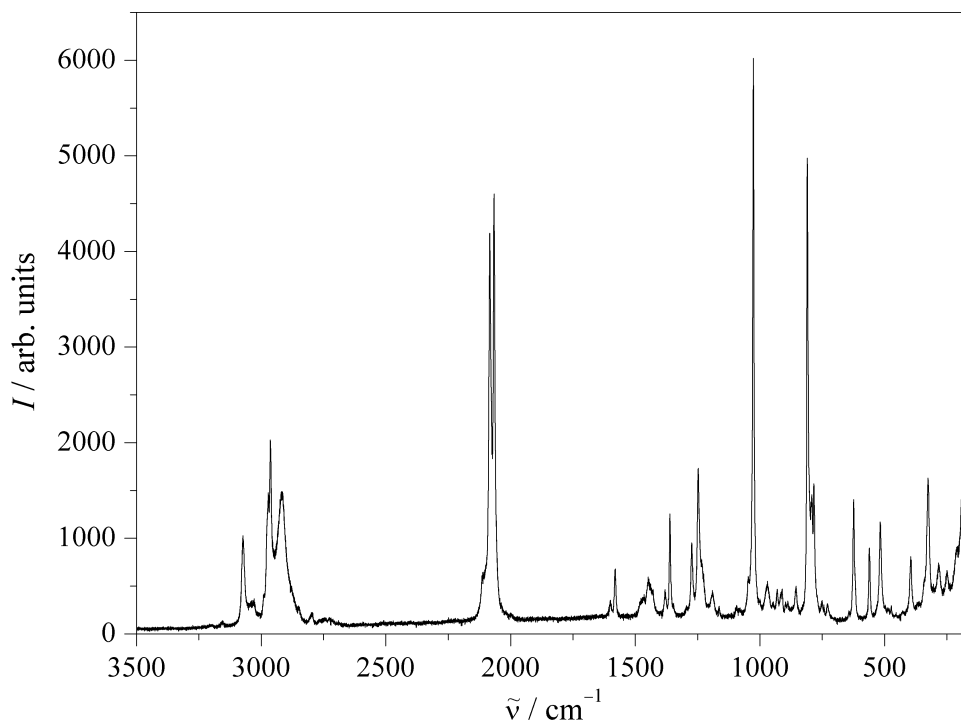


Abbildung A.163.: Raman-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) bei Raumtemperatur.

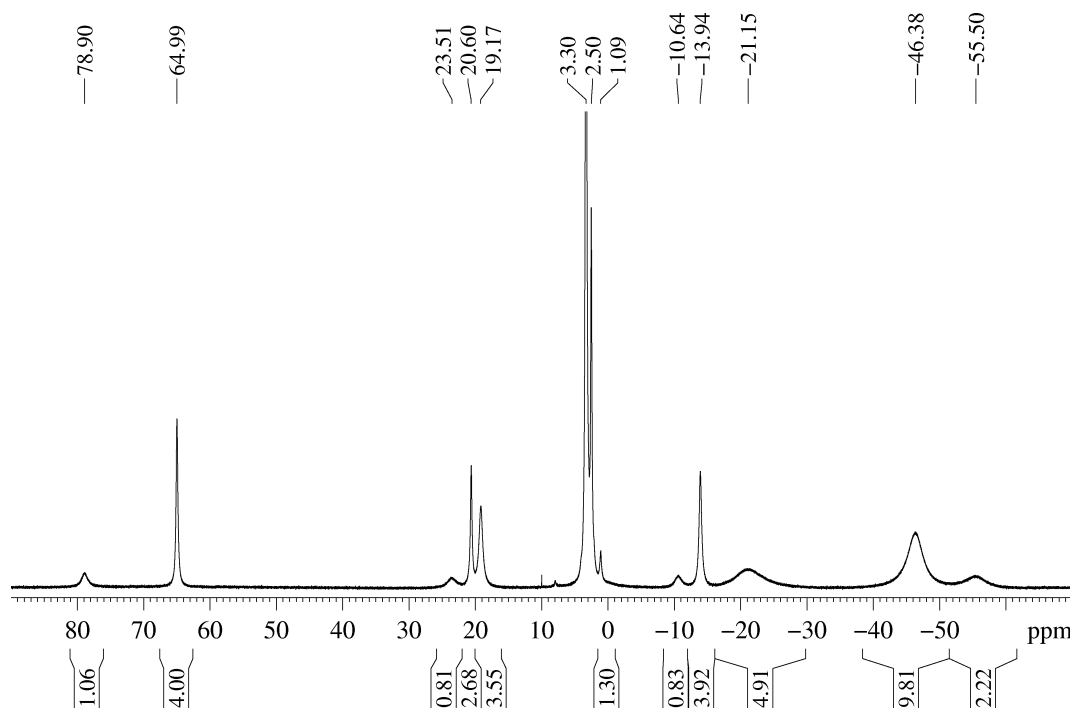


Abbildung A.164.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) in $\text{DMSO}-d_6$ (400 MHz).

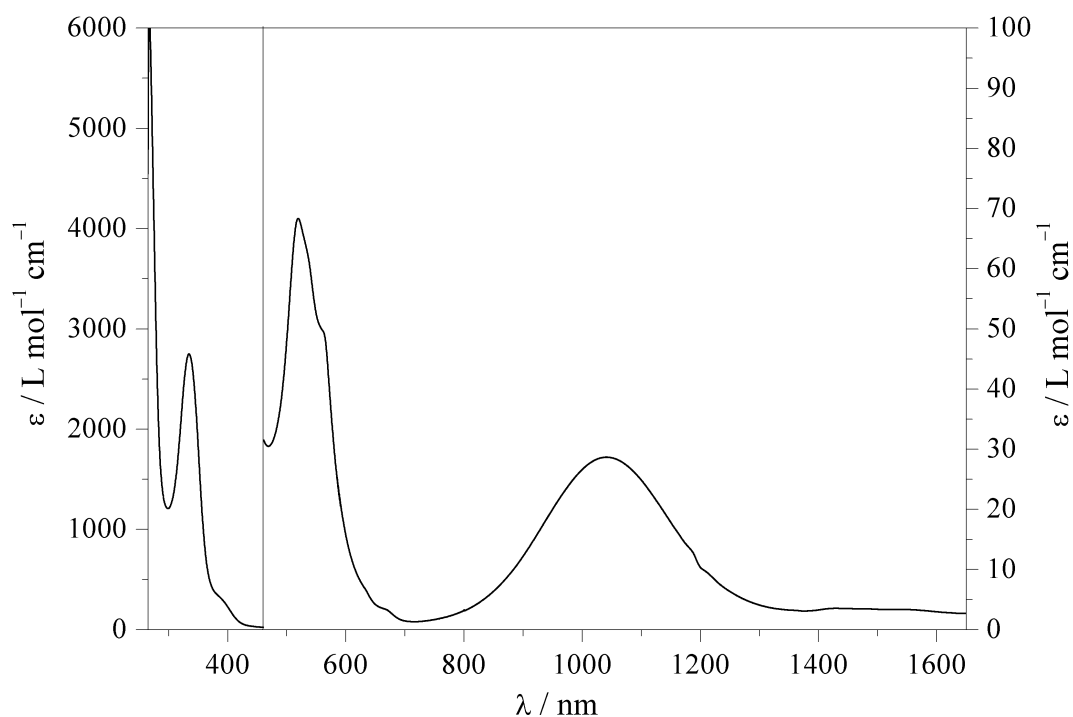


Abbildung A.165.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) in *N,N*-Dimethylformamid.

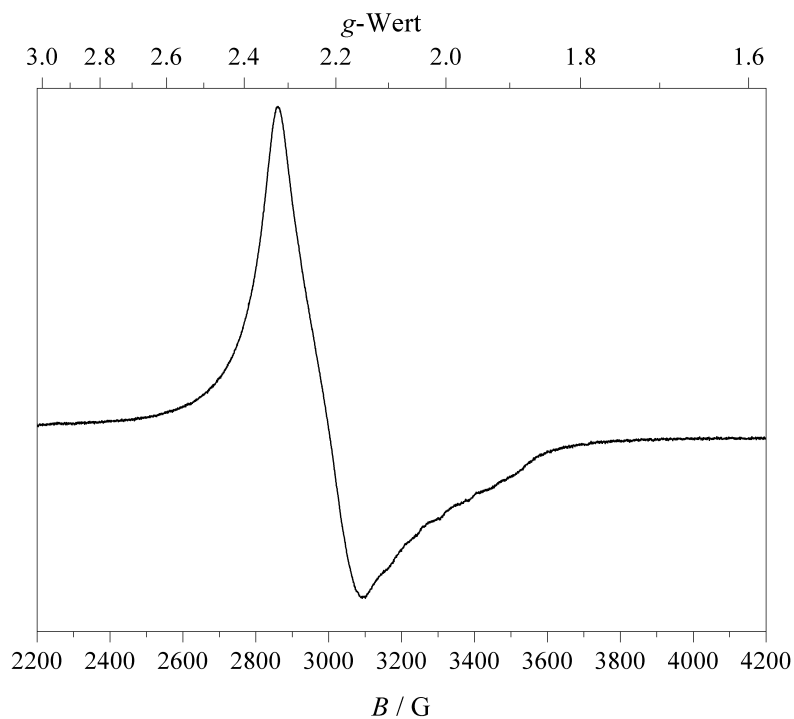


Abbildung A.166.: X-Band-ESR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) in Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP / DMF) bei 140 K (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.30 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 6.4 mW).

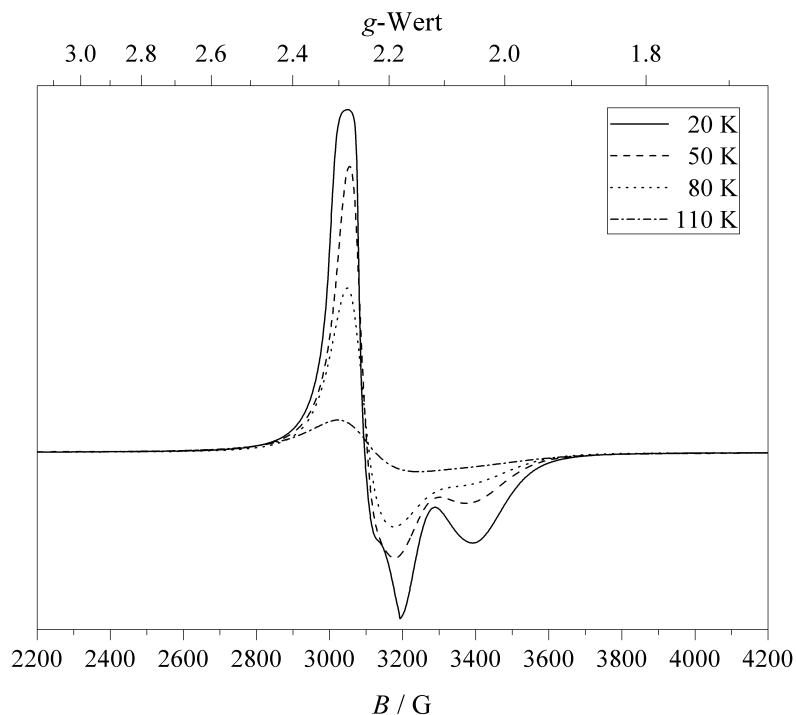


Abbildung A.167.: X-Band-ESR-Spektren von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) (Feststoff) bei verschiedenen Temperaturen (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.73 - 9.75 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 2.0 mW).

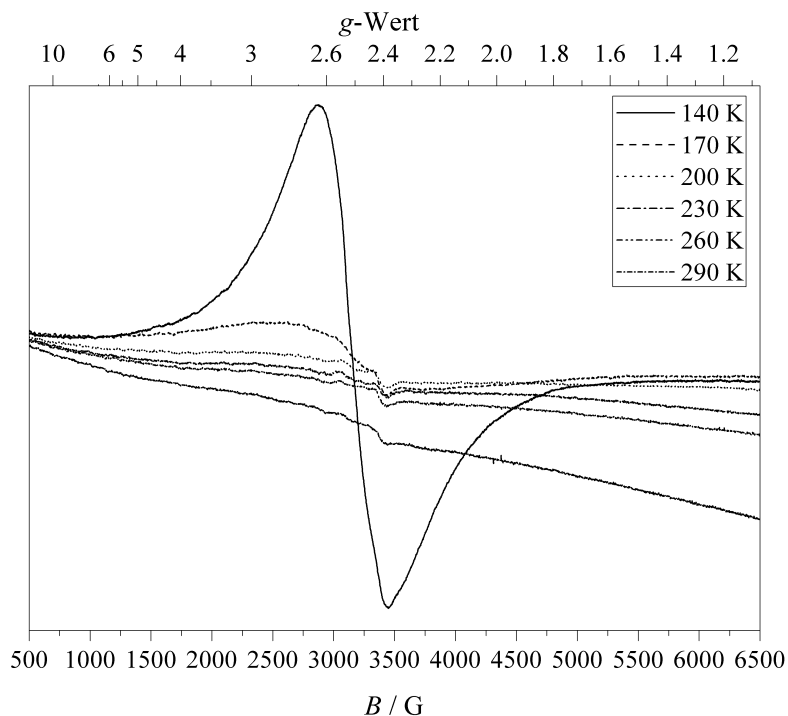


Abbildung A.168.: X-Band-ESR-Spektren von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) (Feststoff) bei verschiedenen Temperaturen (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.75 - 9.76 GHz; Modulationsamplitude 5 G; Power 2.0 mW).

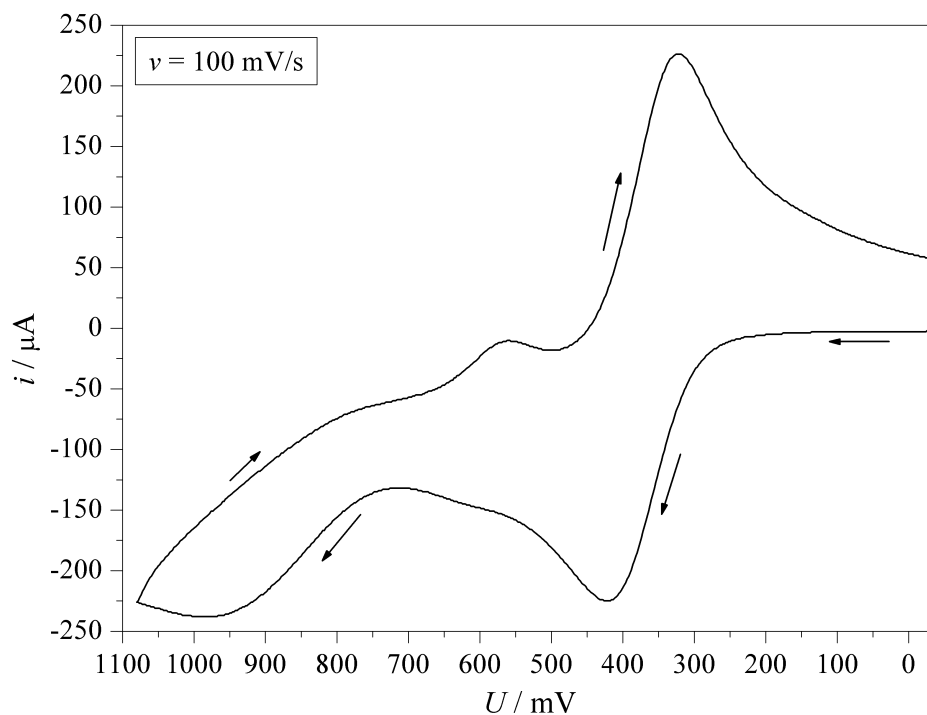


Abbildung A.169.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) in 0.2 M TBAP / DMF.

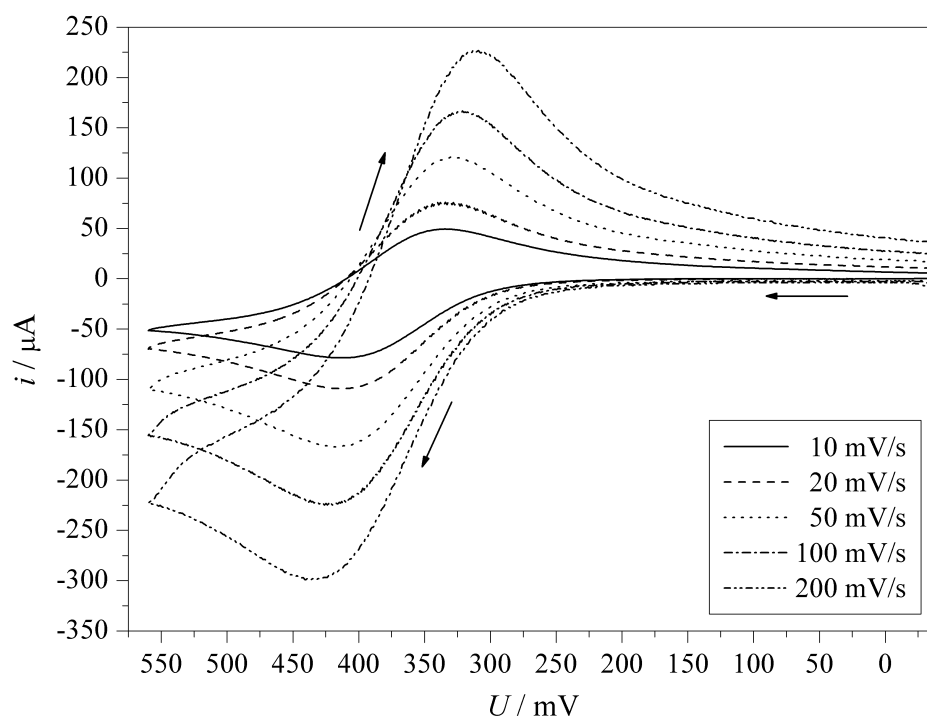


Abbildung A.170.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (**18**) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

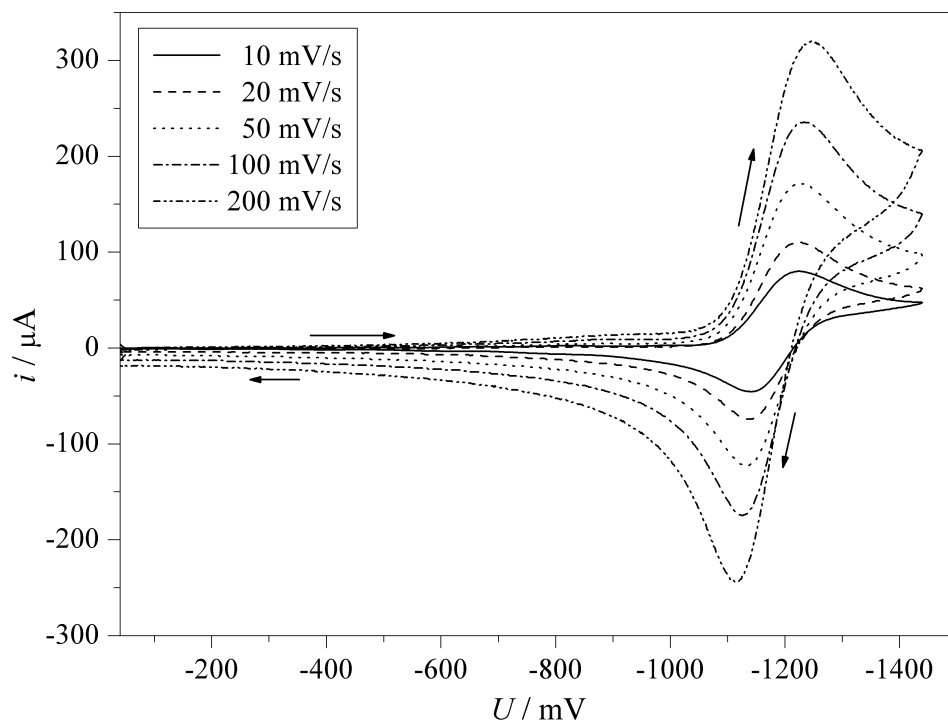


Abbildung A.171.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18) in 0.2 M TBAP / DMF bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.23. $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (19)

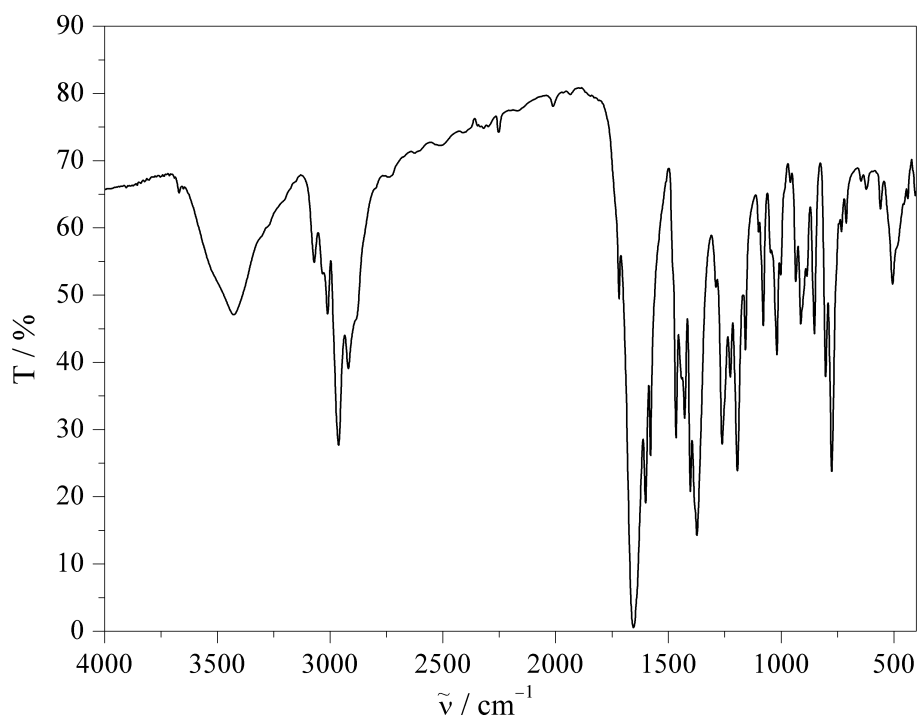


Abbildung A.172.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (19).

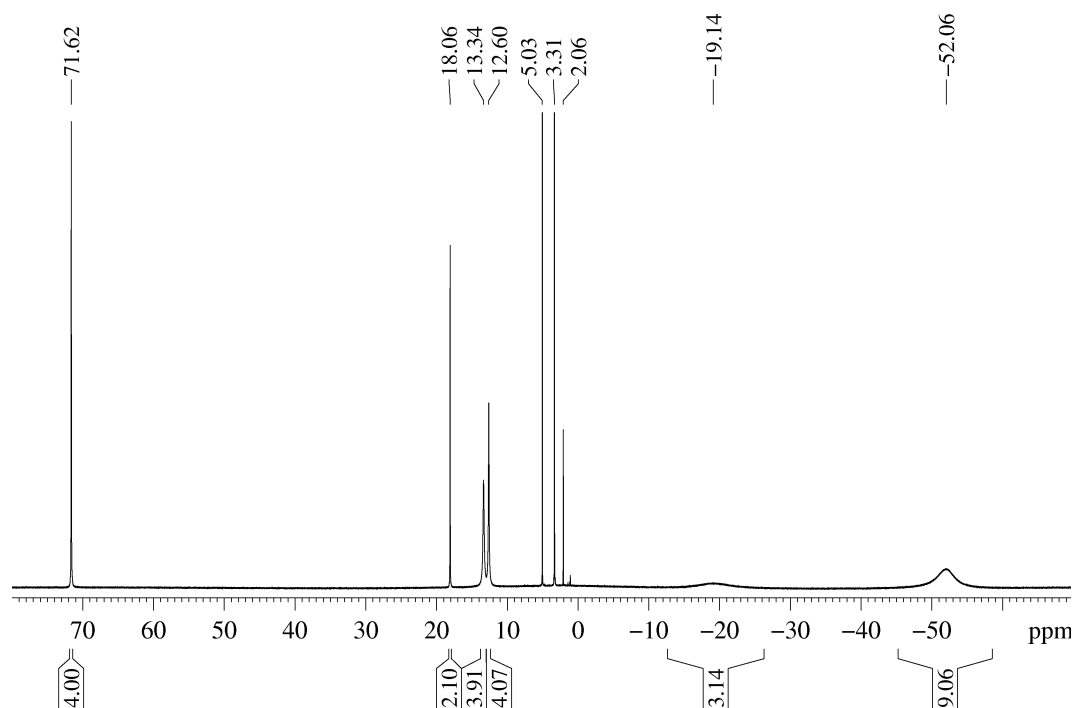


Abbildung A.173.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (**19**) in CD_3OD (600 MHz).

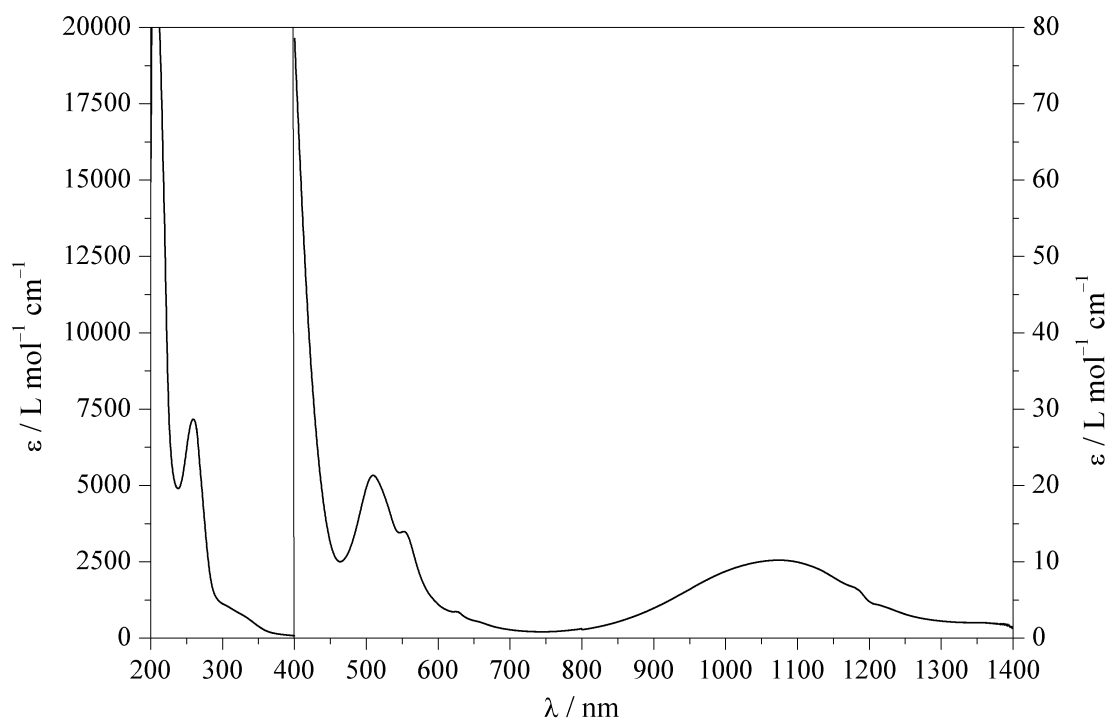


Abbildung A.174.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (**19**) in Methanol.

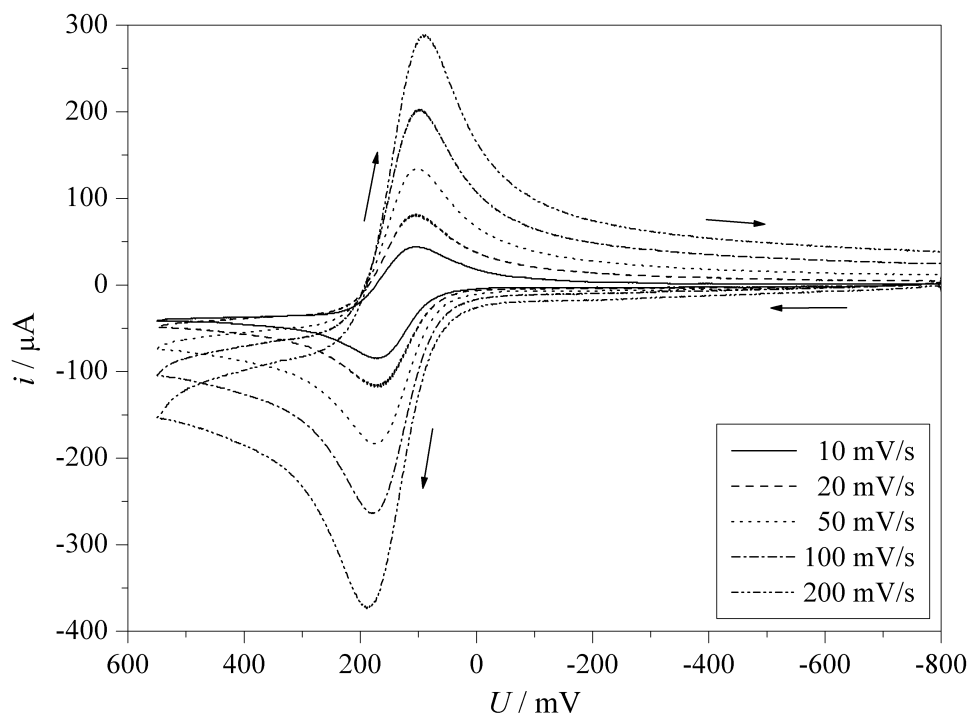


Abbildung A.175.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (**19**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

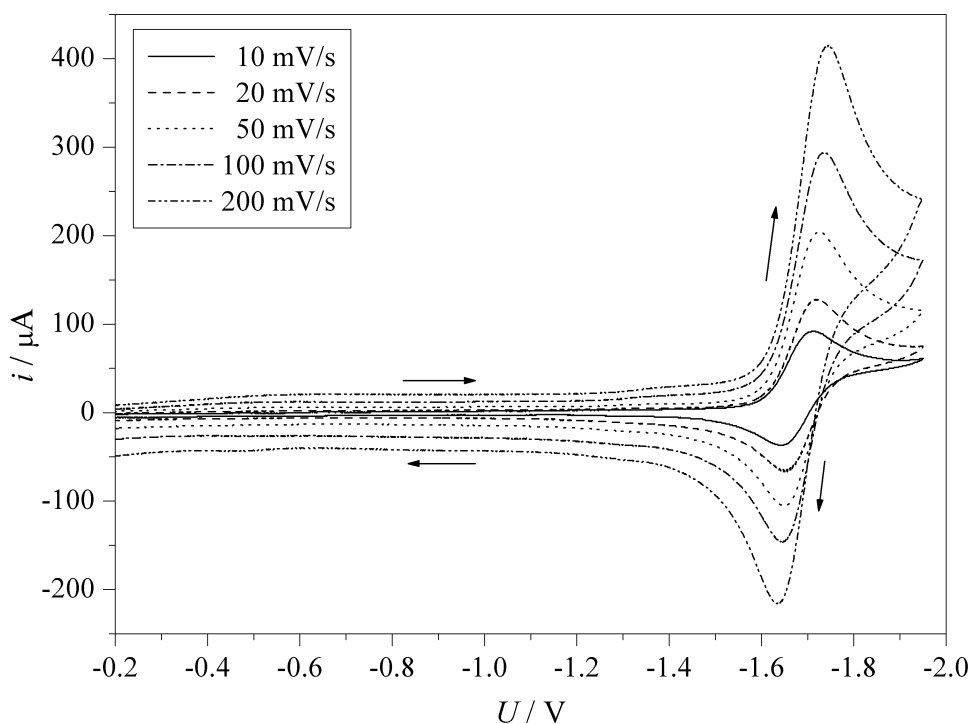
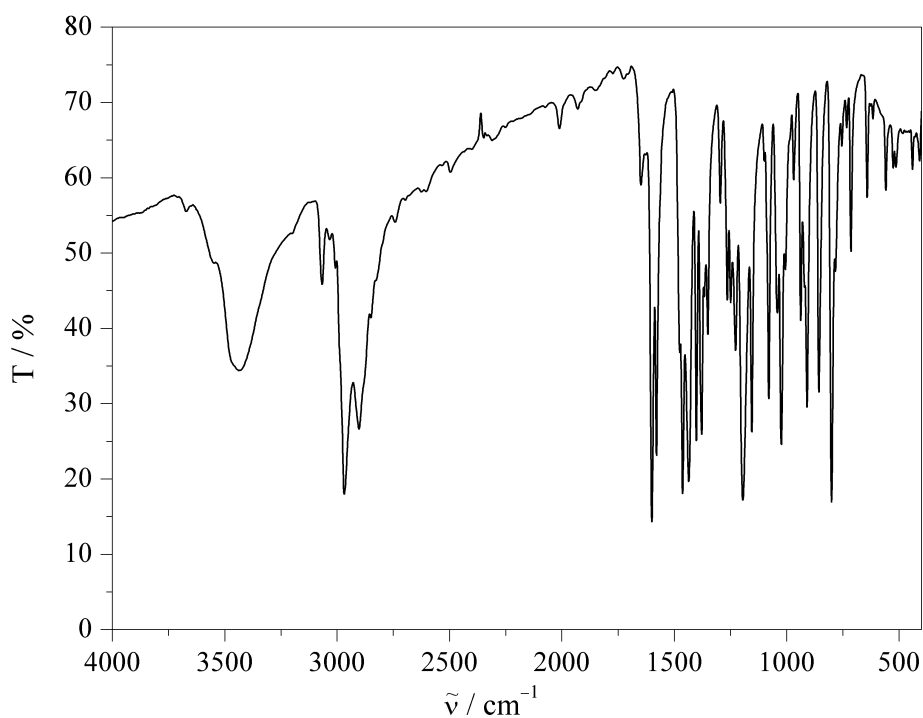
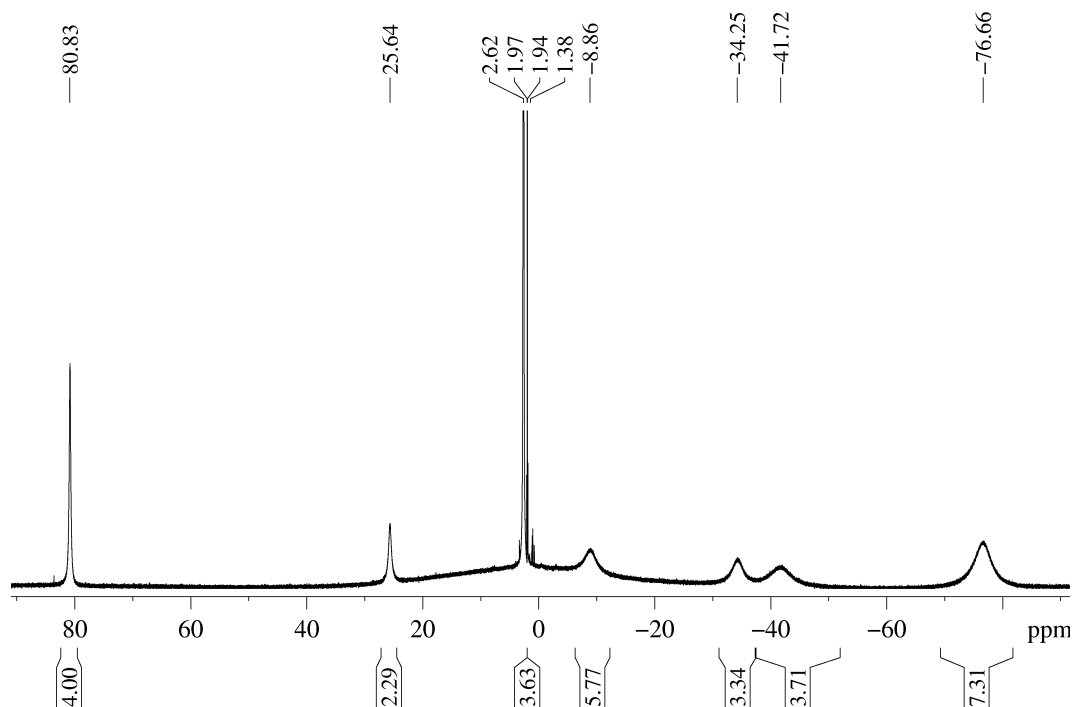


Abbildung A.176.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ox})]$ (**19**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.24. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (**20**)Abbildung A.177.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (**20**).Abbildung A.178.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2] \cdot \text{MeCN}$ (**20a**) in CD_3CN (600 MHz).

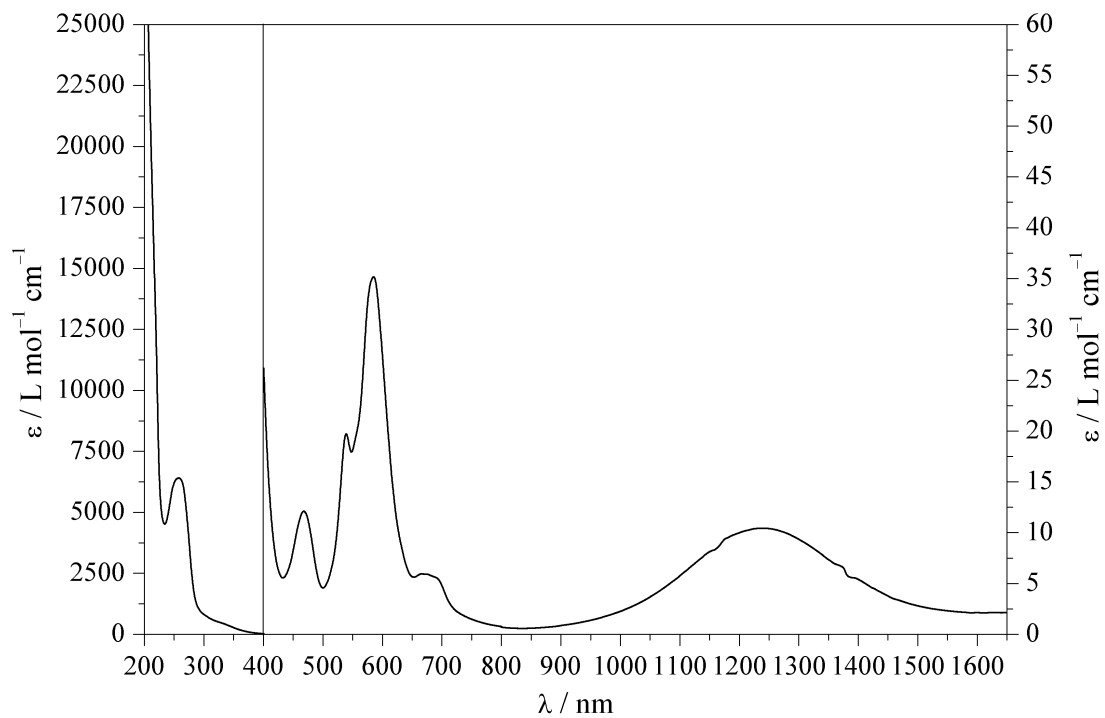


Abbildung A.179.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (**20**) in Acetonitril.

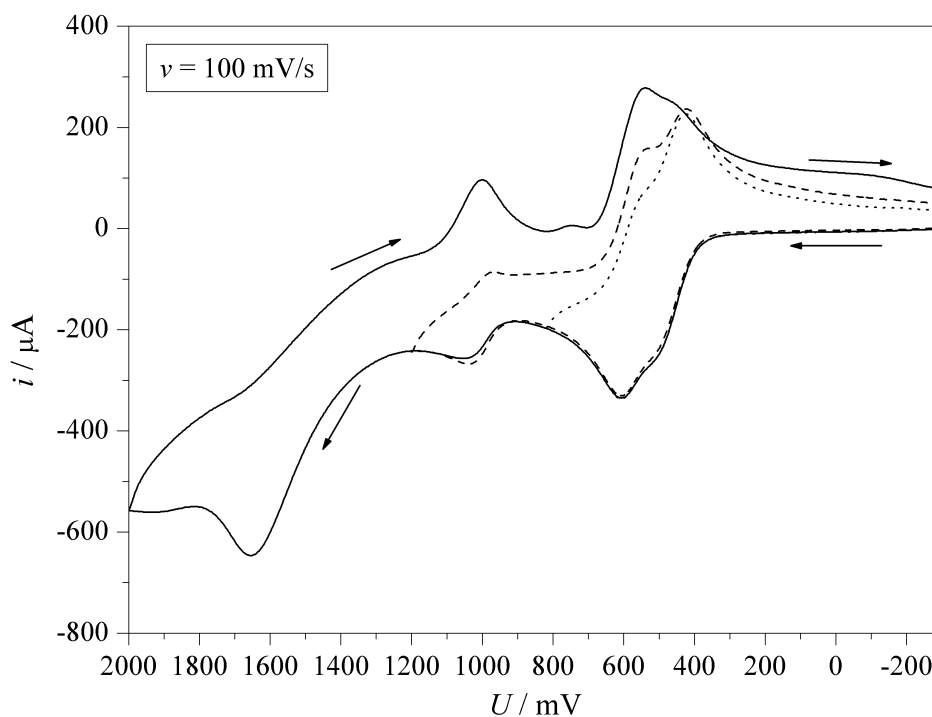


Abbildung A.180.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (**20**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

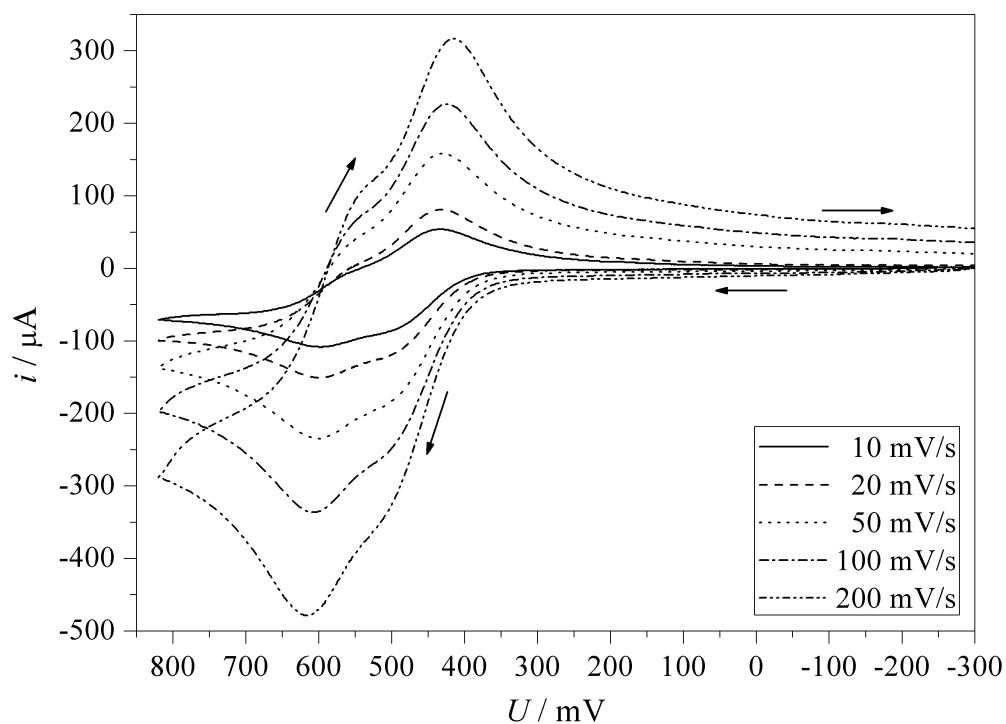


Abbildung A.181.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (20) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

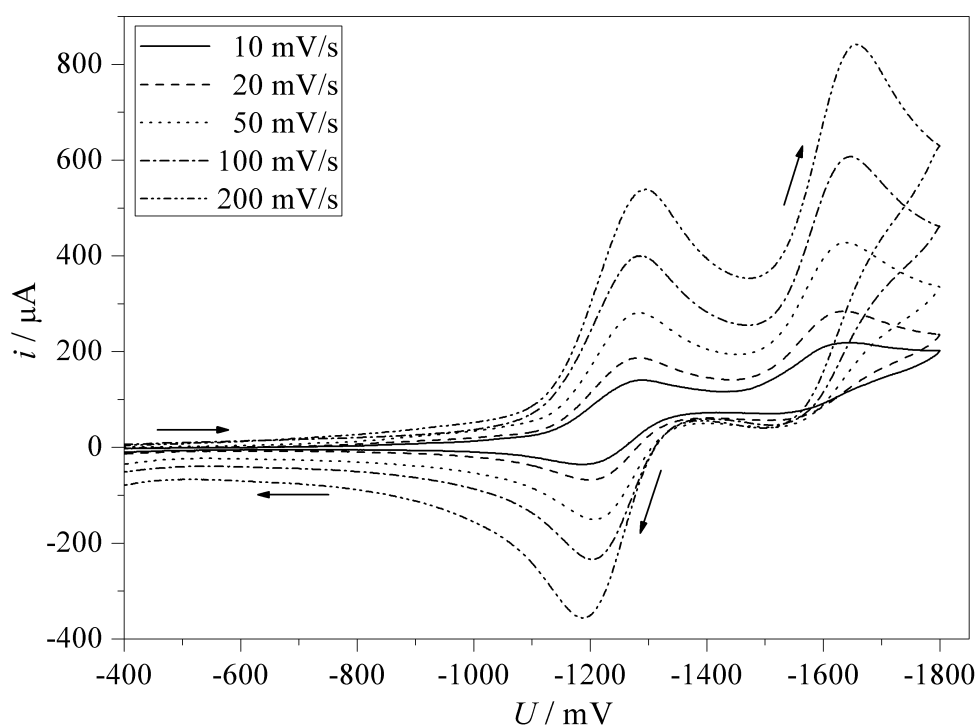


Abbildung A.182.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 1 & 2 von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (20) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

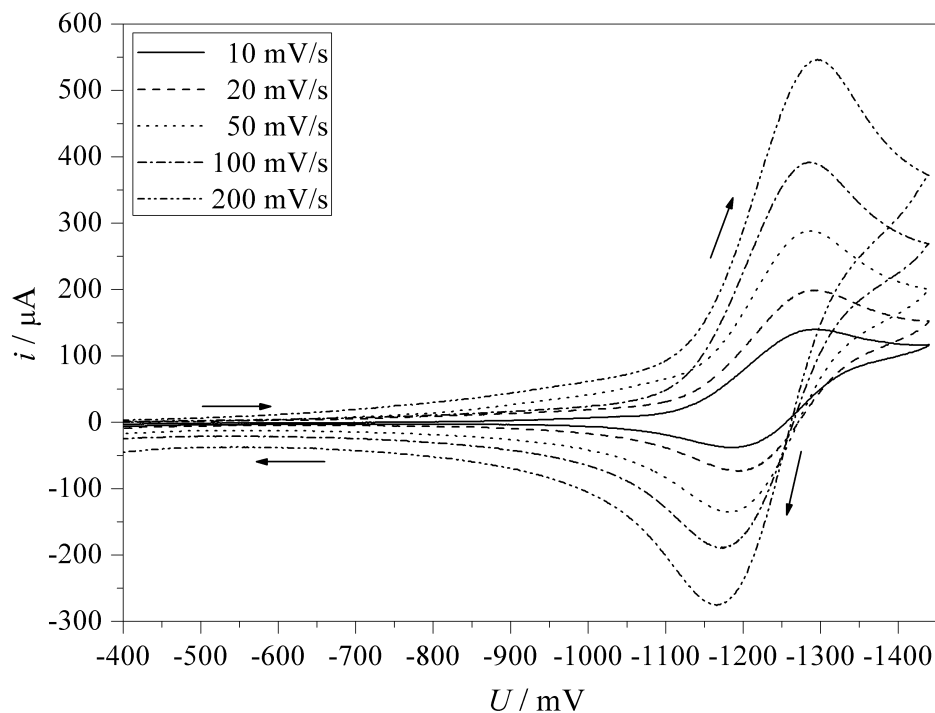


Abbildung A.183.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2]$ (**20**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.25. $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]^+$ (**21**)

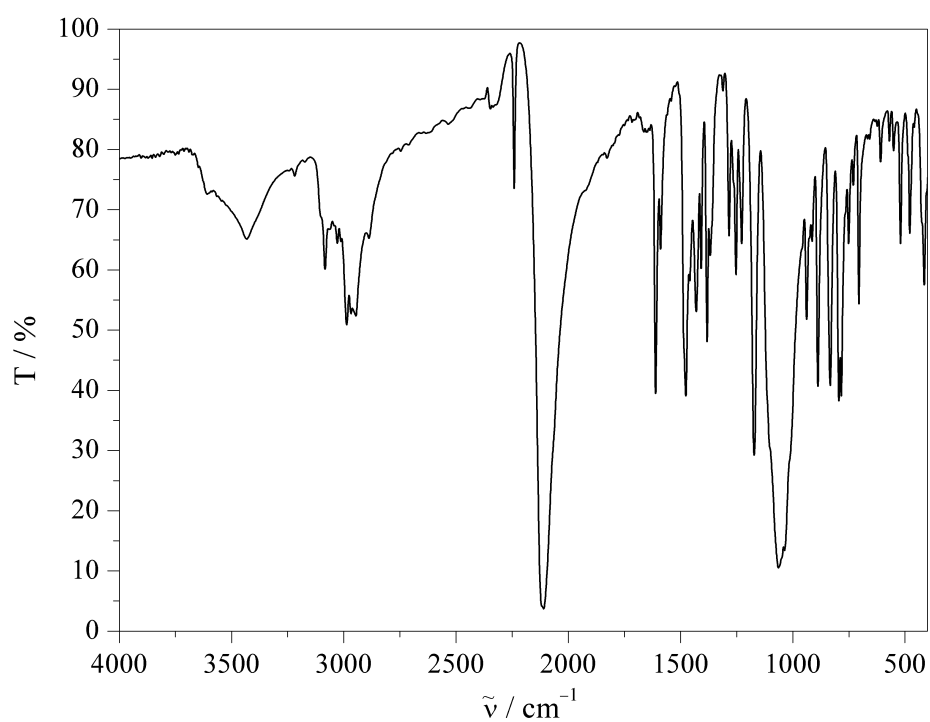


Abbildung A.184.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4)$ (**21a**).

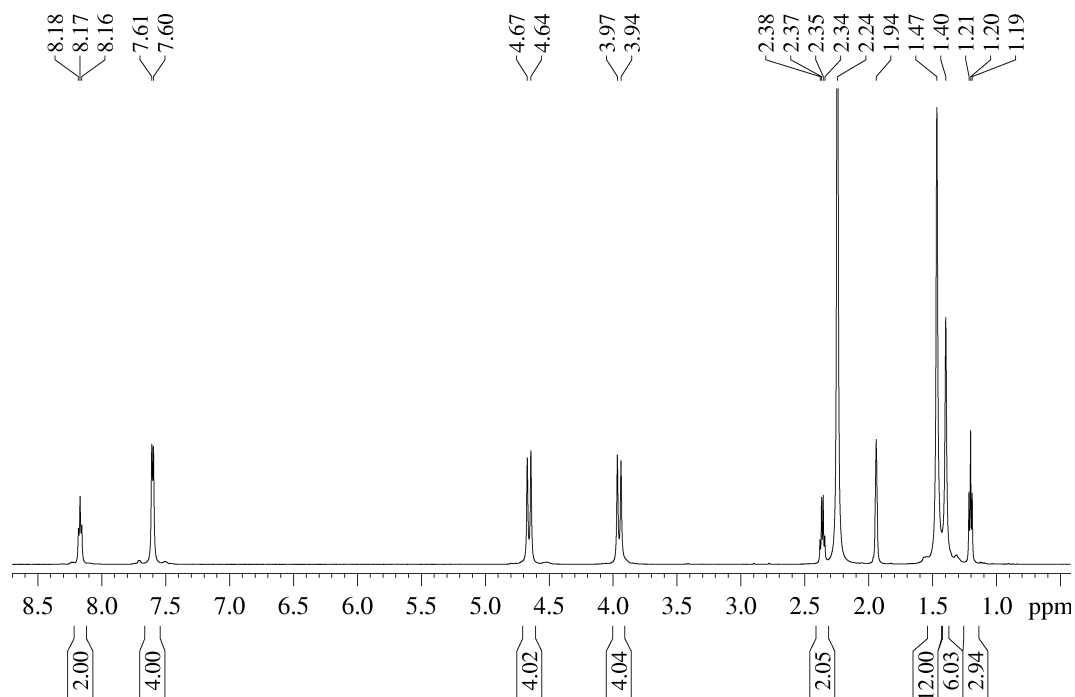


Abbildung A.185.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$ (**21b**) in CD_3CN (600 MHz).

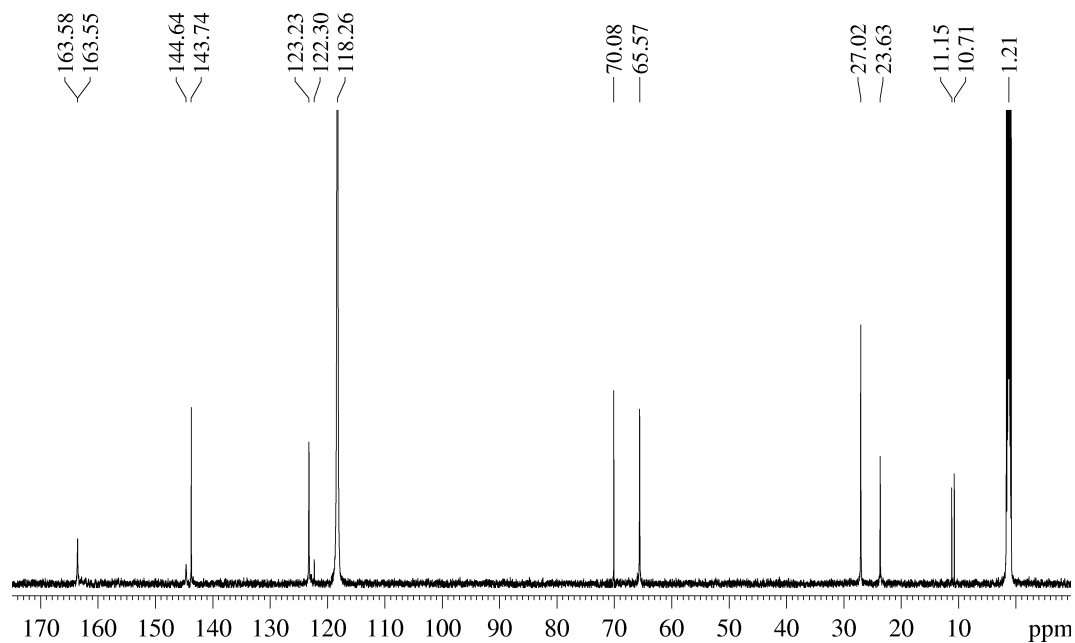


Abbildung A.186.: ^{13}C -NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$ (**21b**) in CD_3CN (600 MHz).

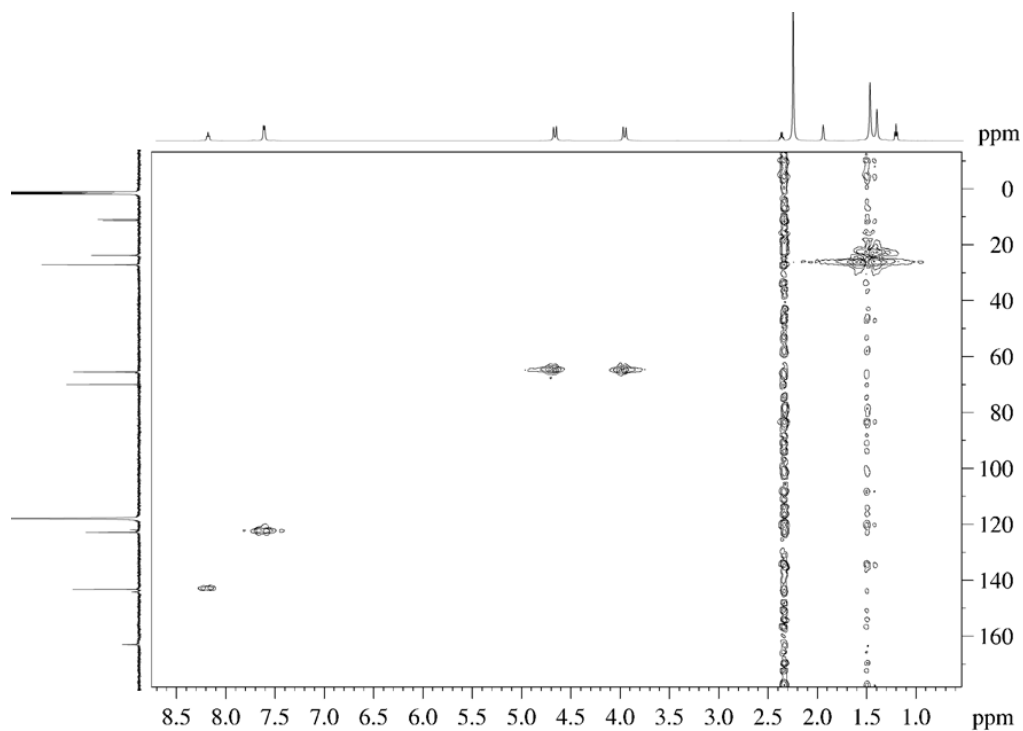


Abbildung A.187.: ^1H , ^{13}C -HMQC-NMR-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$ (**21b**) in CD_3CN (600 MHz).

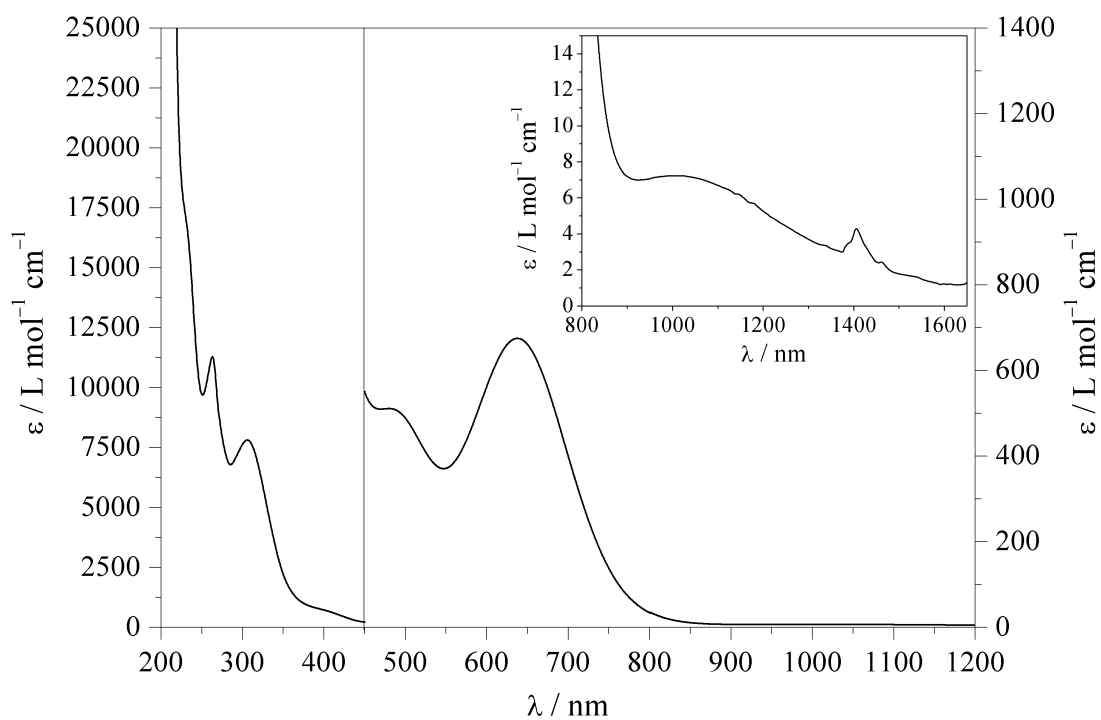


Abbildung A.188.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]^+$ (**21**) in Acetonitril.

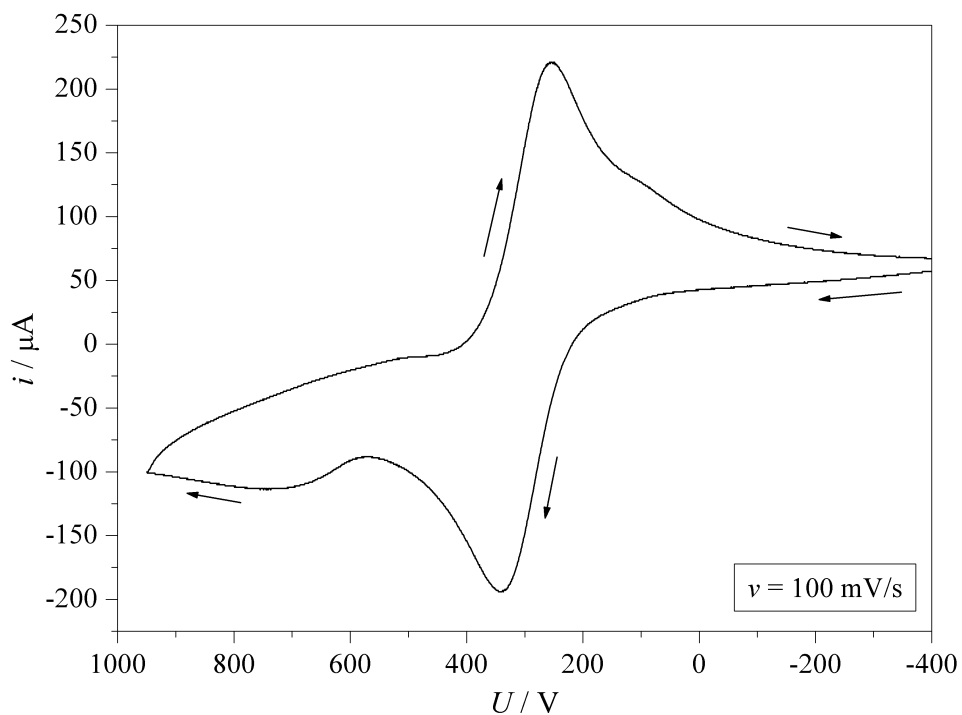


Abbildung A.189.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4)$ (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

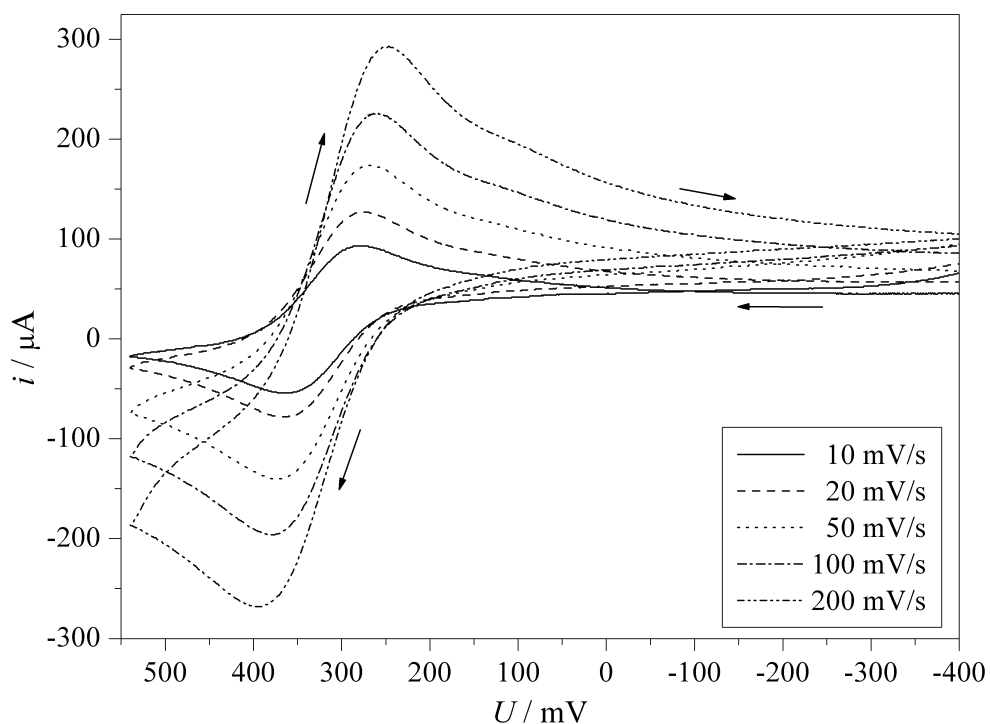


Abbildung A.190.: Cyclovoltammogramme der Oxidation von $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4)$ (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

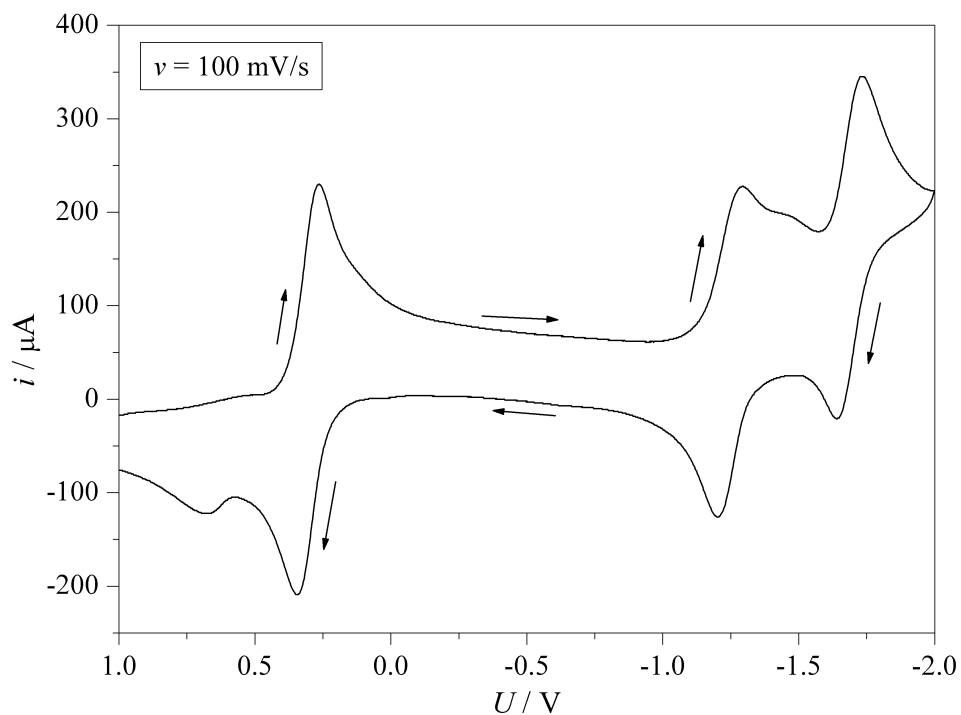


Abbildung A.191.: Cyclovoltammogramm der Reduktionen 1, 2 & 3 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4)$ (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

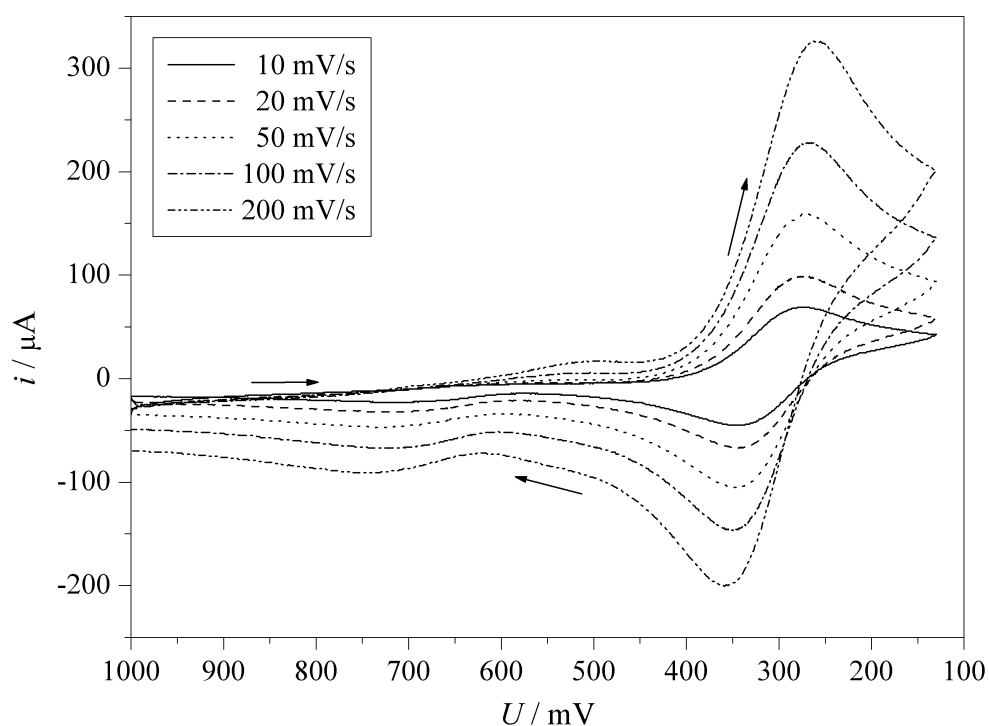


Abbildung A.192.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 1 von $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4)$ (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

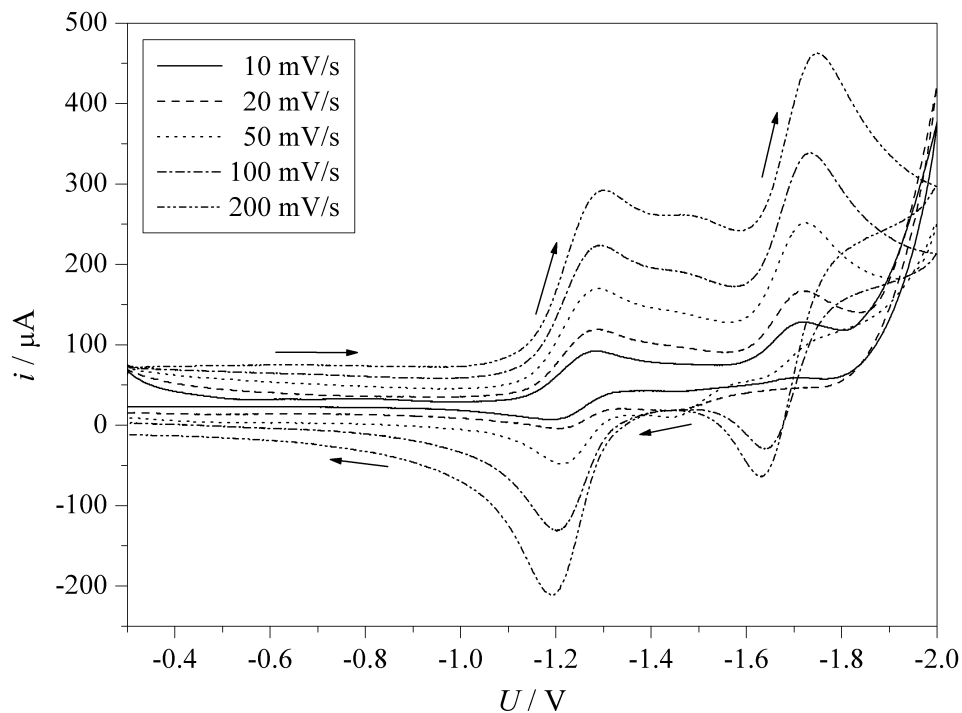


Abbildung A.193.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 2 & 3 von [Co(L-N₄⁺Bu₂)(NCS)₂](BF₄) (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

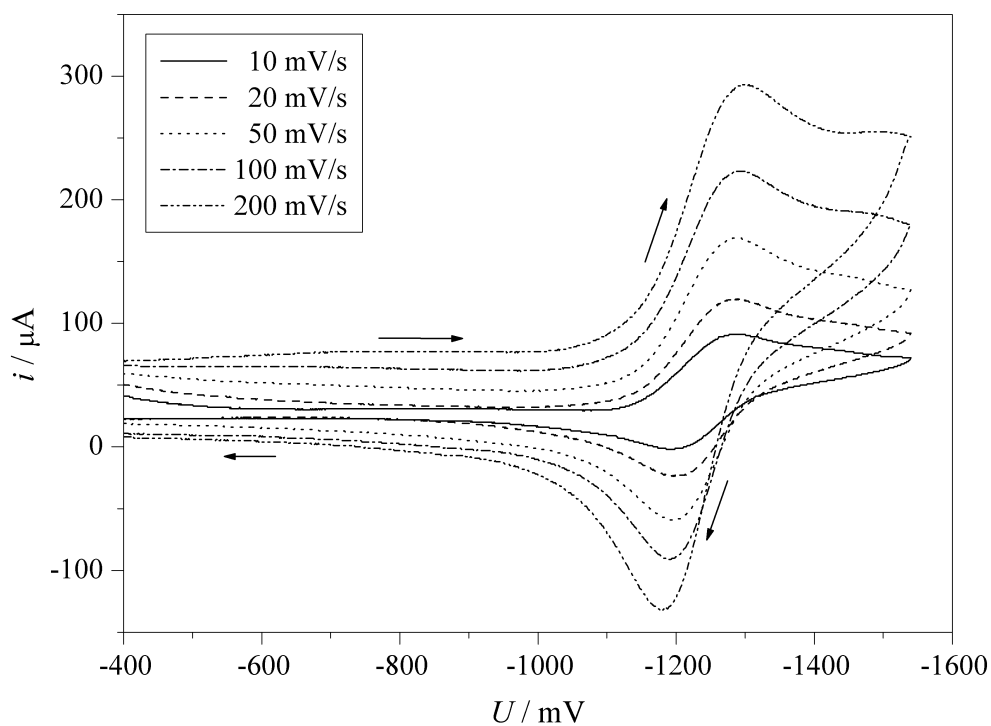


Abbildung A.194.: Cyclovoltammogramme der Reduktion 2 von [Co(L-N₄⁺Bu₂)(NCS)₂](BF₄) (**21a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

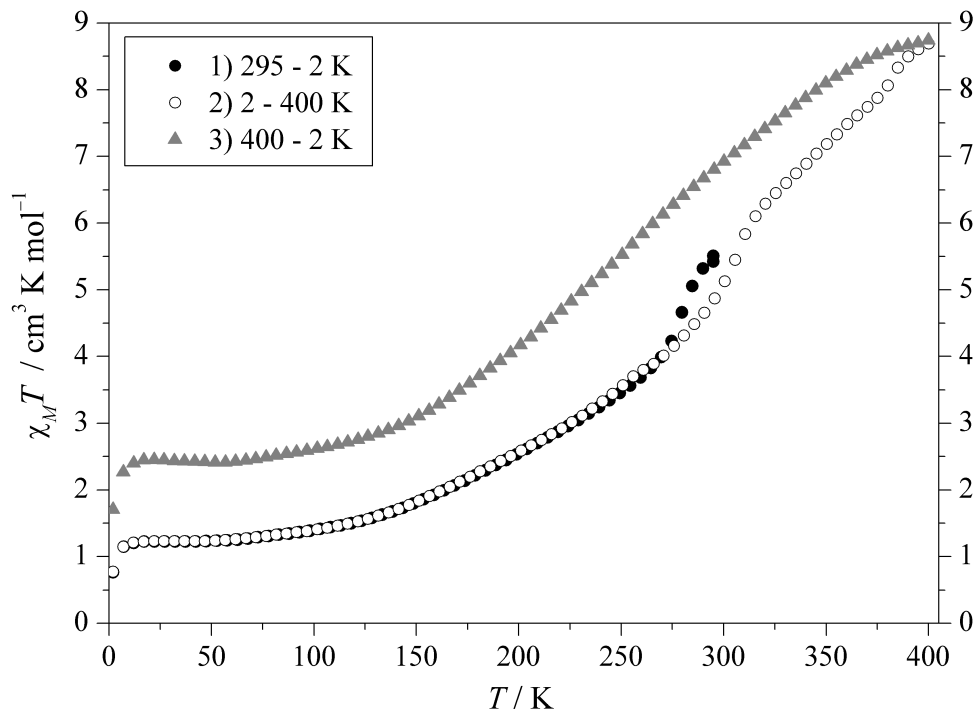
A.26. $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})]^{3+}$ (22) $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{OTf})_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (22a)

Abbildung A.195.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{OTf})_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (22a) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

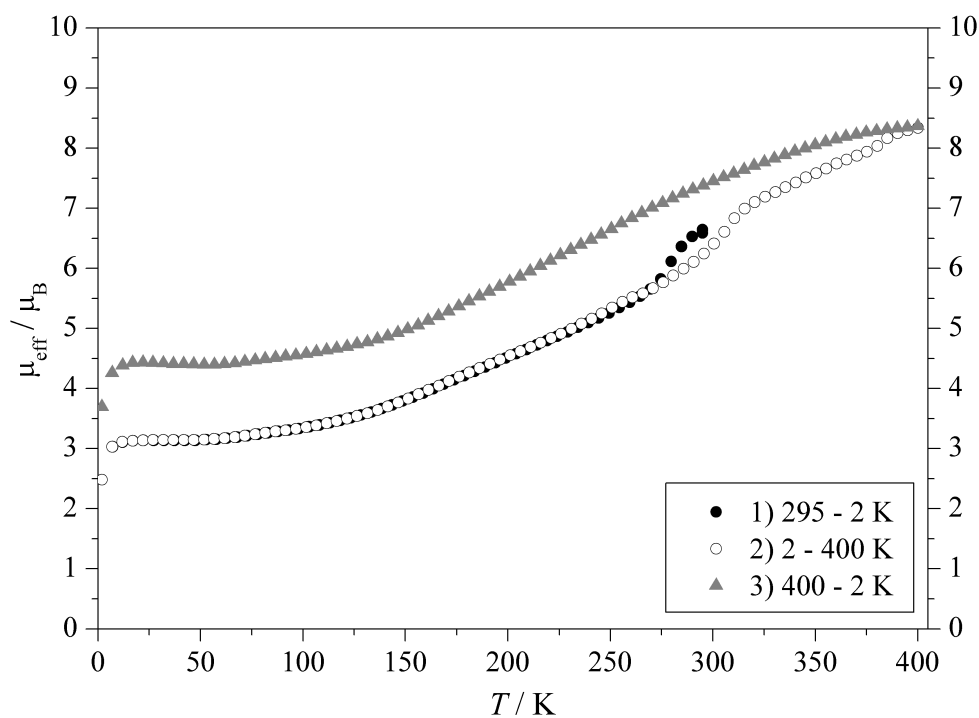


Abbildung A.196.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{OTf})_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (22a) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

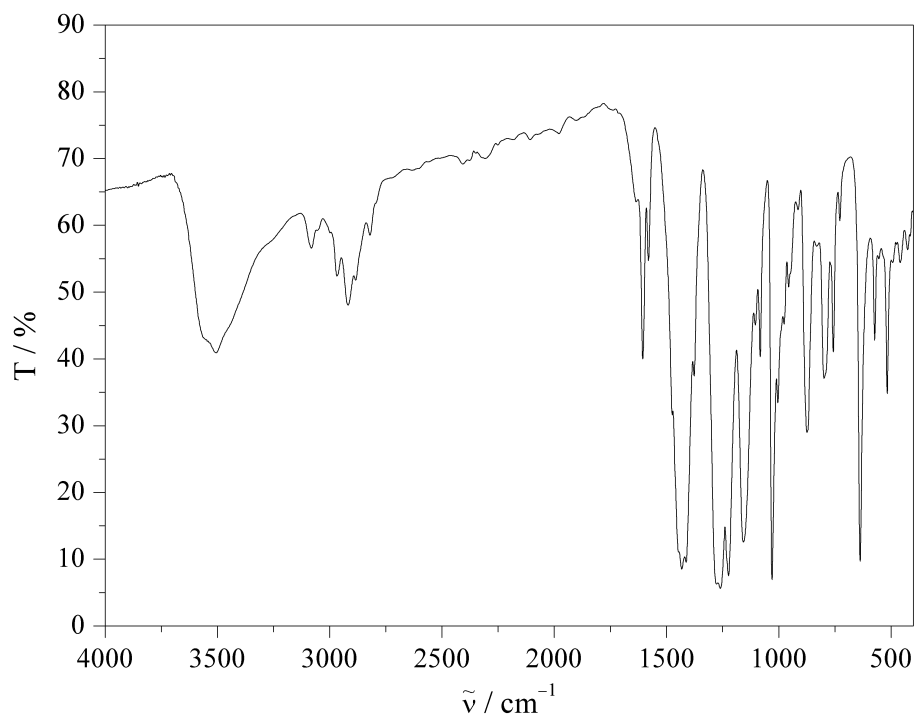


Abbildung A.197.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{OTf})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (22a).

$[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{PF}_6)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (22b)

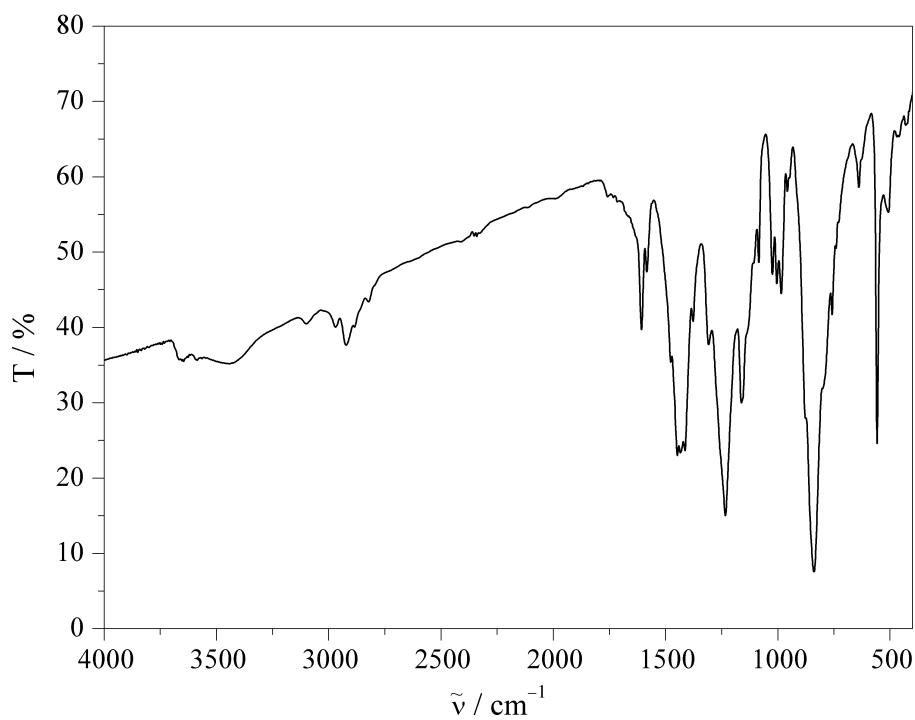


Abbildung A.198.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_3(\mu\text{-ttcy})](\text{PF}_6)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (22b).

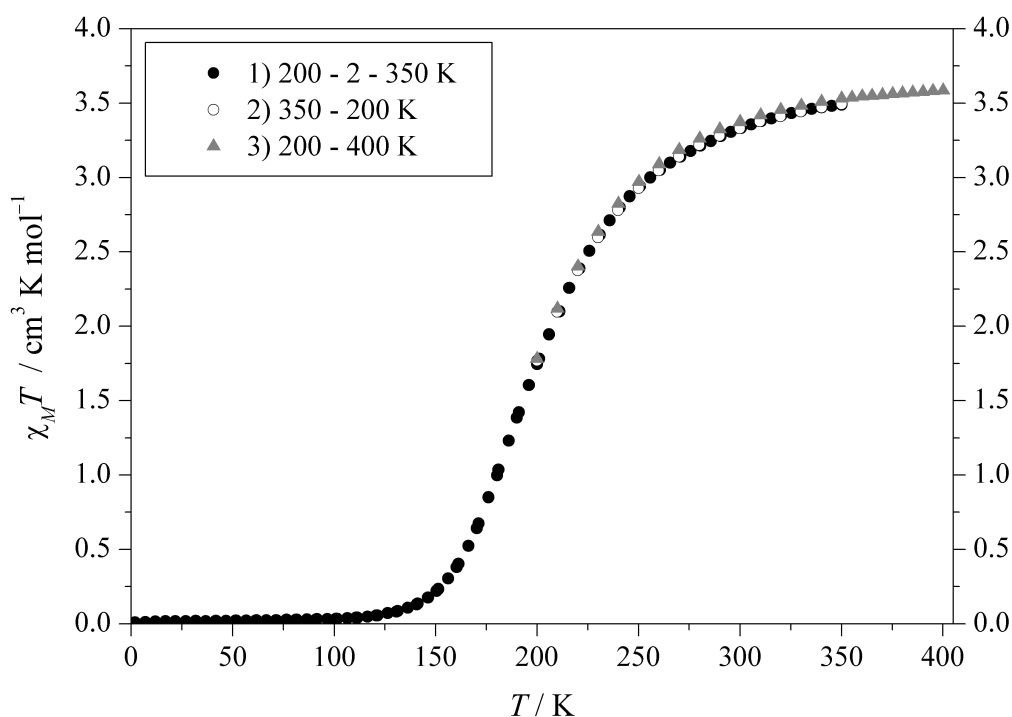
A.27. $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})]^+$ (**23**)

Abbildung A.199.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) ($H = 5000$ Oe).

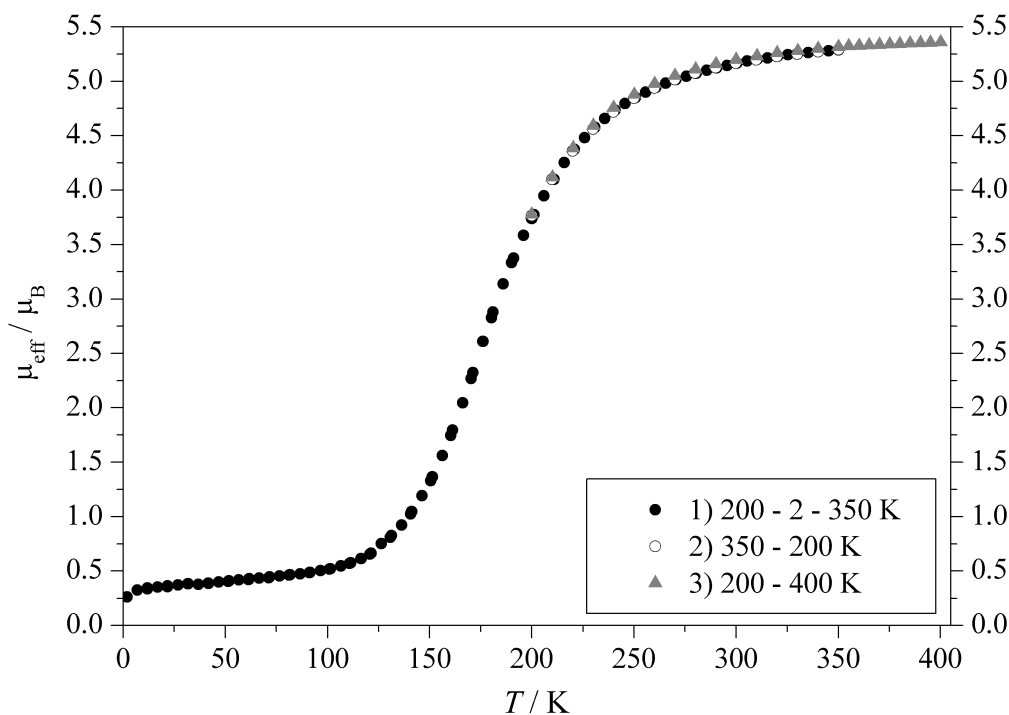


Abbildung A.200.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) ($H = 5000$ Oe).

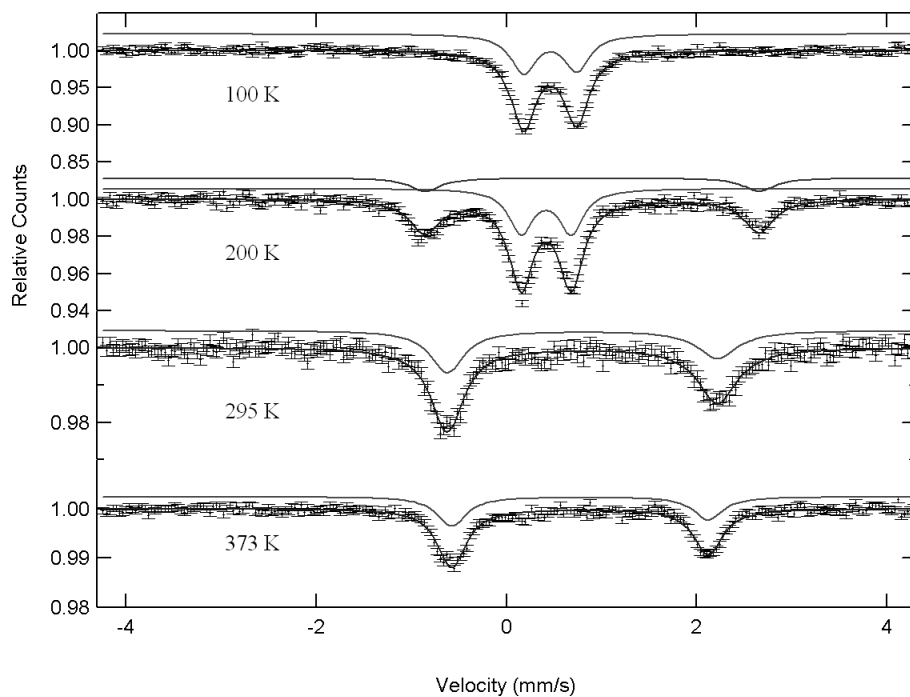


Abbildung A.201.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) bei verschiedenen Temperaturen.

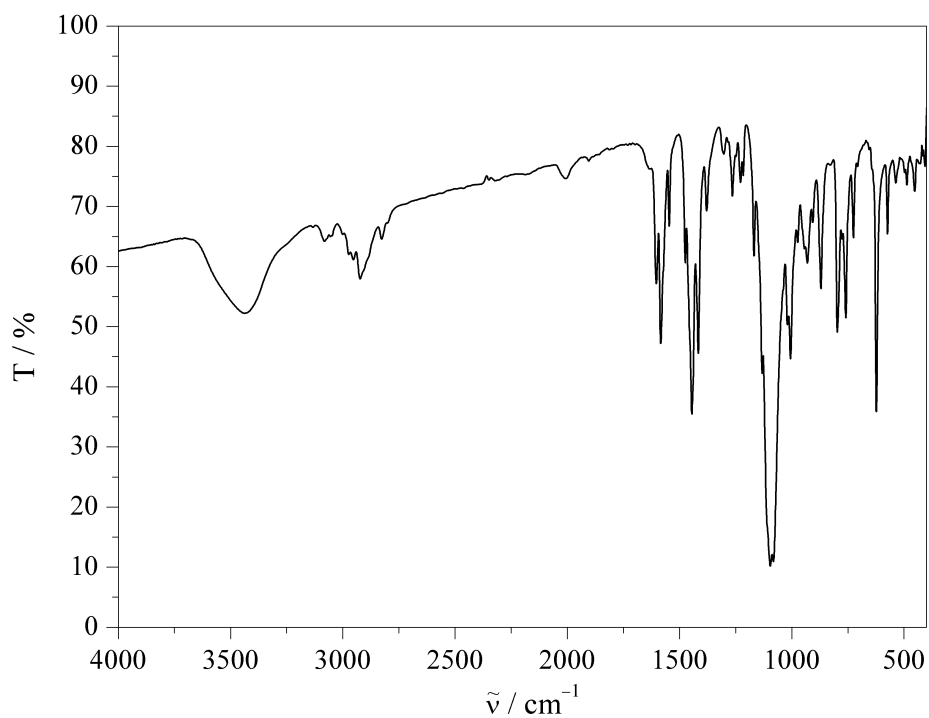


Abbildung A.202.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**).

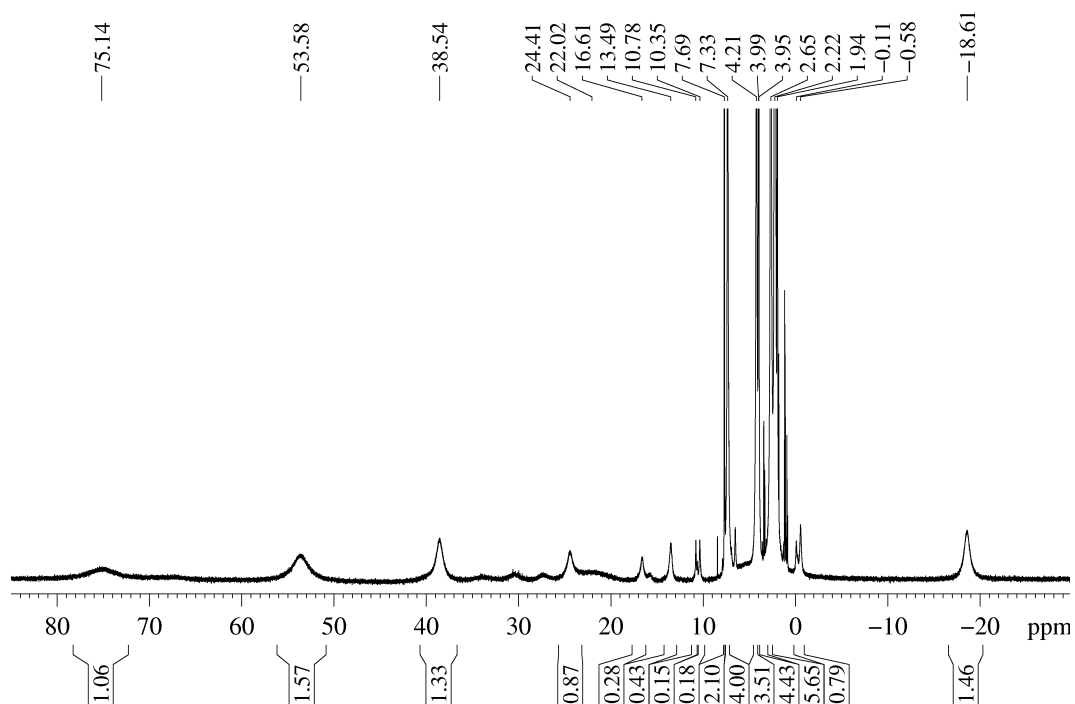


Abbildung A.203.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) in CD_3CN (400 MHz).

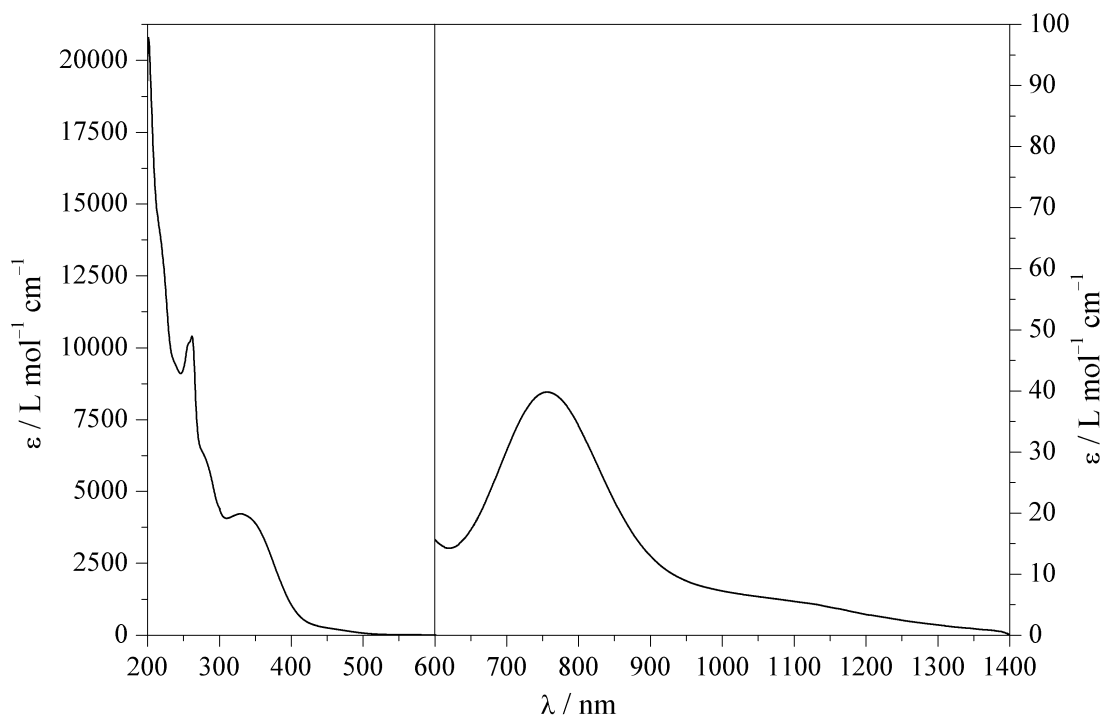


Abbildung A.204.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})]^+$ (**23**) in Acetonitril.

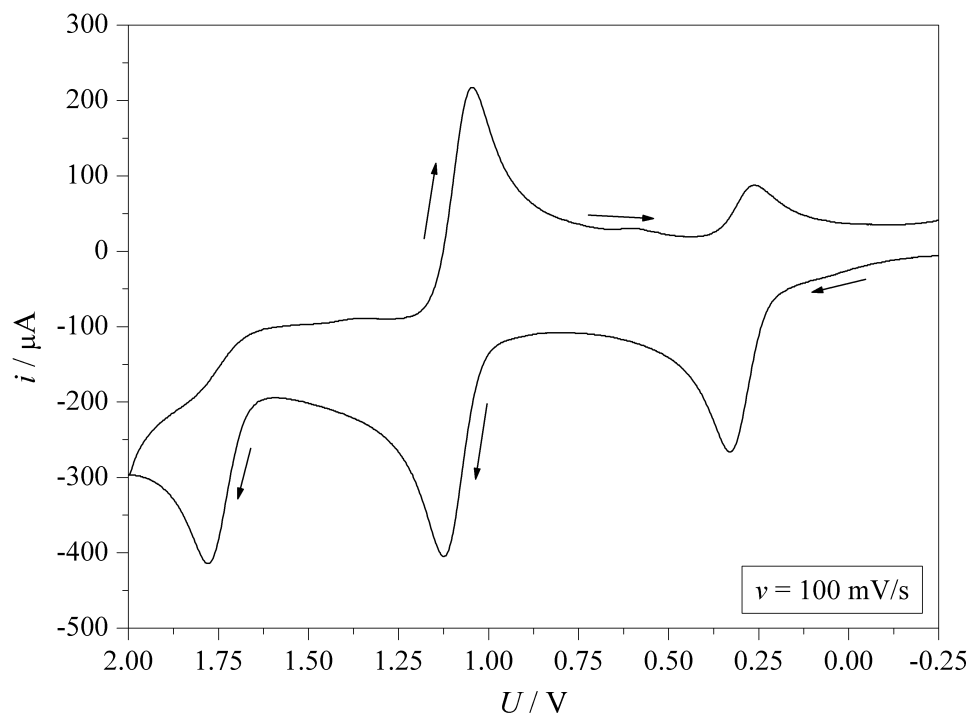


Abbildung A.205.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

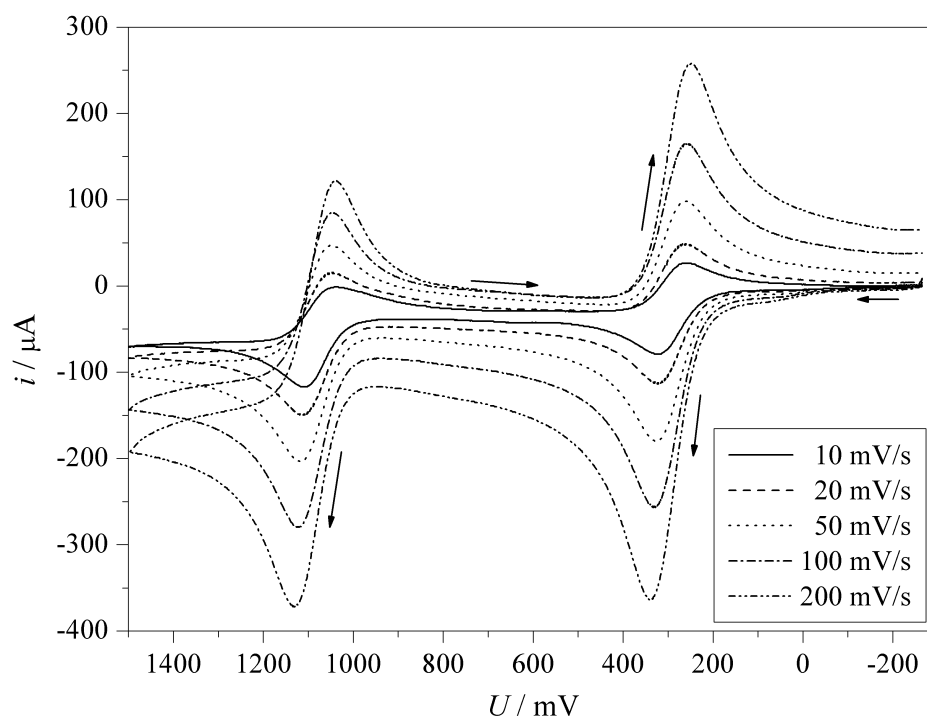


Abbildung A.206.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

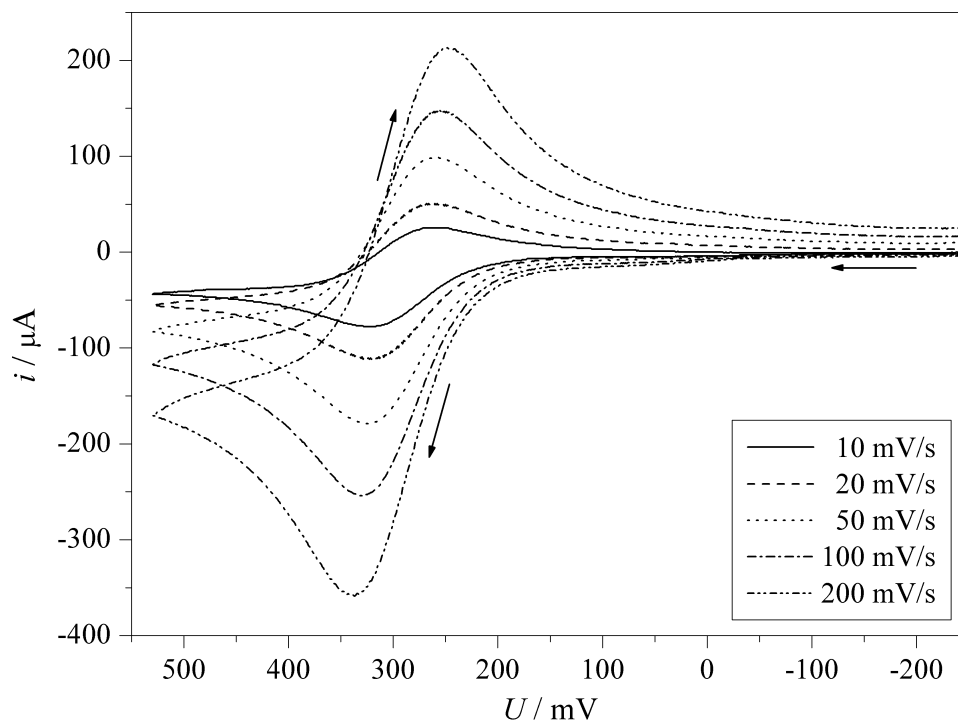


Abbildung A.207.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

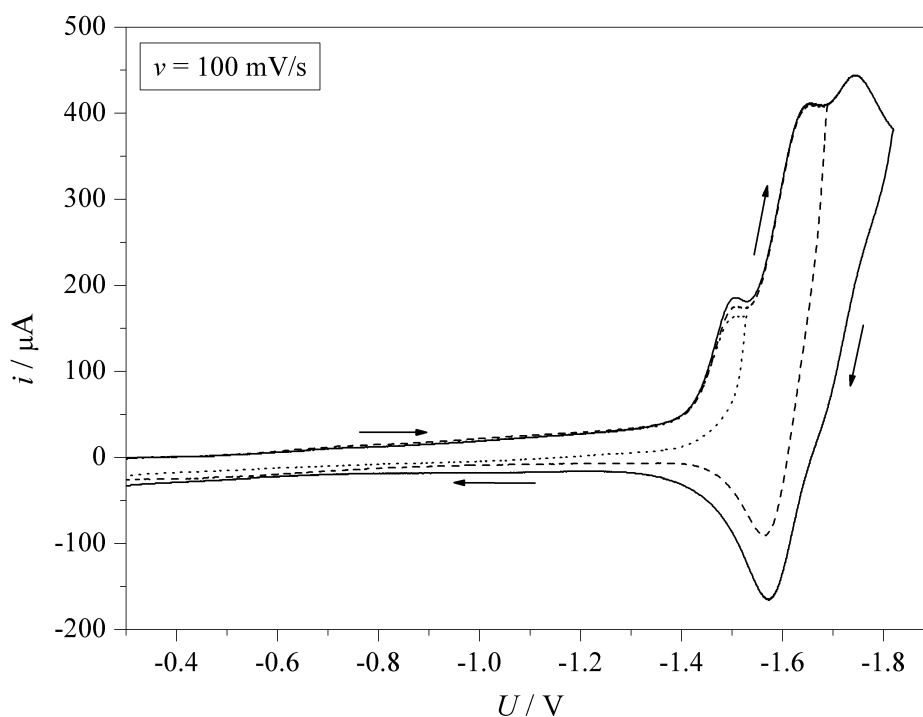


Abbildung A.208.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{Spy})](\text{ClO}_4)$ (**23a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

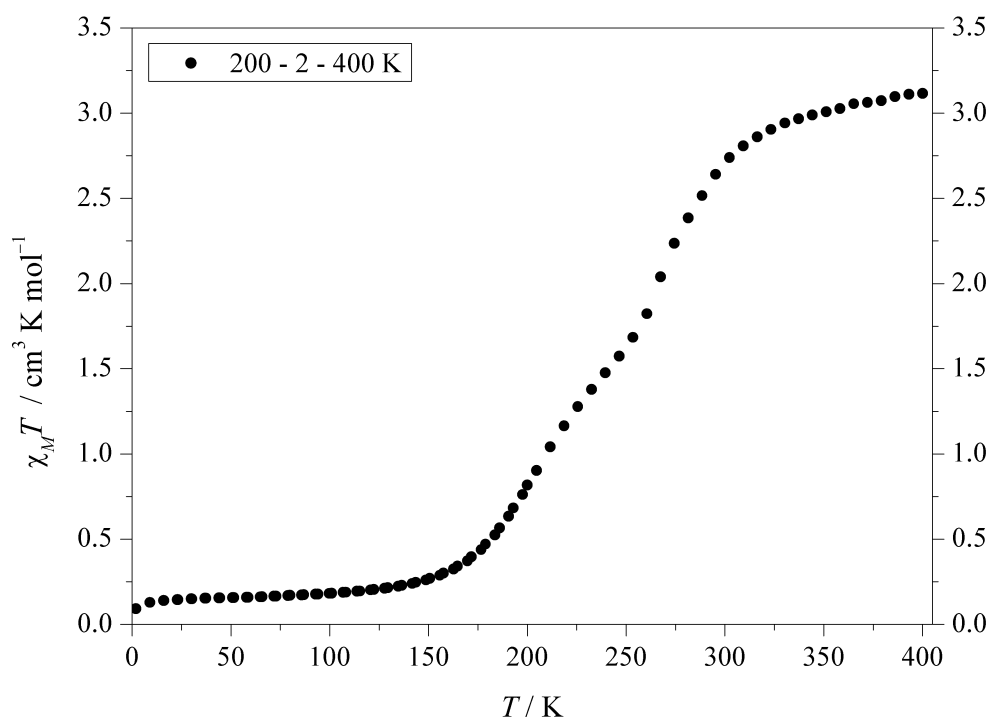
A.28. $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (24)

Abbildung A.209.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (24) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

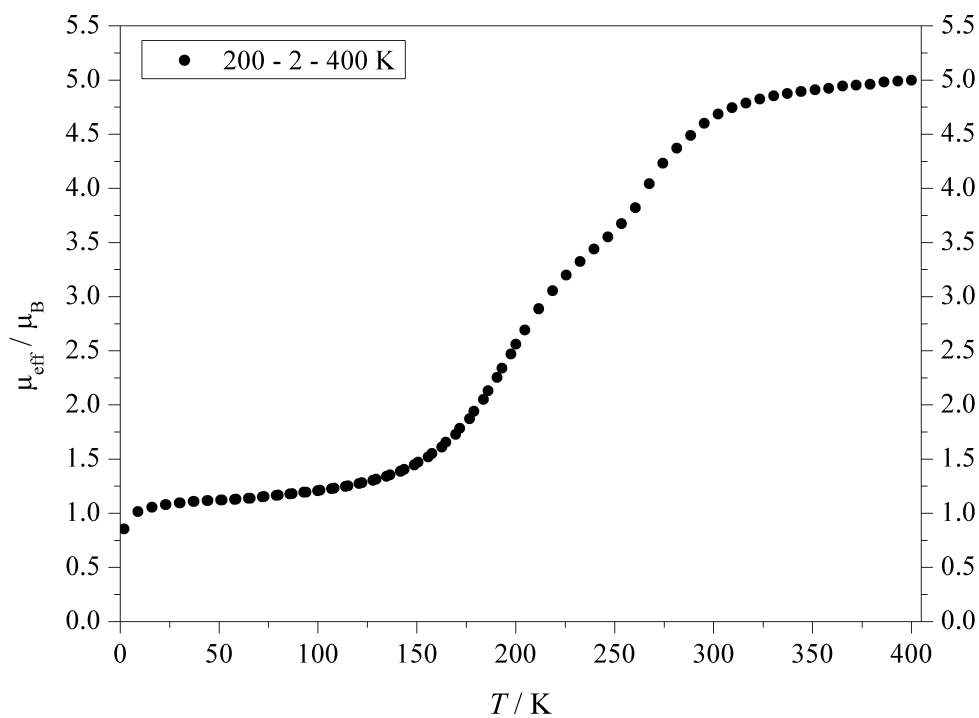


Abbildung A.210.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (24) ($H = 5000 \text{ Oe}$).

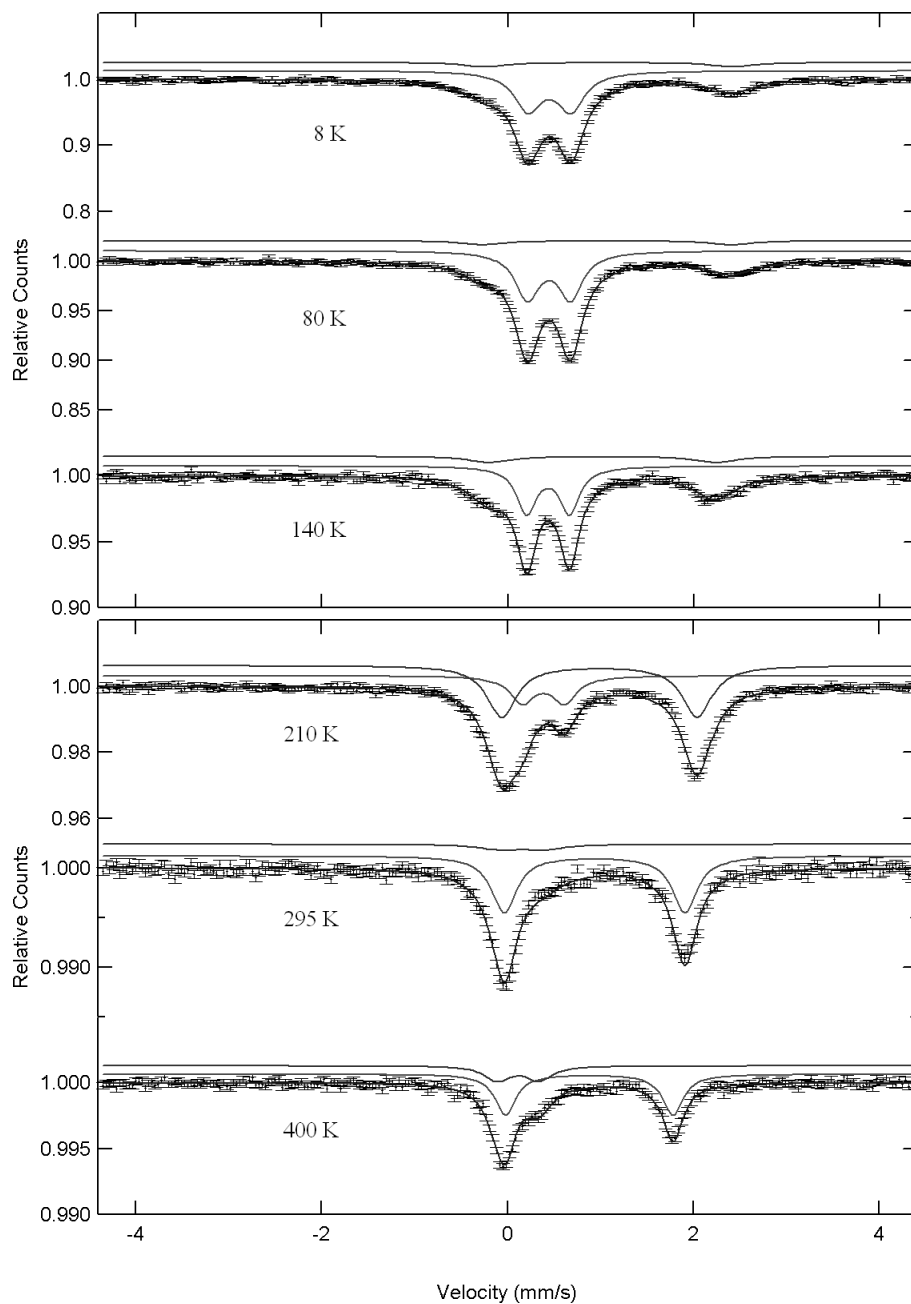


Abbildung A.211.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (**24**) bei verschiedenen Temperaturen.

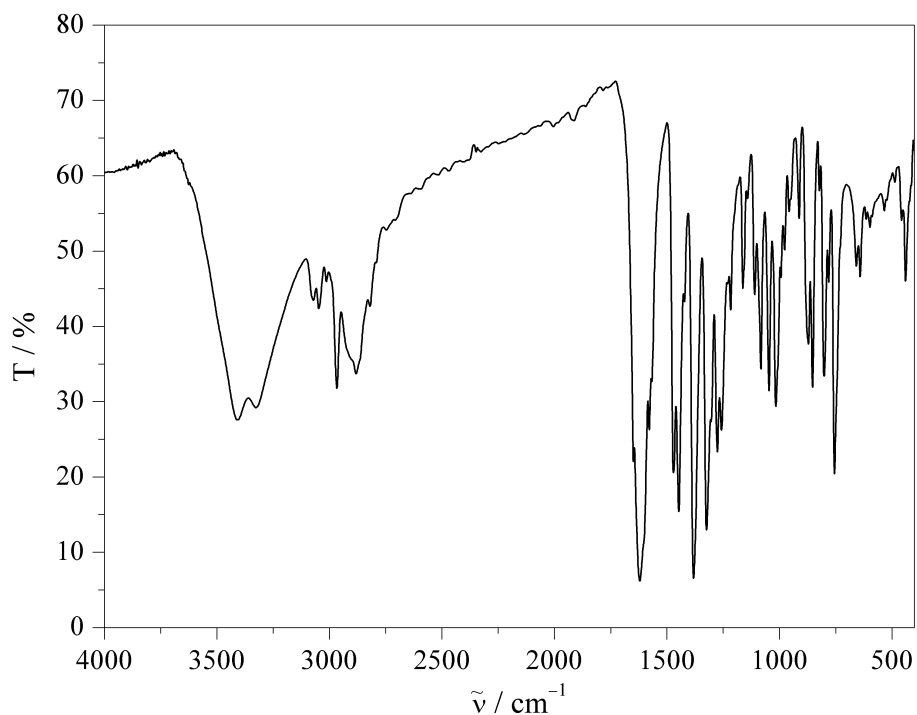


Abbildung A.212.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (**24**).

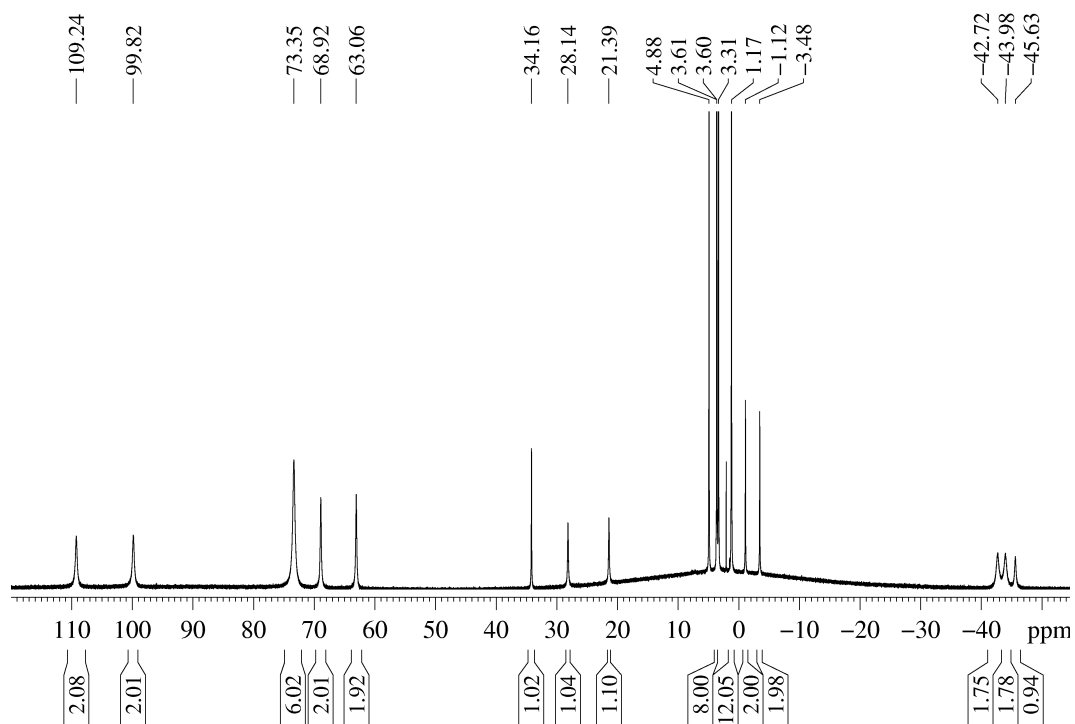
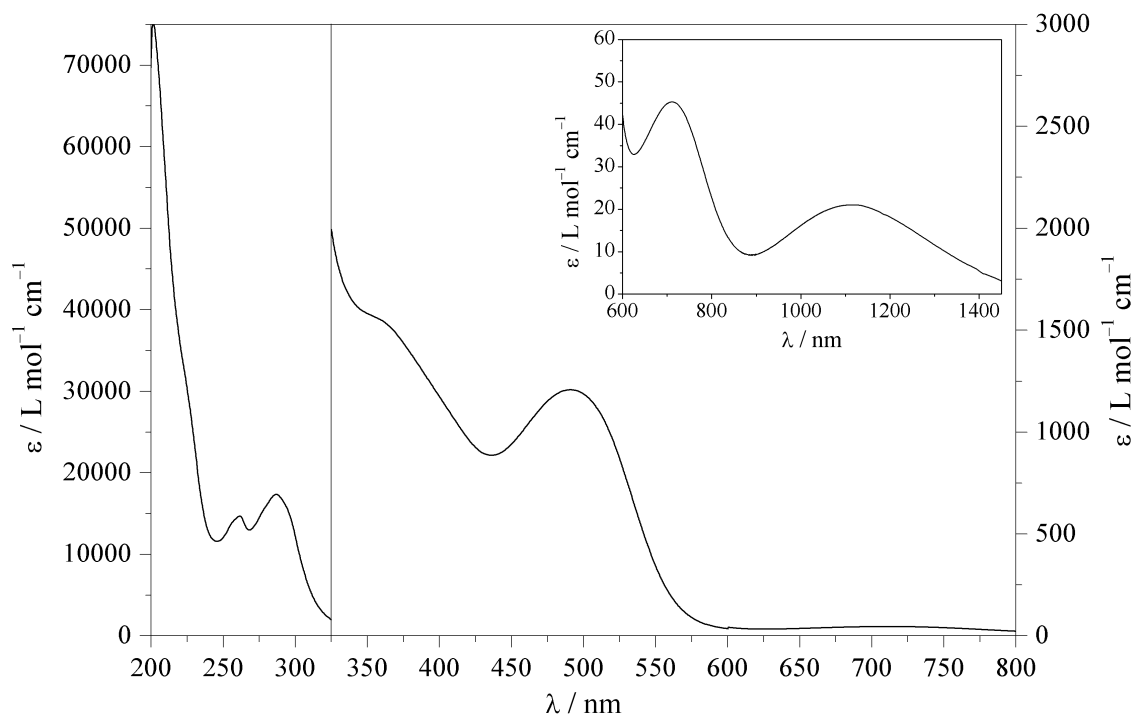
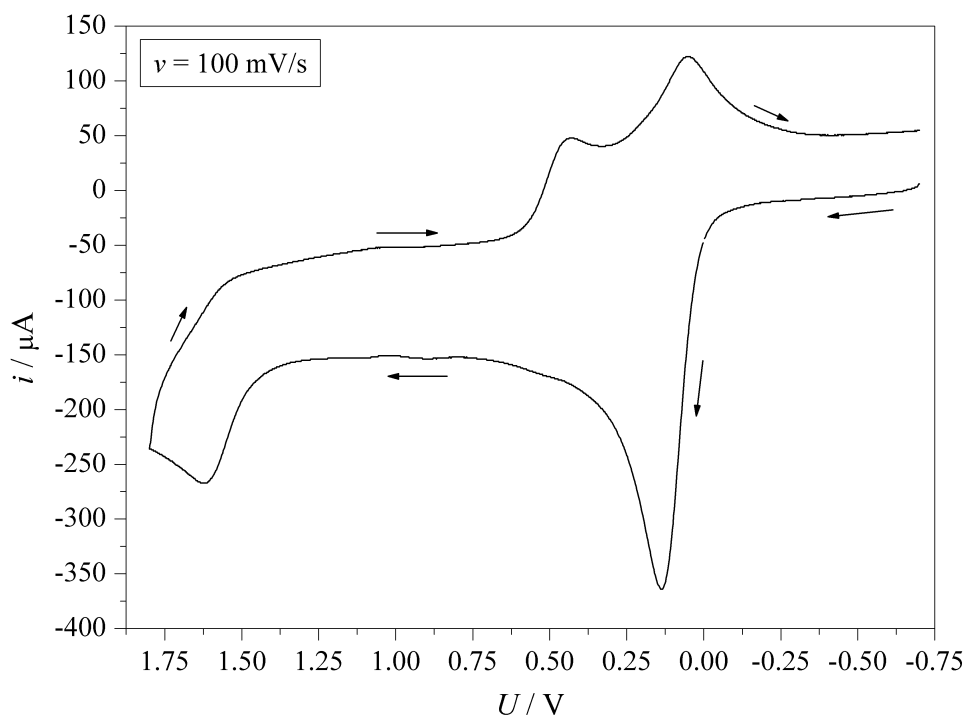


Abbildung A.213.: $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})] \cdot 2 \text{EtOH}$ (**24a**) in CD_3CN (400 MHz).

Abbildung A.214.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (**24**) in Acetonitril.Abbildung A.215.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{BzImCOO})]$ (**24**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

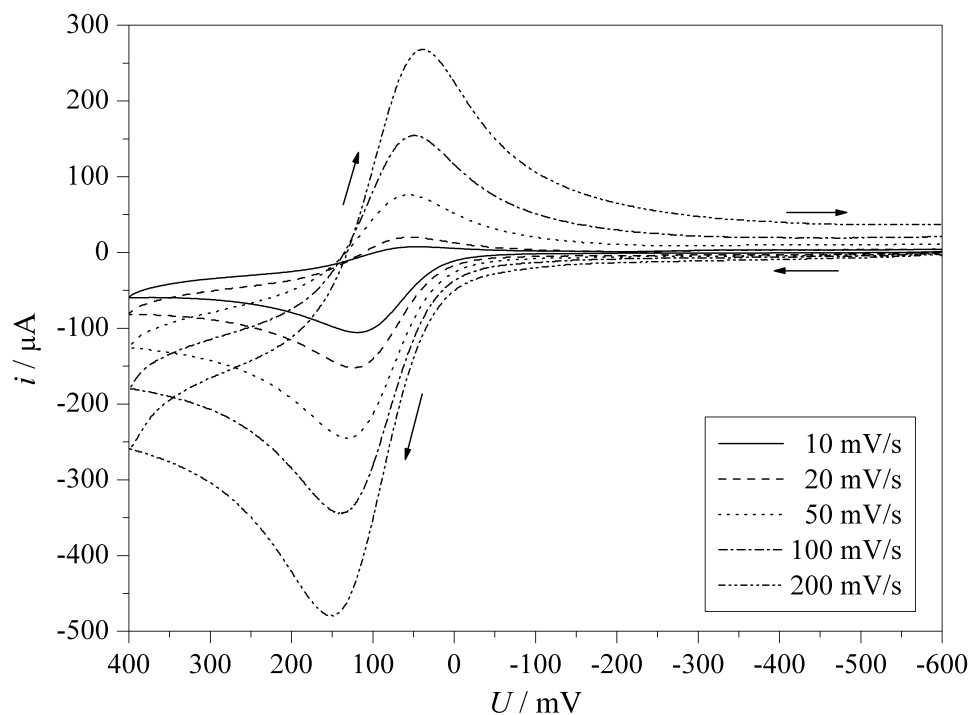


Abbildung A.216.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von [Fe(L-N₄Me₂)(BzImCOO)] (**24**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

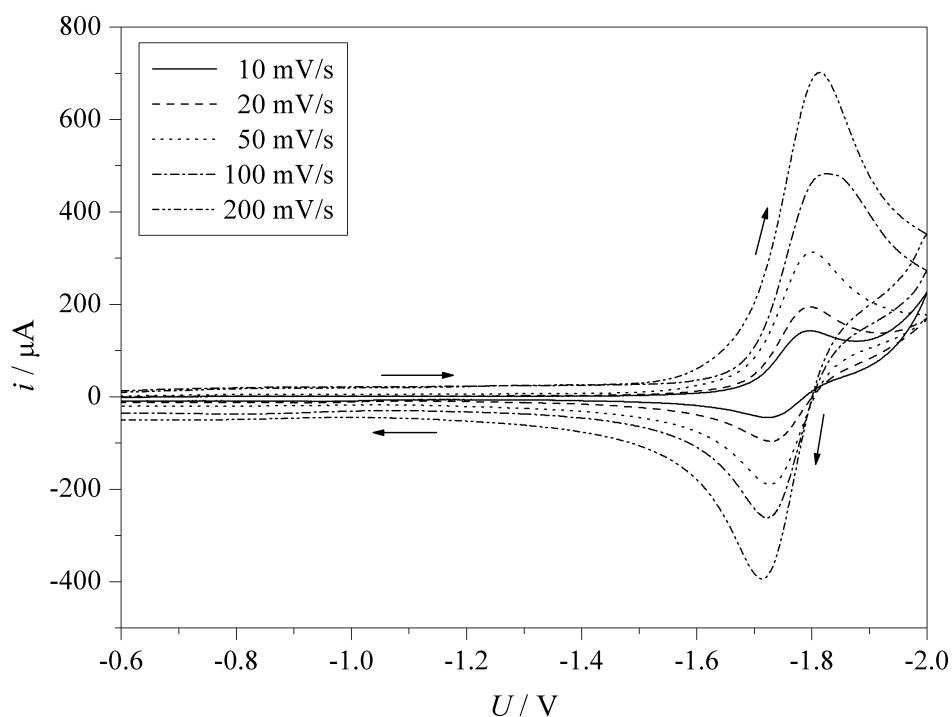


Abbildung A.217.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von [Fe(L-N₄Me₂)(BzImCOO)] (**24**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

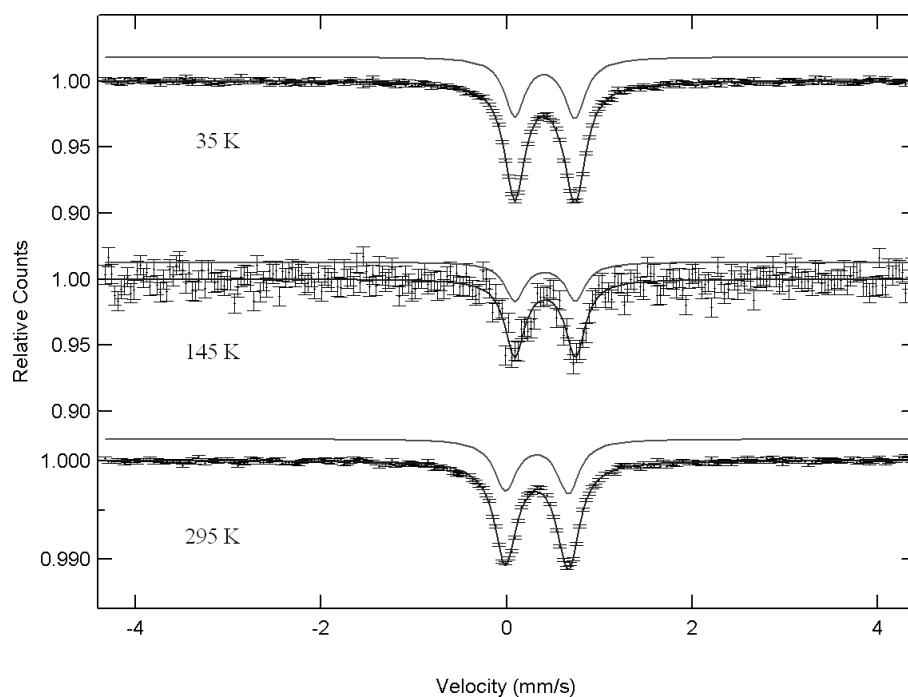
A.29. $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)]^{2+}$ (25)

Abbildung A.218.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (25a) bei verschiedenen Temperaturen.

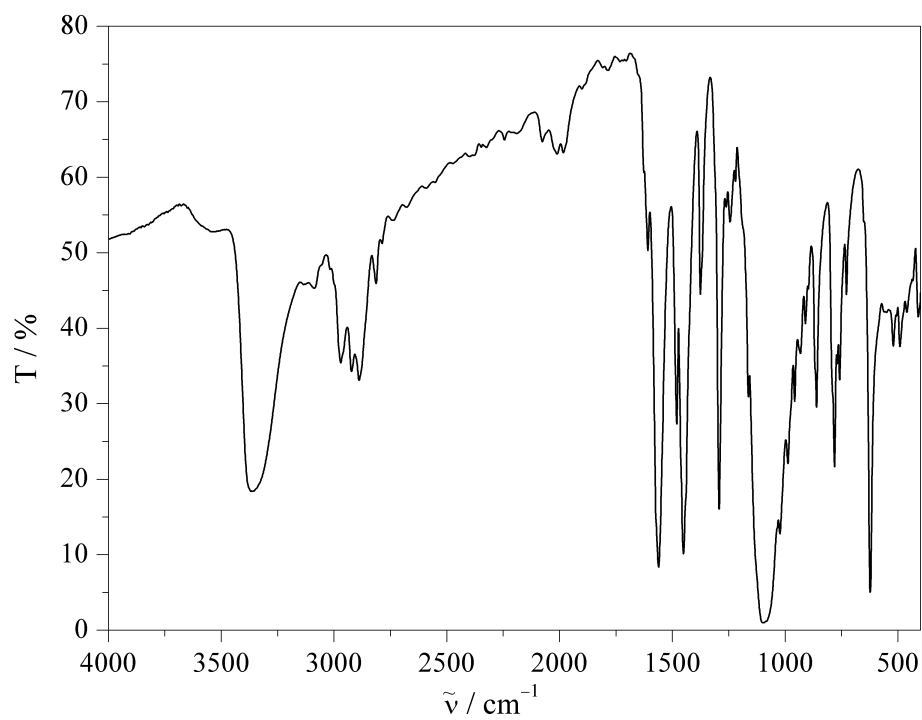


Abbildung A.219.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (25a).

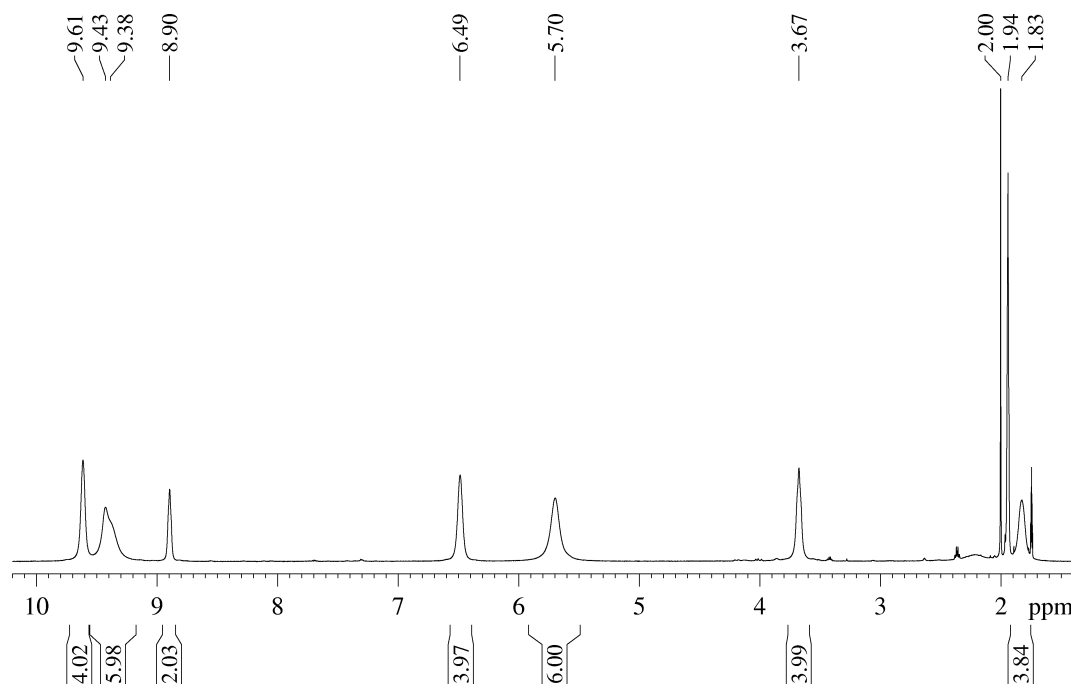


Abbildung A.220.: ¹H-NMR-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (**25a**) in CD_3CN (600 MHz).

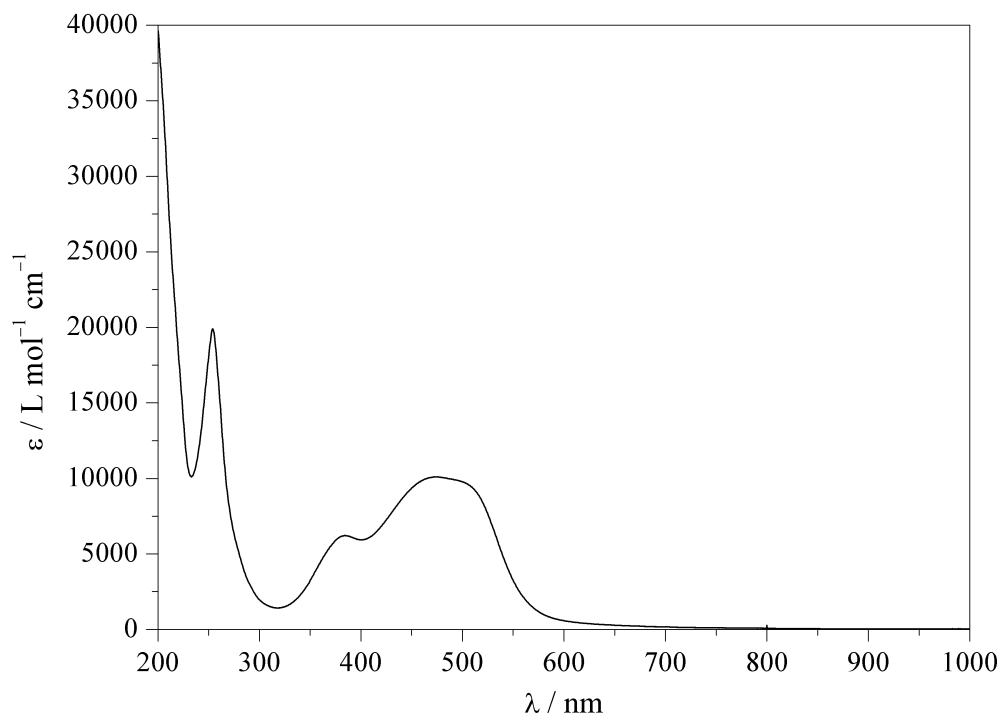


Abbildung A.221.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)]^{2+}$ (**25**) in Acetonitril.

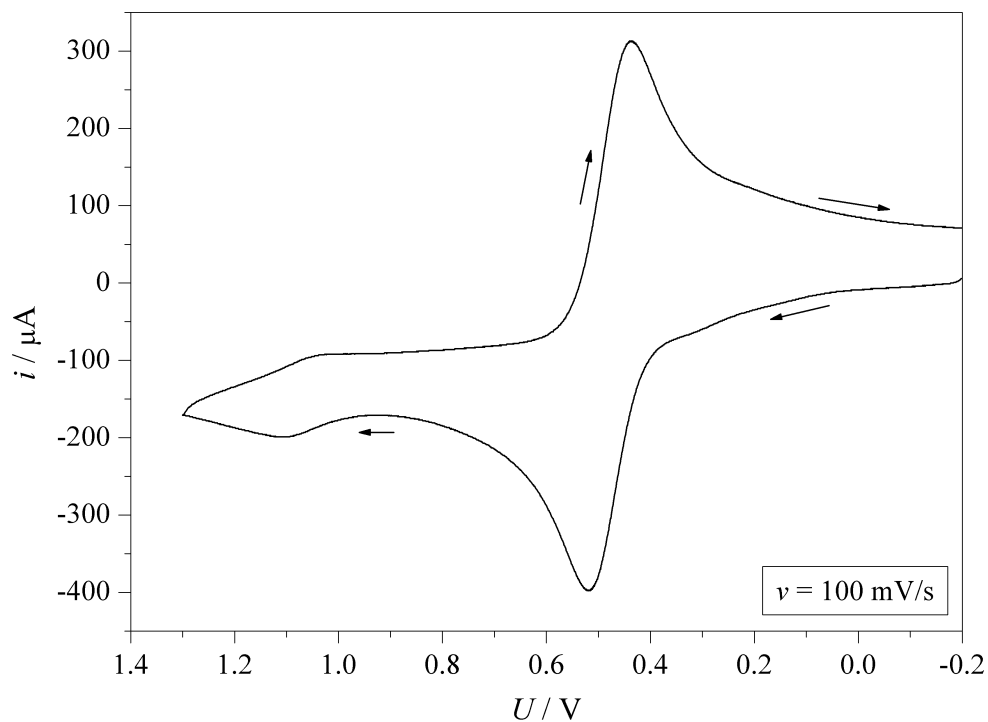


Abbildung A.222.: Cyclovoltammogramm der Oxidationen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (25a) in 0.2 M TBAP / MeCN.

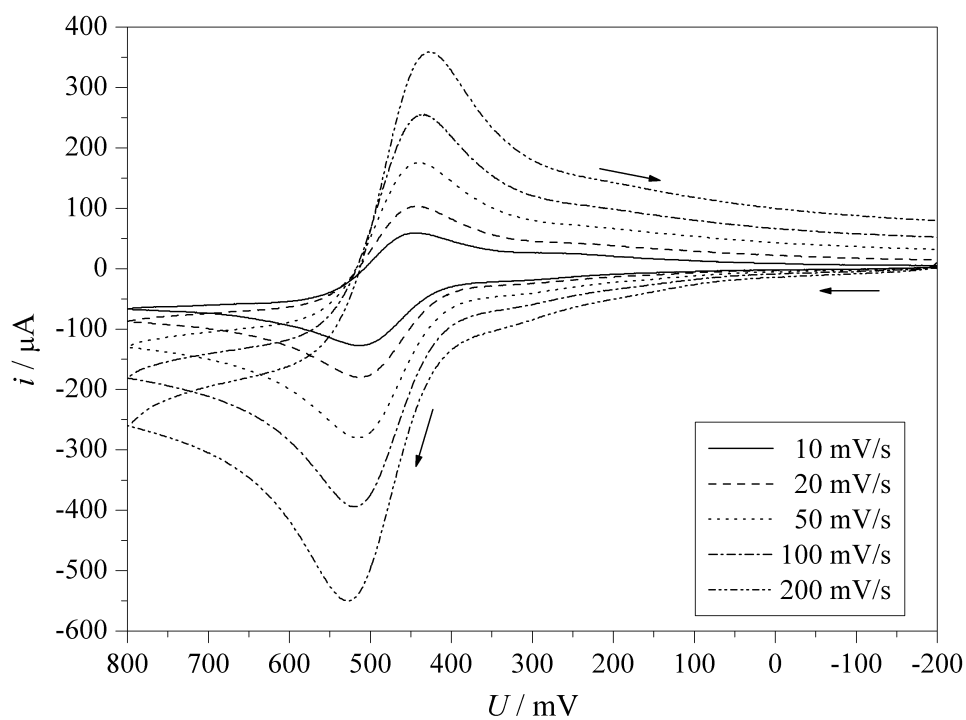


Abbildung A.223.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (25a) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

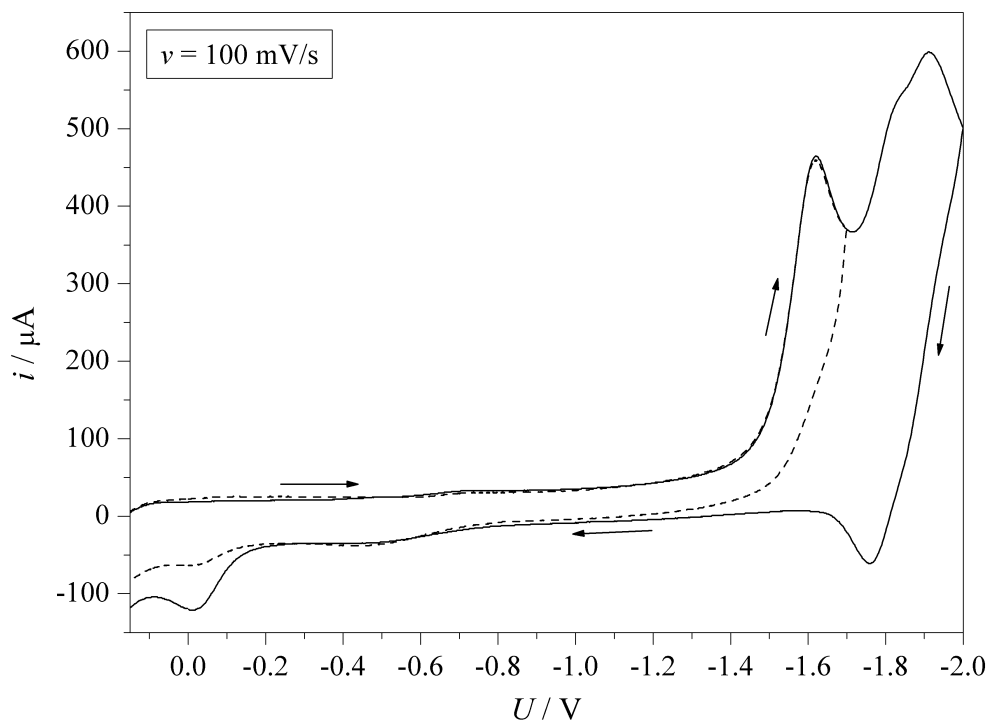


Abbildung A.224.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (**25a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

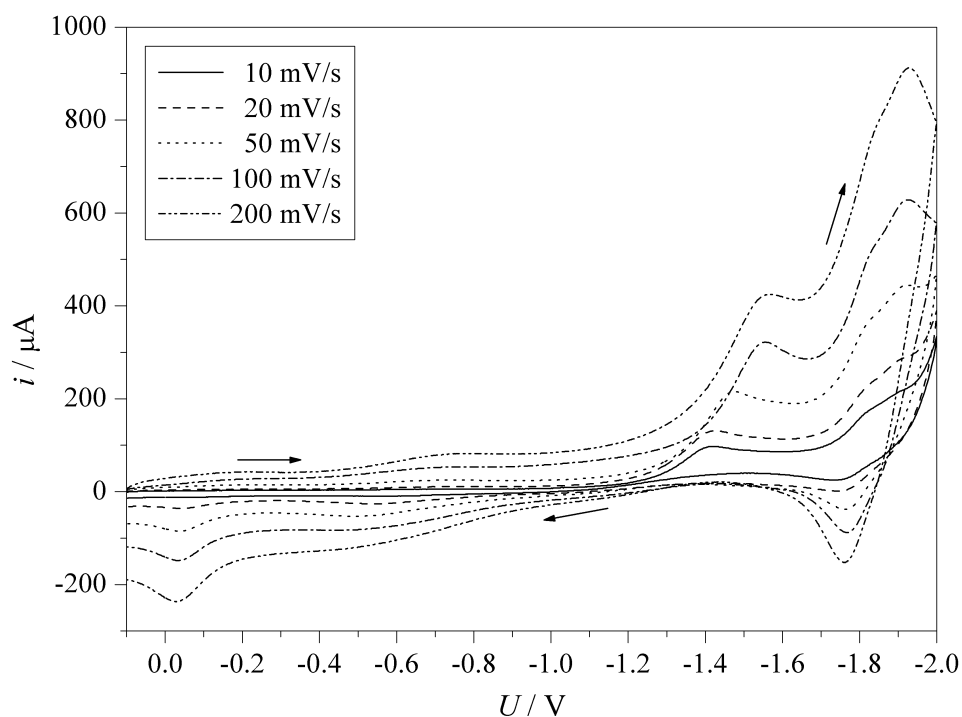


Abbildung A.225.: Cyclovoltammogramme der Reduktionen 1 & 2 von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{biminH}_2)](\text{ClO}_4)_2$ (**25a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

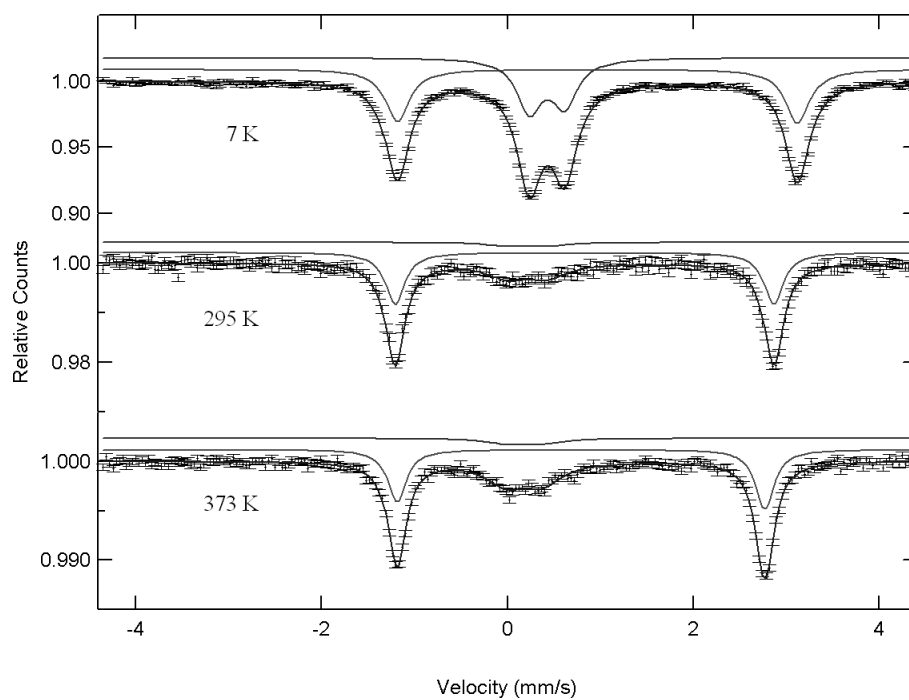
A.30. $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})]^{2+}$ (**26**)

Abbildung A.226.: Mößbauer-Spektren von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) bei verschiedenen Temperaturen.

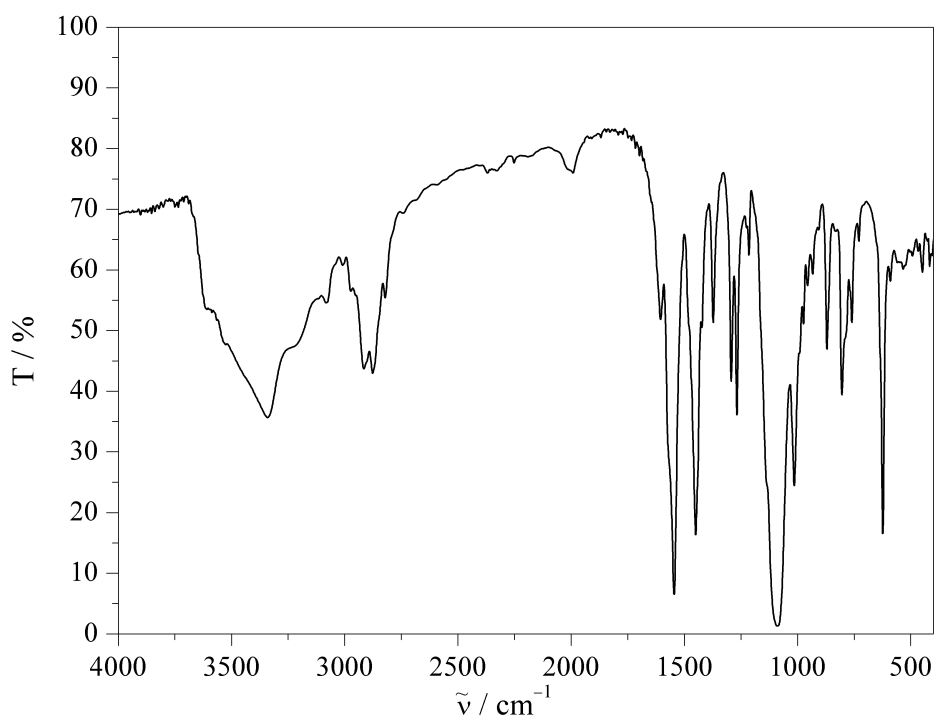


Abbildung A.227.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**).

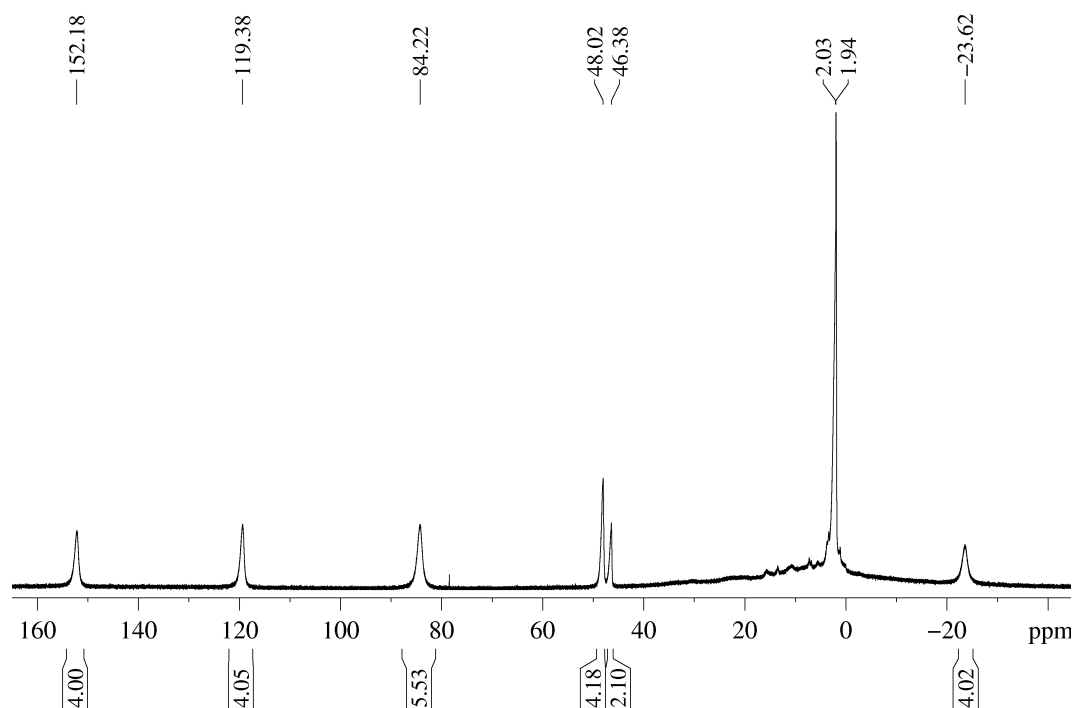


Abbildung A.228.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\{\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) in CD_3CN (600 MHz).

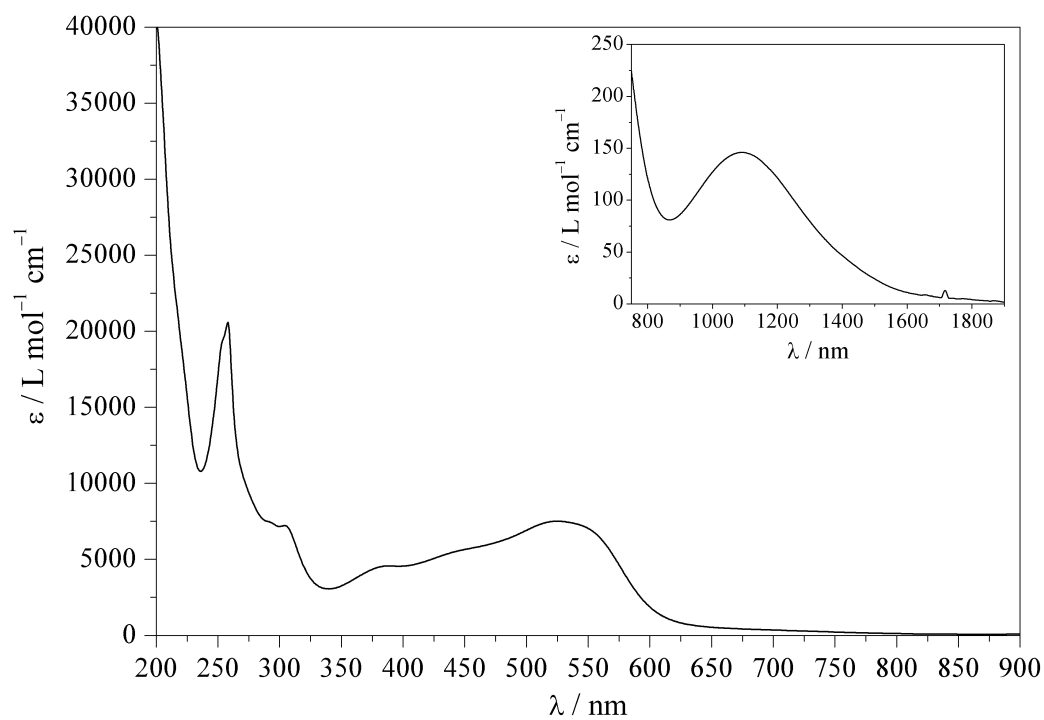


Abbildung A.229.: UV/Vis-Spektrum von $[\{\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})]^{2+}$ (**26**) in Acetonitril.

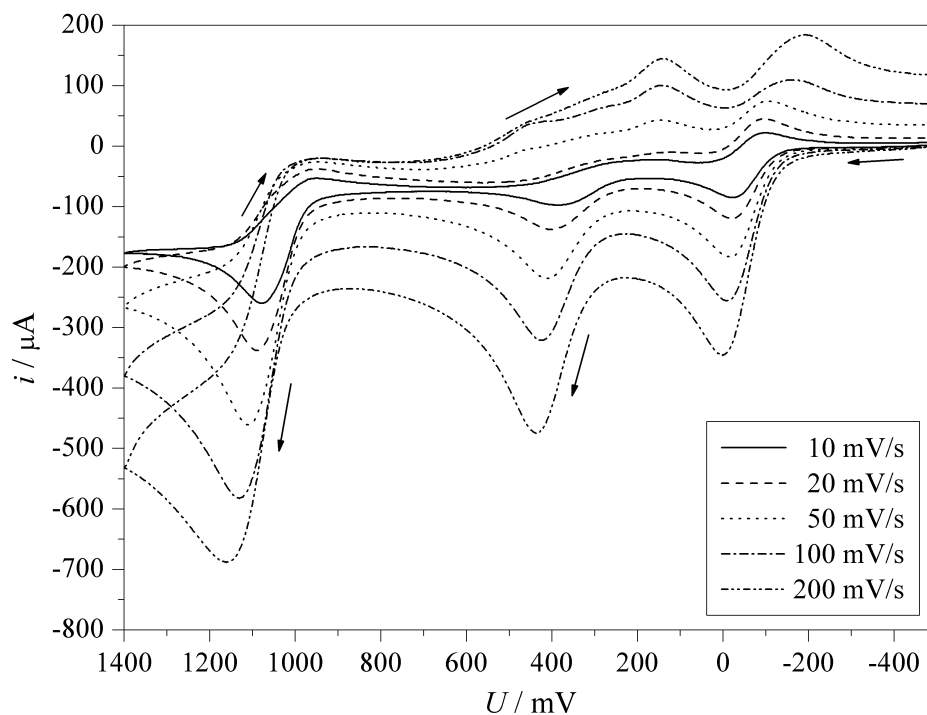


Abbildung A.230.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1, 2 & 3 von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

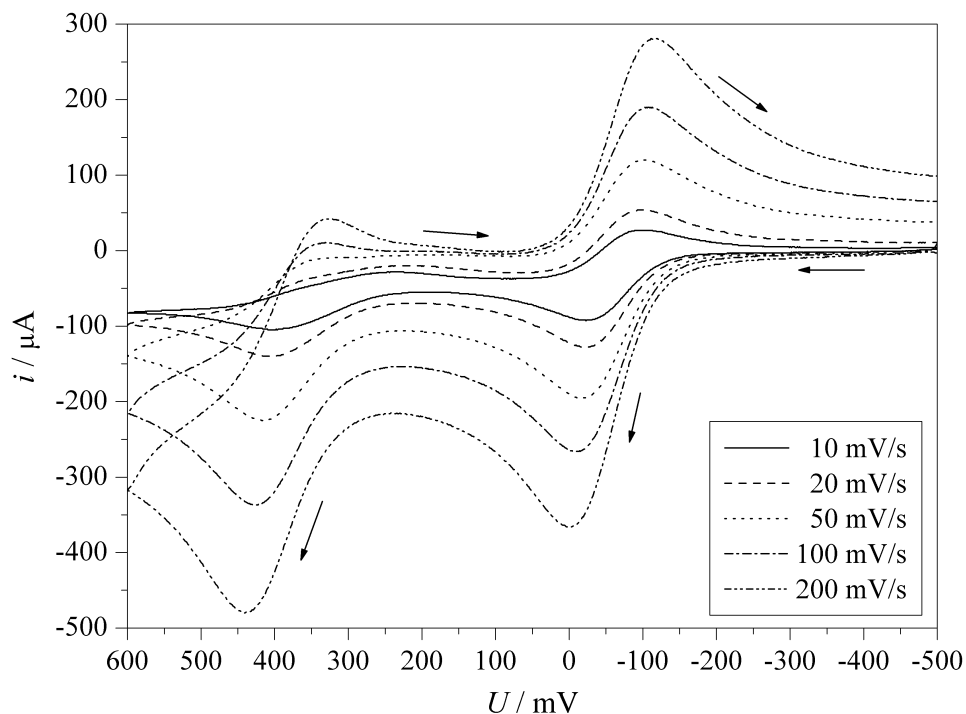


Abbildung A.231.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

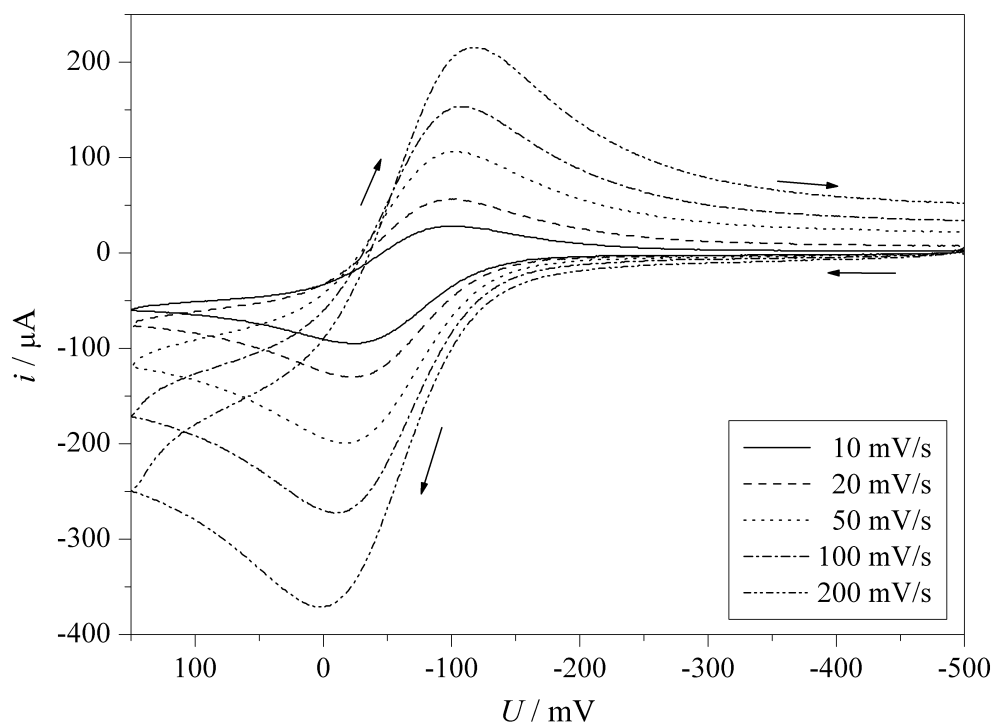


Abbildung A.232.: Cyclovoltammogramme der Oxidation 1 von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

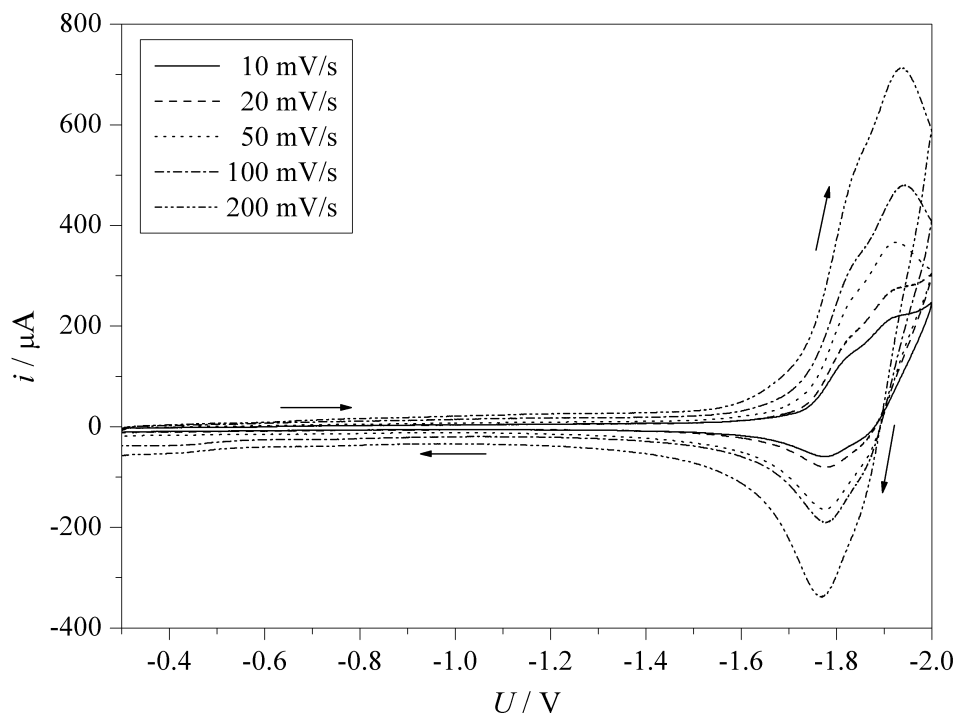


Abbildung A.233.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (**26a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

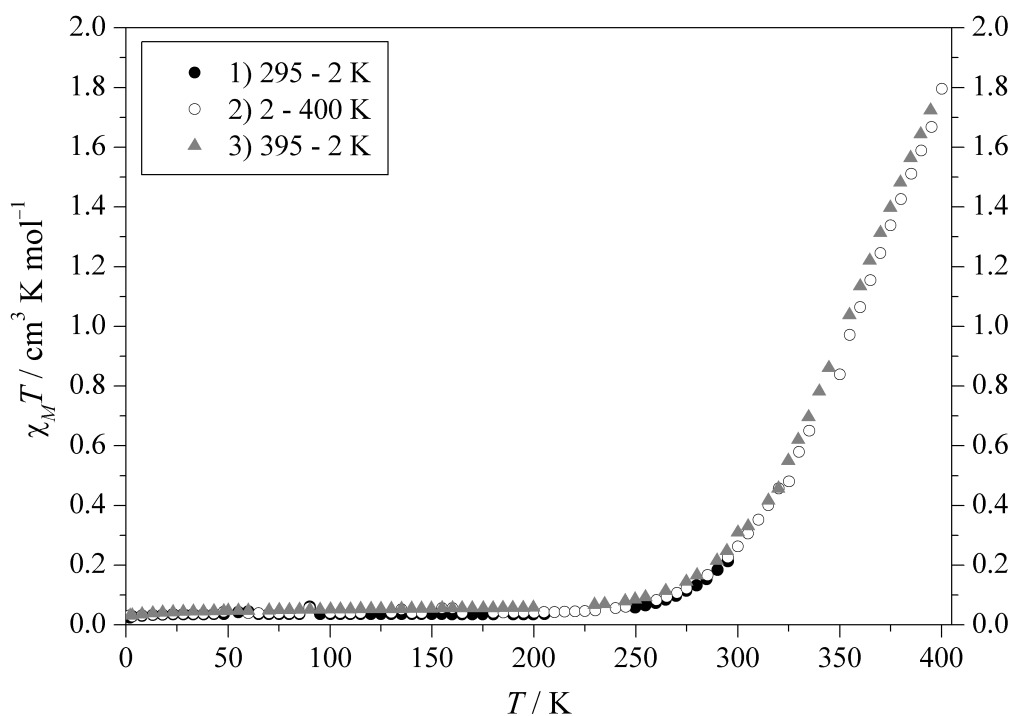
A.31. $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) [127]

Abbildung A.234.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) ($H = 500$ (●, ○) bzw. 1000 Oe (▲)) [127].

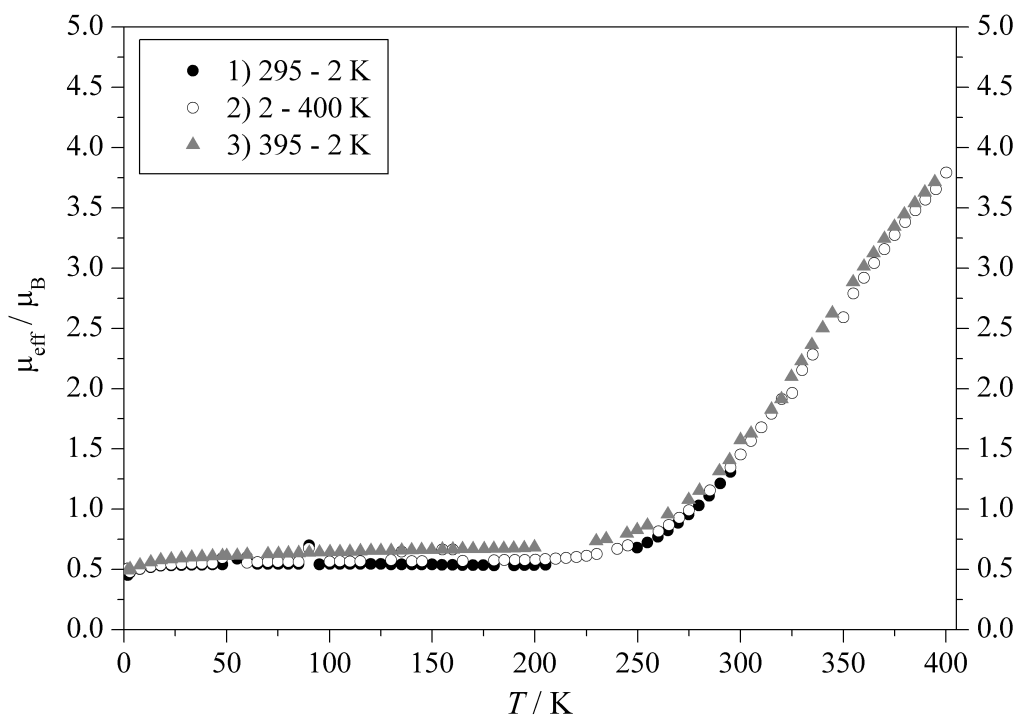


Abbildung A.235.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) ($H = 500$ (●, ○) bzw. 1000 Oe (▲)) [127].

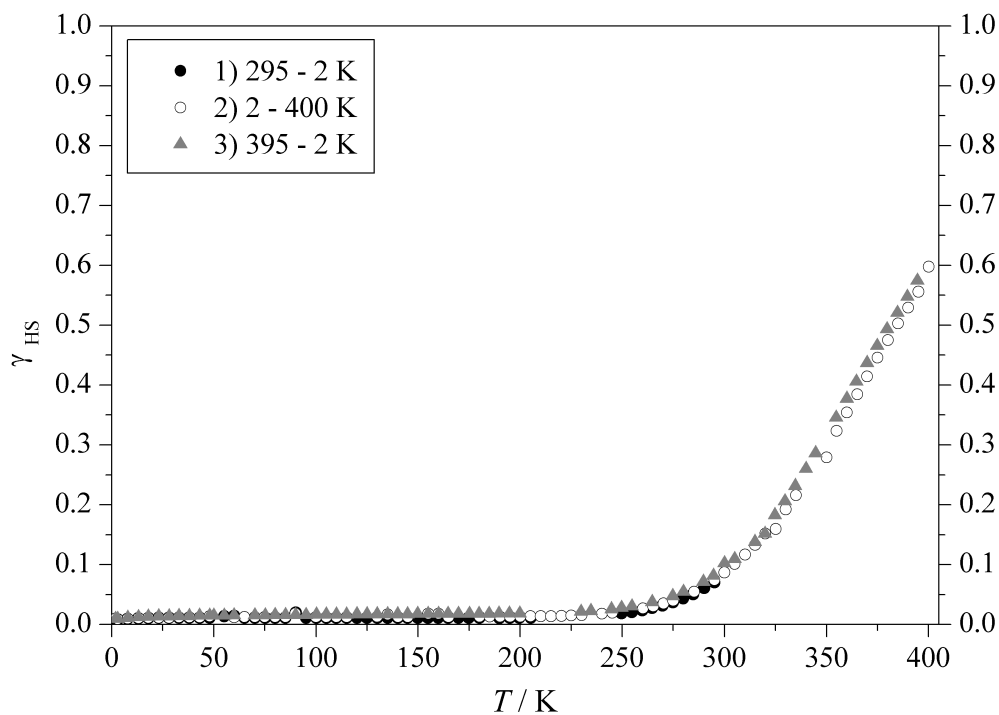


Abbildung A.236.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von γ_{HS} für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) ($H = 500$ (●, ○) bzw. 1000 Oe (▲)) (berechnet mit $(\chi_M T)_{HS} = 3.00 \text{ cm}^3 \cdot \text{K} \cdot \text{mol}^{-1}$ und $(\chi_M T)_{LS} = 0.0025 \text{ cm}^3 \cdot \text{K} \cdot \text{mol}^{-1}$)^[127].

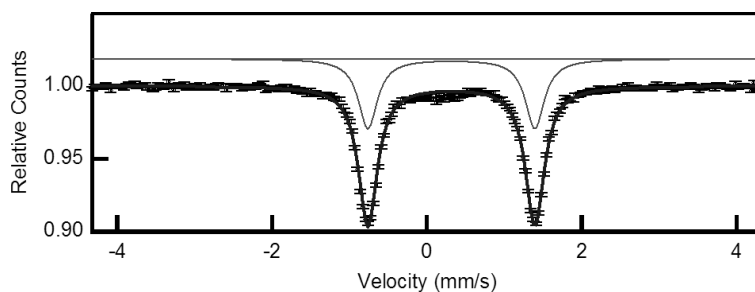


Abbildung A.237.: Mössbauer-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) bei 130 K^[127].

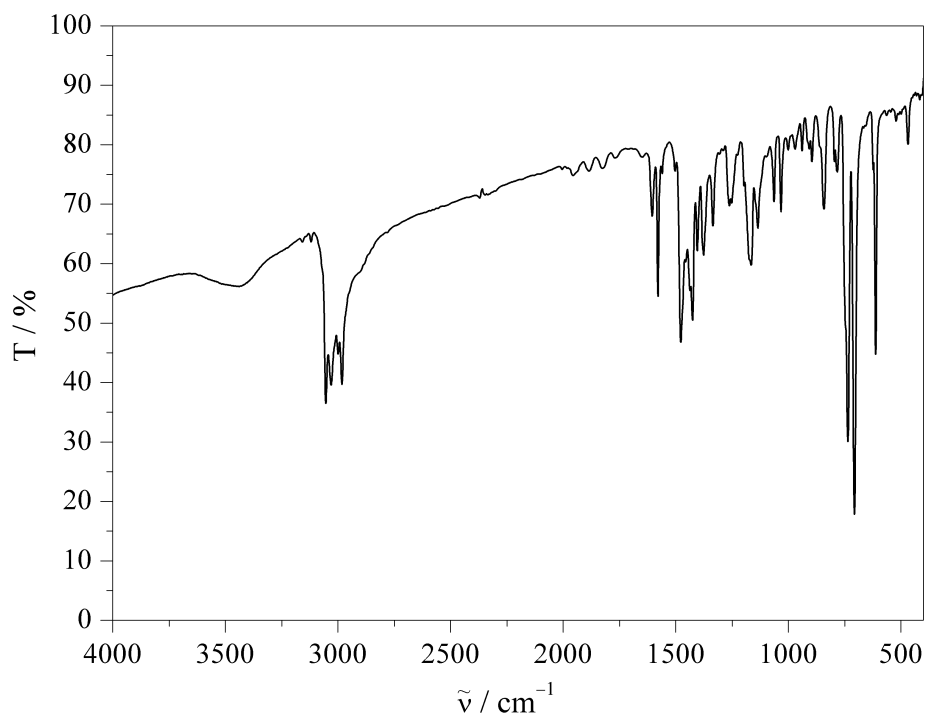


Abbildung A.238.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**)^[127].

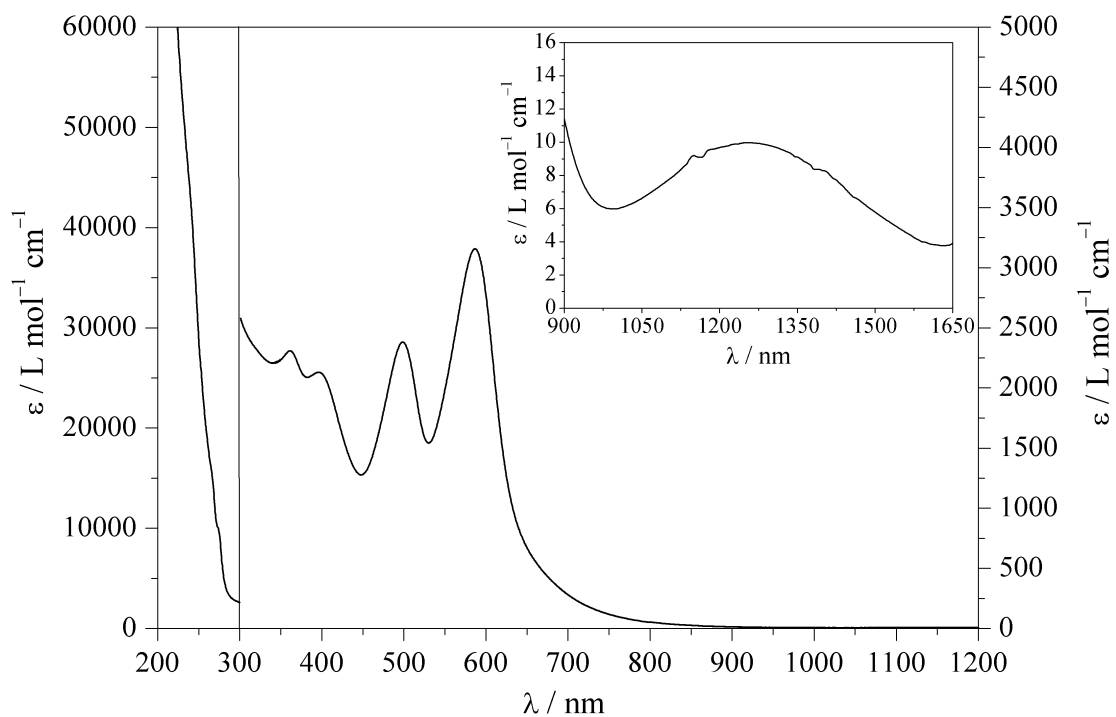


Abbildung A.239.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})]^{2+}$ (**27**) in Acetonitril^[127].

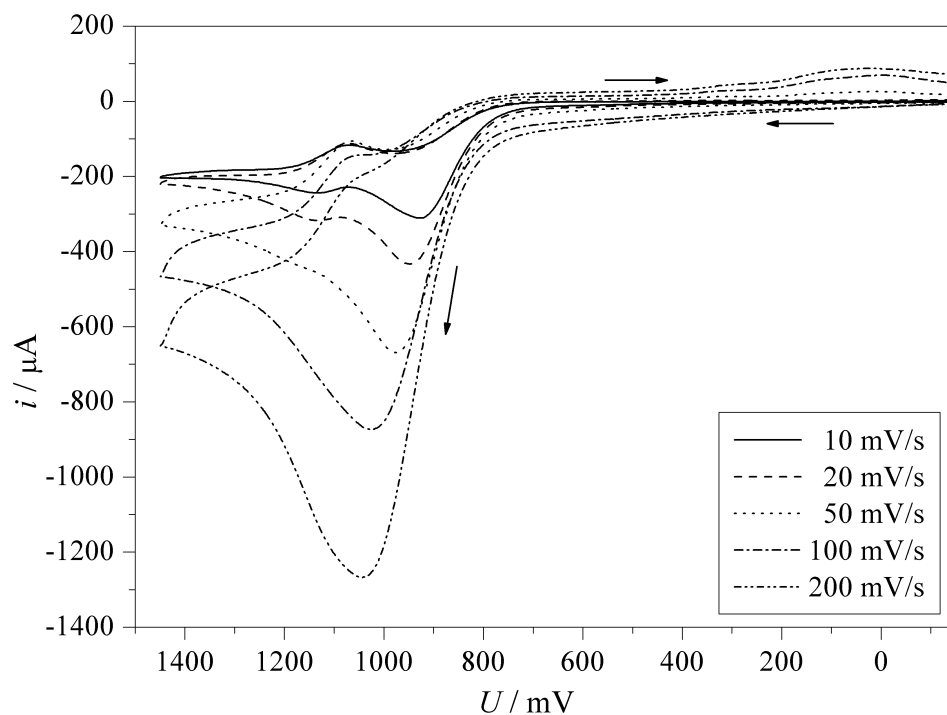


Abbildung A.240.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen von $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten ^[127].

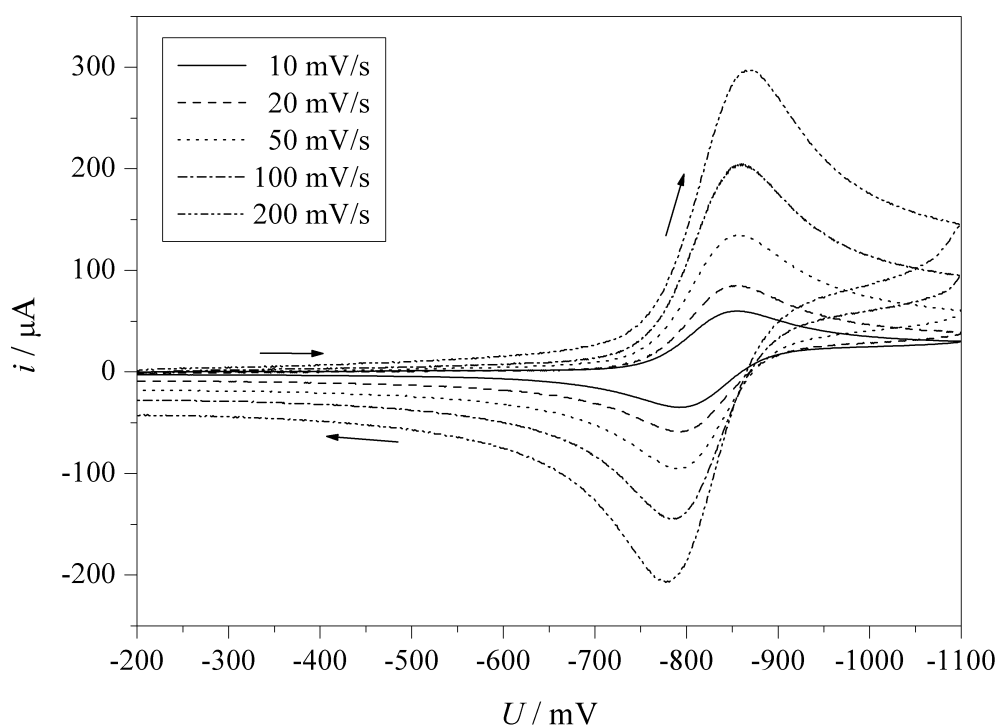


Abbildung A.241.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (**27**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten ^[127].

A.32. $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$ (28**) und
 $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (**29**)**

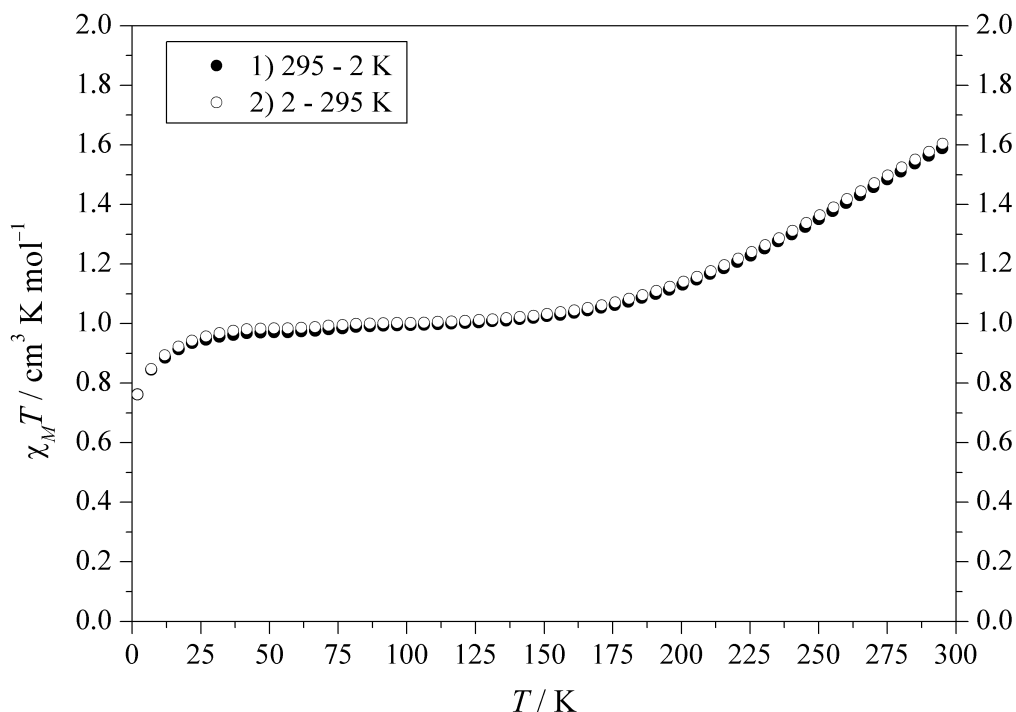


Abbildung A.242.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für
 $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$ (**28**) und $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (**29**)
(77 : 23) ($H = 1000$ Oe).

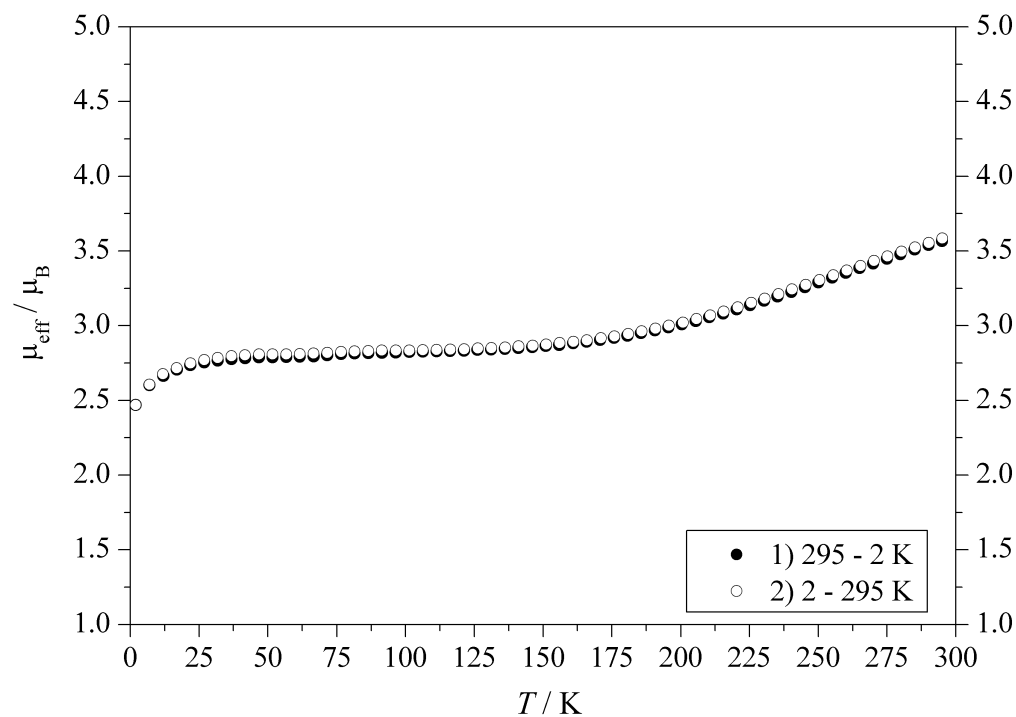


Abbildung A.243.: SQUID-Messung: Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für
 $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$ (**28**) und $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (**29**)
(77 : 23) ($H = 1000$ Oe).

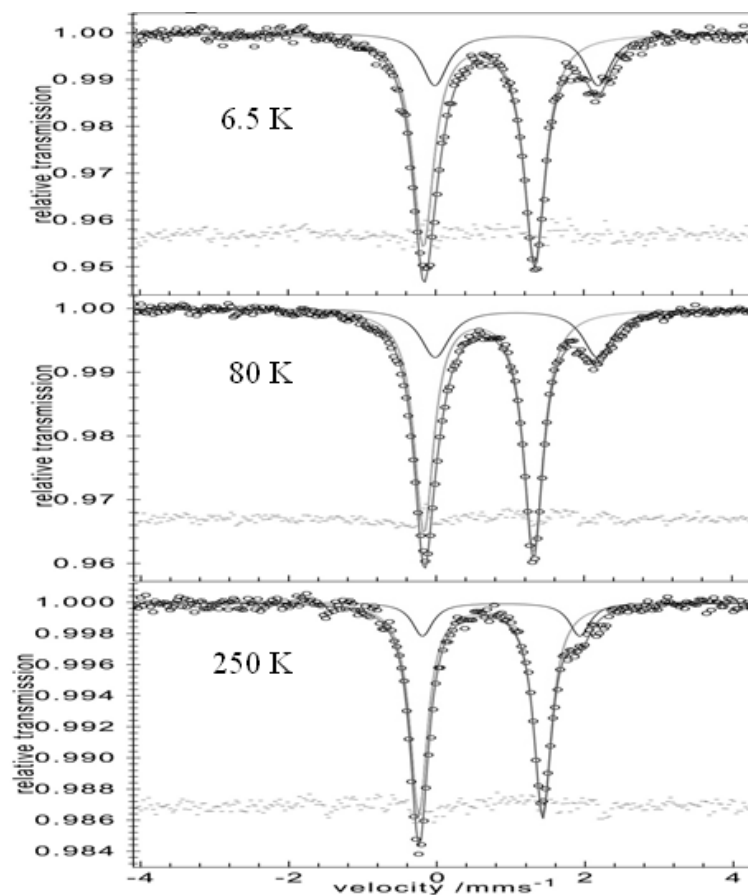


Abbildung A.244.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{red}})](\text{BPh}_4)$ (**28**) und $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (**29**) (77 : 23) bei verschiedenen Temperaturen.

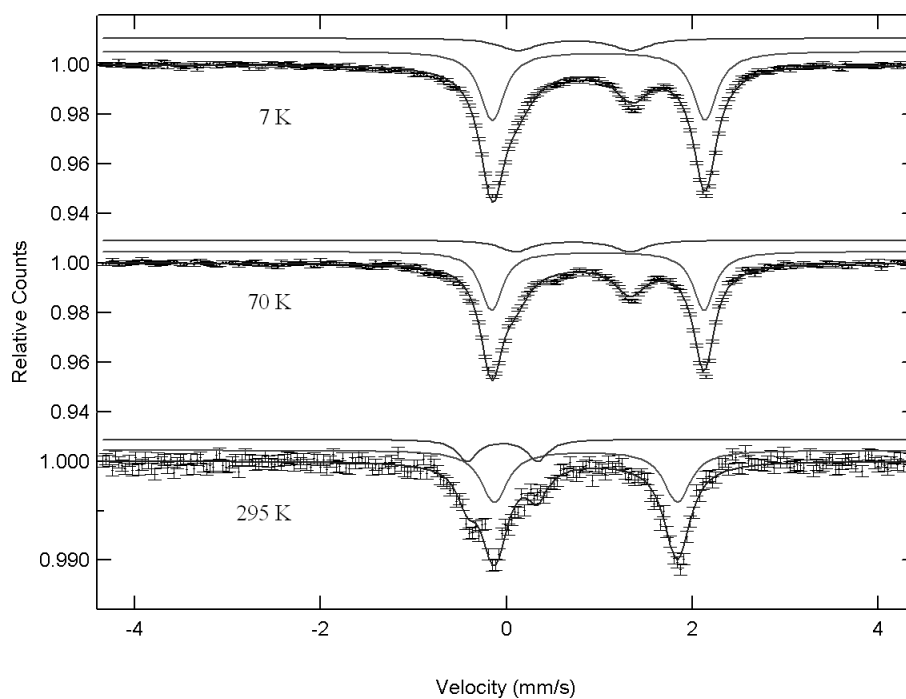


Abbildung A.245.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (**29**) mit einem Nebenprodukt (72 : 28) bei verschiedenen Temperaturen.

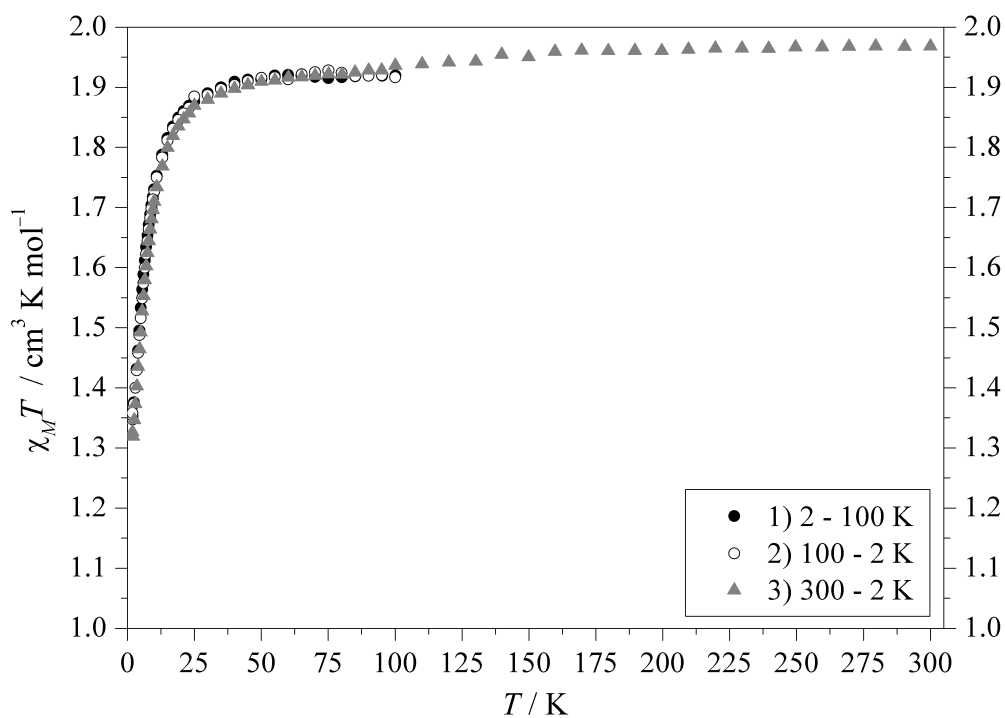
A.33. $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})]^+$ (**30**)

Abbildung A.246.: SQUID-Messung; Temperaturabhängigkeit von $\chi_M T$ für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) ($H = 500$ (●, ○) bzw. 1000 Oe (▲)).

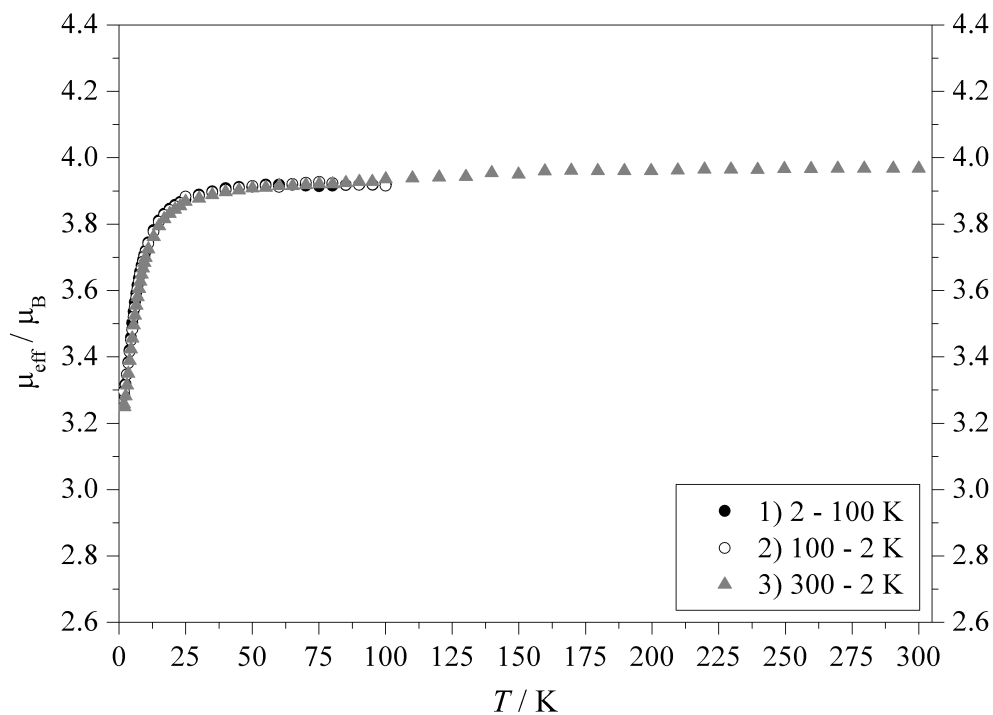


Abbildung A.247.: SQUID-Messung; Temperaturabhängigkeit von μ_{eff} für $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) ($H = 500$ (●, ○) bzw. 1000 Oe (▲)).

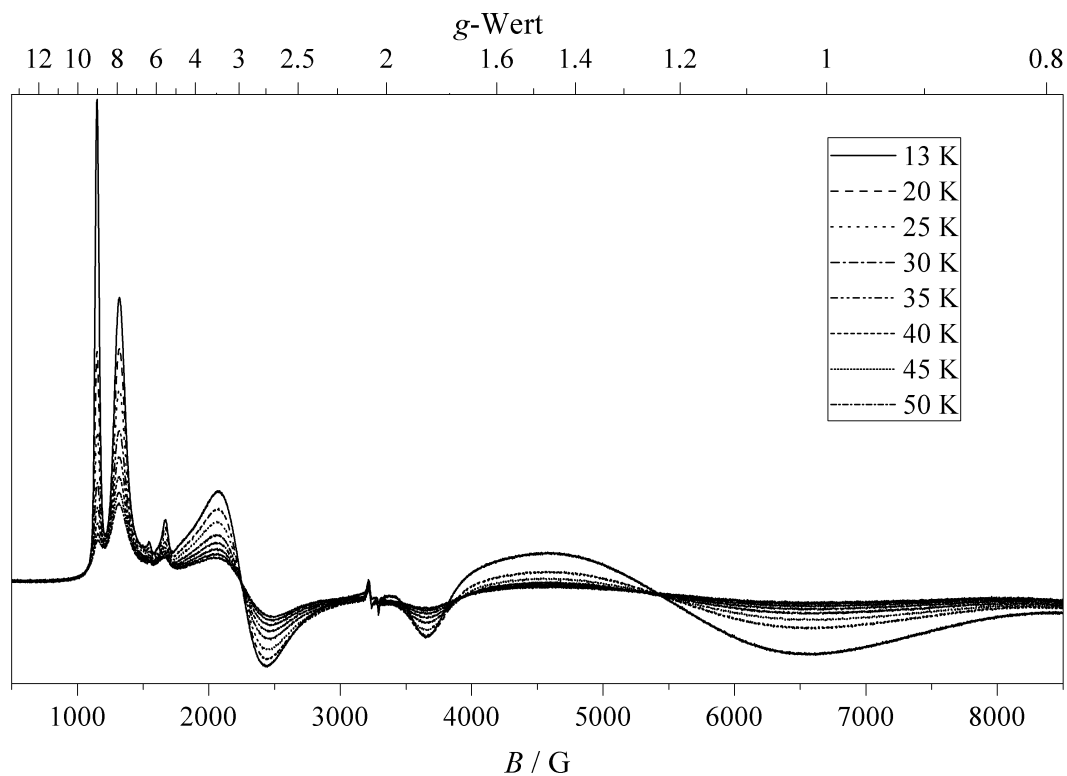


Abbildung A.248.: X-Band-ESR-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)$ (**30a**) in gefrorener Lösung (ca. 4 mM in 0.2 M TBAP/DMF) bei verschiedenen Temperaturen (experimentelle Bedingungen: Mikrowellenfrequenz 9.38 GHz; Modulationsamplitude 10 G; Power 6.4 mW).

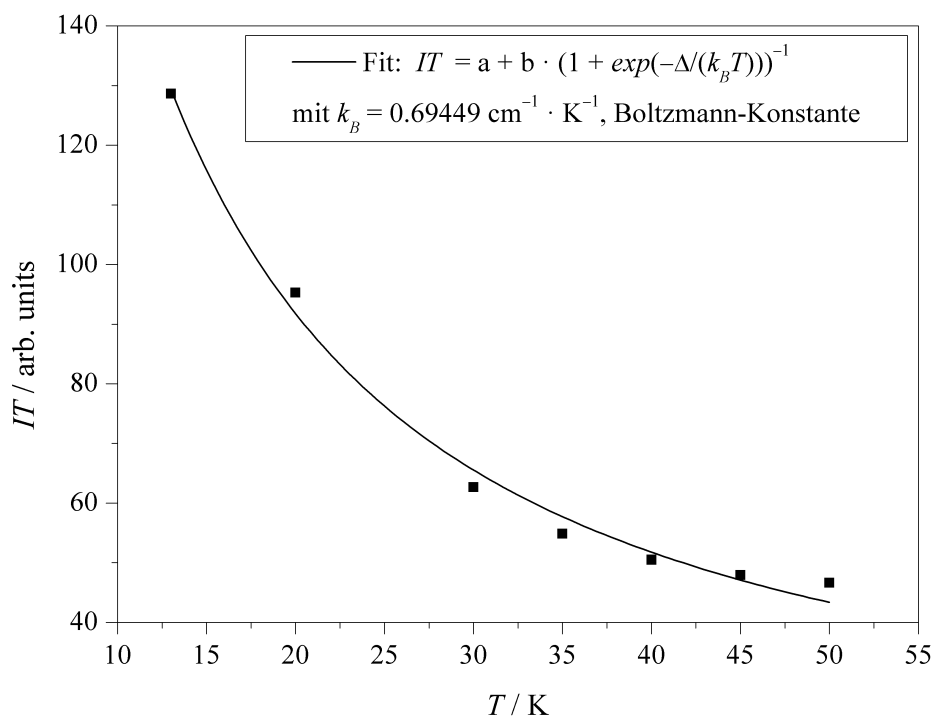


Abbildung A.249.: ESR-Messung: Temperaturabhängigkeit des Produkts IT ; Fitparameter: $a = -224 \pm 101$, $b = 467 \pm 213$, $\Delta = 10.3 \pm 6.3 \text{ cm}^{-1}$.

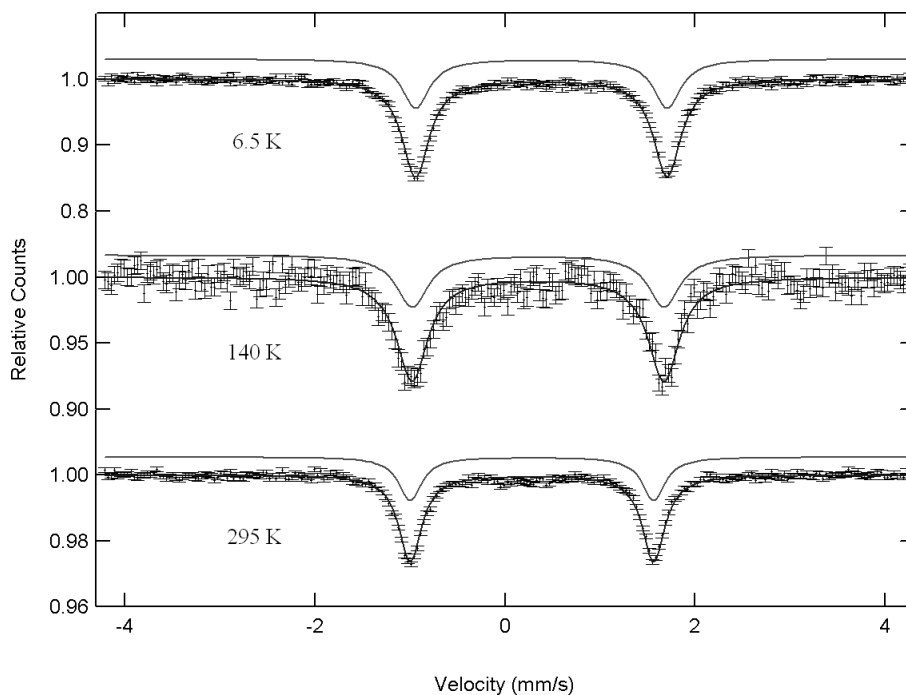


Abbildung A.250.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) bei verschiedenen Temperaturen.

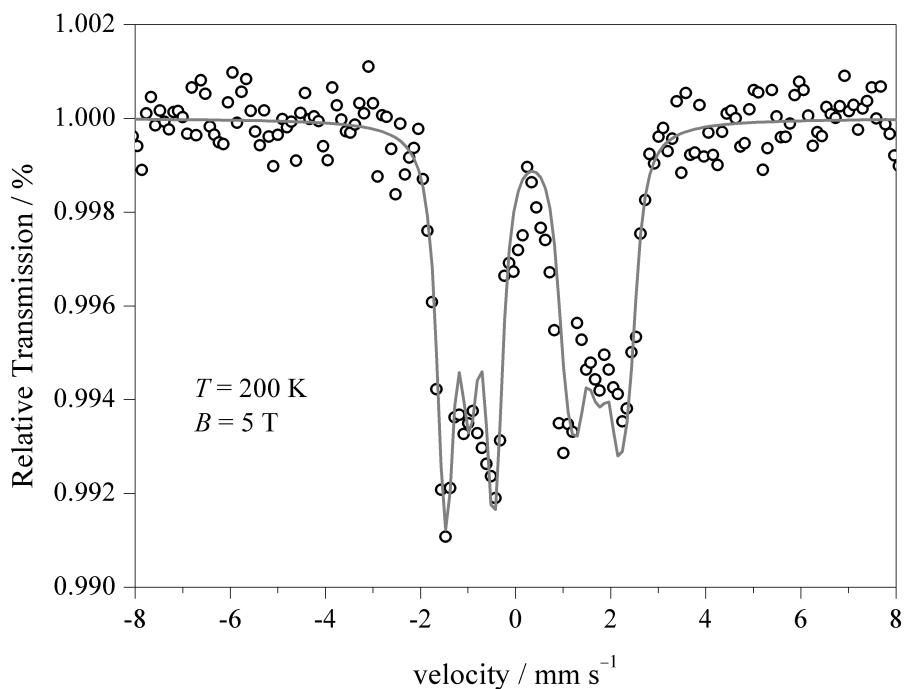


Abbildung A.251.: Mößbauer-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) bei 200 K in einem Feld von 5 T.

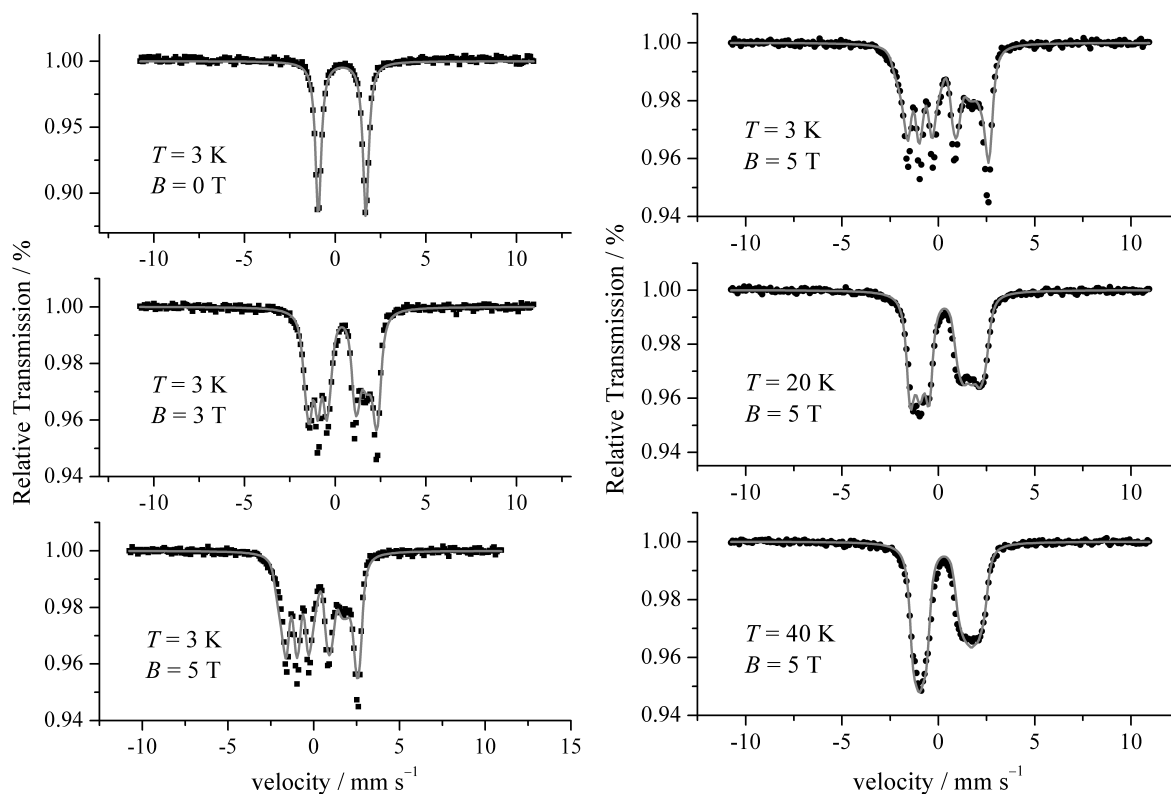


Abbildung A.252.: Mößbauer-Spektren von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) bei verschiedenen Temperaturen T und verschiedenen Werten für die magnetische Flussdichte B ; die Linien entsprechen Spin-Hamilton-Simulationen für ein $S = \frac{3}{2}$ Spinsystem mit $D = -5.8 \text{ cm}^{-1}$, $E/D = 0.2$, $\tilde{g} = (2.0, 2.0, 2.0)$, $\tilde{A}/\mu_N g_N = (-30.5, -12.1, 1.3) \text{ T}$, $\delta_{\text{IS}} = 0.38 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $\Delta E_{\text{Q}} = 2.66 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $\eta = 0.6$, $\Gamma = 0.35 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ und Euler-Winkeln von $\alpha = 70^\circ$, $\beta = 0^\circ$, $\gamma = 14^\circ$.

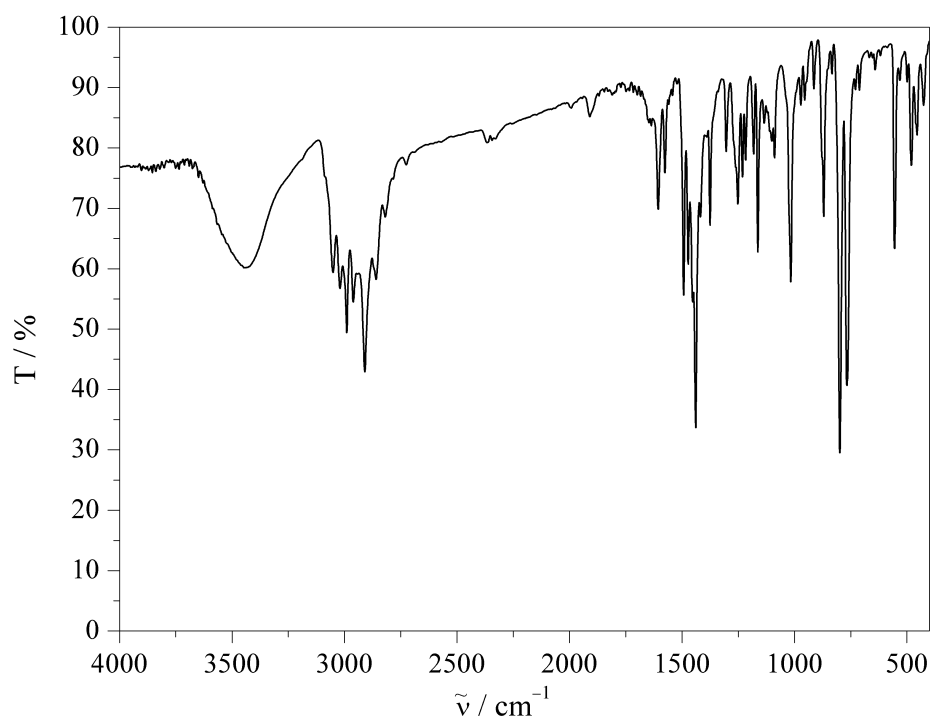


Abbildung A.253.: IR-Spektrum (KBr-Pressling) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)$ (**30a**).

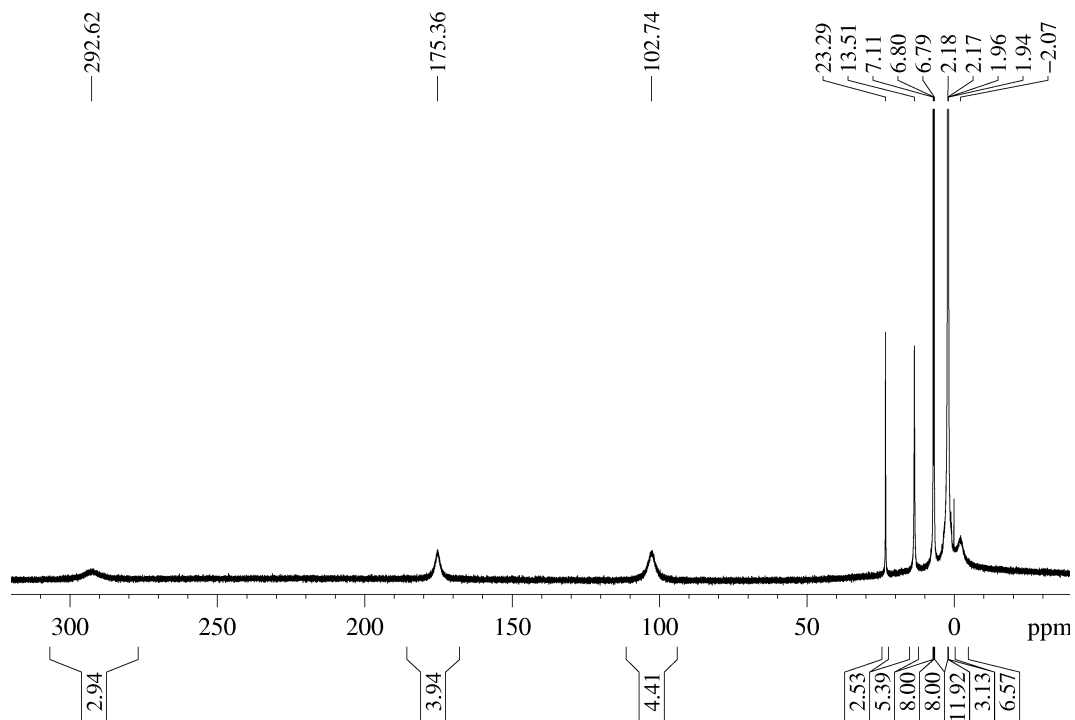


Abbildung A.254.: ^1H -NMR-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) in CD_3CN (400 MHz).

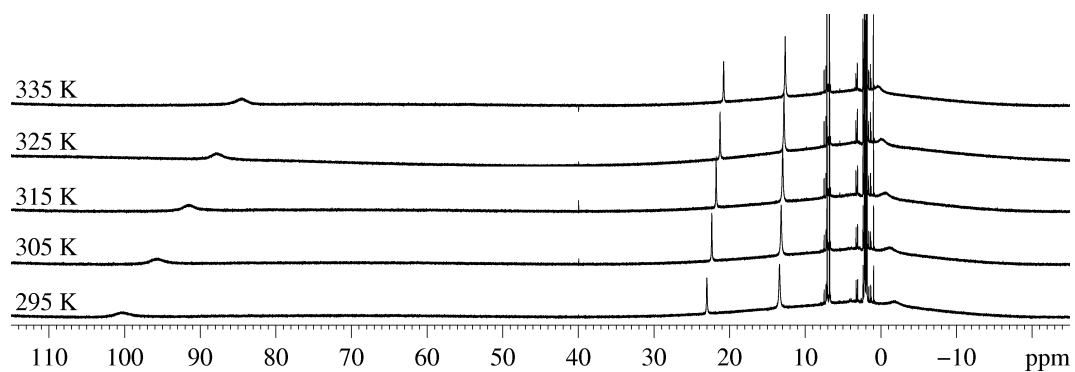


Abbildung A.255.: ^1H -NMR-Spektren (NMR-Evans) von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4) \cdot \text{MeCN}$ (**30b**) in CD_3CN bei verschiedenen Temperaturen (600 MHz).

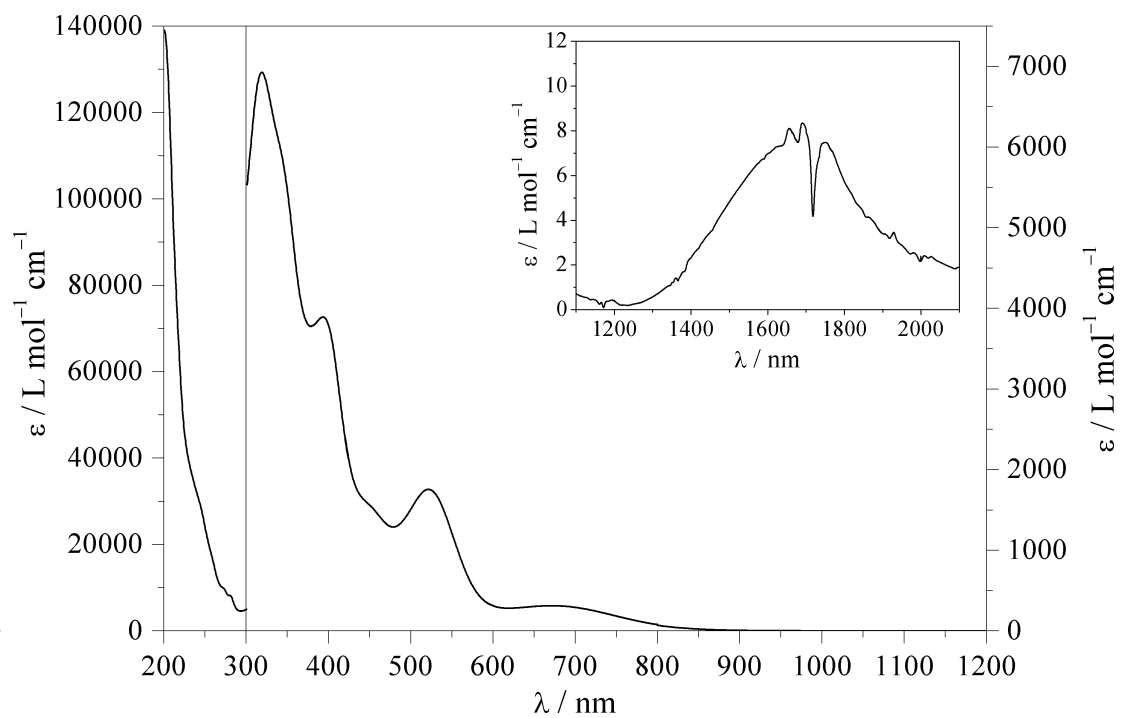


Abbildung A.256.: UV/Vis-Spektrum von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})]^+$ (**30**) in Acetonitril.

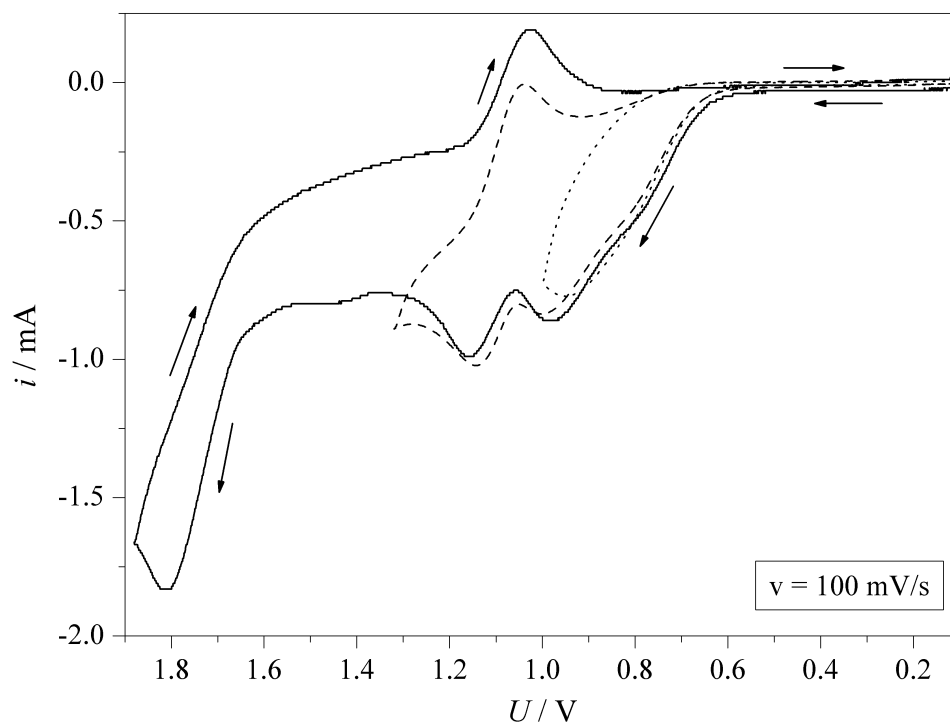


Abbildung A.257.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)$ (**30a**) in 0.2 M TBAP / MeCN.

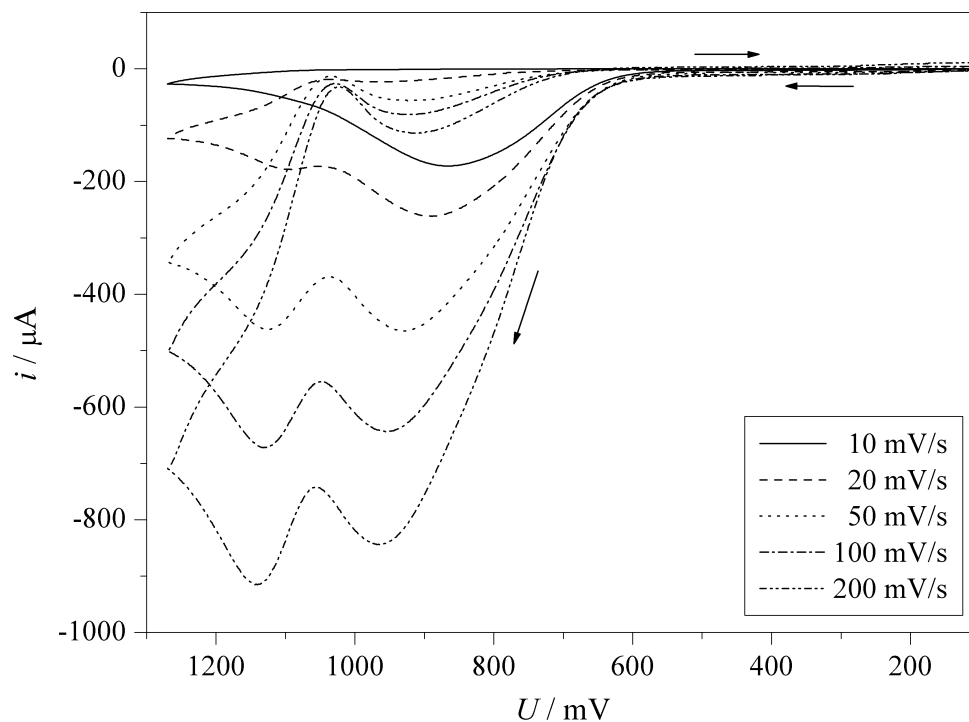


Abbildung A.258.: Cyclovoltammogramme der Oxidationen 1 & 2 von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)$ (**30a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

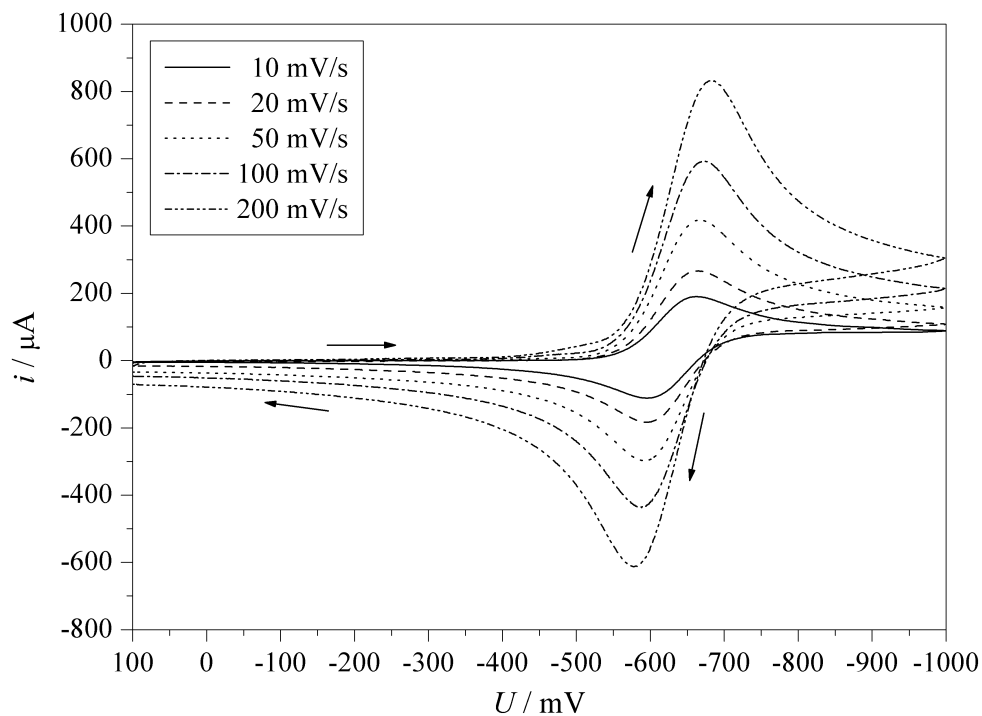


Abbildung A.259.: Cyclovoltammogramme der Reduktion von $[\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(\text{edt})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)$ (**30a**) in 0.2 M TBAP / MeCN bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten.

A.34. Kristallstrukturen

Komplex	Strukturnummer (Messtemperatur)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(CN) ₂] · 1.5 MeCN (1a)	0867o (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(bipy)](PF ₆) ₂ (2a)	08129o (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(en)](BPh ₄) ₂ (3a)	08108o (150 K), 08109o (293 K), 08110o (373 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(ampy)](ClO ₄) ₂ (4a)	08171o (150 K), 08176o (293 K), 08177o (373 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(o-ph)](ClO ₄) ₂ (5a)	0826 (193 K), 08194o (293 K), 08195o (373 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(1,2-dap)](B(p-Tol) ₄) ₂ · 3 MeCN (6c)	11068ocu (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(1,3-dap)] ²⁺ (7)	
[Co(L-N ₄ Me ₂)(1,3-dap)](BPh ₄) ₂ · MeCN (7b)	08211o (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(1,3-dap)](B(p-Tol) ₄) ₂ · 1.5 MeCN (7d)	11182ocu (150 K), 11184ocusq (400 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(NCMe) ₂](ClO ₄) ₂ (8a)	08143o (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(pyc)](ClO ₄) ₂ (9a)	0883o (150 K)
[Co(L-N ₄ Me ₂)(NCS) ₂] (10)	0884ob (150 K)
[{Co(L-N ₄ Me ₂) ₂ (μ-BiBzIm)](ClO ₄) ₂ · 2 MeCN (11b)	10044o (108 K), 10043o (150 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(CN) ₂] · EtOH (12a)	08112o (150 K), 08113o (293 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bipy)](BPh ₄) ₂ (13a)	
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bipy)](BPh ₄) ₂ · MeCN · 0.6 Et ₂ O (13b)	08160o (150 K), 08161o (293 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bipy)](BPh ₄) ₂ · 2 EtCN (13c)	08175o (150 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ampy)](ClO ₄) ₂ · 0.5 MeCN (14b)	0823 (193 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCMe) ₂](BPh ₄) ₂ · MeCN (15b)	0944c (150 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(pyc)](BPh ₄) ₂ · EtCN (16b)	08204o (150 K), 10009o (293 K), 11147ocu (373 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCSe) ₂] (17)	09164ocu (110 K), 0907 (193 K), 0911 (293 K), 0958o (373 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂] (18)	hjk1002 (30 K), 0915o (110 K), 0901 (293 K), 10183ocu (450 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(ox)] (19)	10181o (110 K), 10177o (150 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)Cl ₂] · MeCN (20a)	11059ocu (150 K)
[Co(L-N ₄ ^t Bu ₂)(NCS) ₂](BF ₄) ₂ · EtCN (21b)	0964ocu (150 K)
[Fe(L-N ₄ Me ₂)(Spy)](ClO ₄) ₂ (23a)	08199o (150 K), 08205o (373 K)
[Fe(L-N ₄ Me ₂)(BzImCOO)] · 2 EtOH (24a)	08167o (150 K)
[Fe(L-N ₄ Me ₂)(biminH ₂)](ClO ₄) ₂ (25a)	10214ocu (150 K)
[{Fe(L-N ₄ Me ₂) ₂ (μ-bimin)](ClO ₄) ₂ (26a)	0994o (110 K), 0992o (150 K)
[Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi)](BPh ₄) ₂ (27) ^[127]	0748o (150 K), 0703 (293 K)
[Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{red})](BPh ₄) ₂ (28)	11042ocu (110 K)
[Fe(L-N ₄ ^t Bu ₂)(bmi _{dep})](BPh ₄) ₂ (29)	11227ocu (150 K)
[Fe(L-N ₄ Me ₂)(edt)](B(p-Tol) ₄) ₂ · MeCN (30b)	0983o (110 K), 0979oa (150 K), 0981o (295 K)

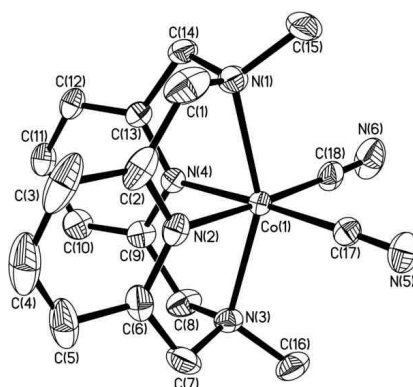
Im Folgenden sind die Aufnahme- und Verfeinerungsparameter der im Rahmen dieser Arbeit gezeigten Kristallstrukturen aufgelistet. Die vollständigen Daten sind dem beigefügten Datenträger zu entnehmen. Die folgenden Definitionen gelten für alle Kristallstrukturen:

$$wR_2 = \sqrt{\frac{\sum [w(F_o^2 - F_c^2)^2]}{\sum [w(F_o^2)^2]}} \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} \quad GooF = \sqrt{\frac{\sum [w(F_o^2 - F_c^2)]}{(n - p)}}$$

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

Verfeinerung nach F² mit ALLEN Reflexen. Die gewichteten R-Werte wR₂ und alle GooF's basieren auf F². Die konventionellen R-Werte R₁ basieren auf F, wobei F für negative F² gleich Null gesetzt wird. Das Ablehnungskriterium F² > 2σ(F²) wird nur zum Berechnen von R(obs) etc. verwendet. Zur Verfeinerung wurden alle Reflexe herangezogen. Grundsätzlich gilt: Auf F² bezogene R-Werte sind statistisch etwa doppelt so groß wie die auf F basierenden. Auf ALLE Reflexe bezogene R-Werte sind noch größer.

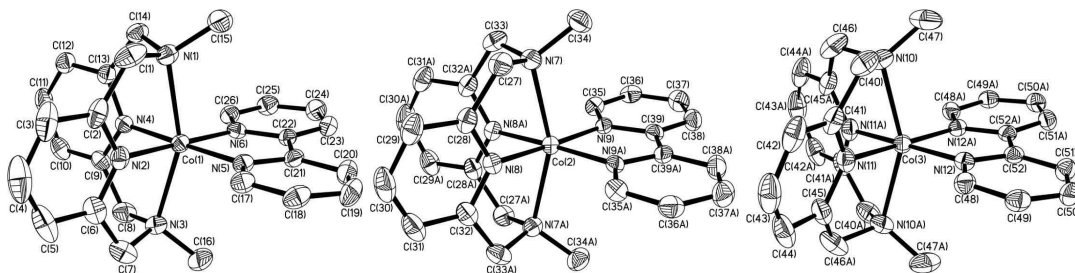
Einzelheiten können dem Handbuch für das Verfeinerungsprogramm SHELXL entnommen werden.

A.34.1. [Co(L-N₄Me₂)(CN)₂] · 1.5 MeCN (1a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0867o.

Summenformel	C ₂₁ H ₂₄ CoN _{7.5}
Molmasse	440.91
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /n
Zelldimensionen	$a = 9.5421(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.6912(3)$ Å $\beta = 96.842(2)^\circ$ $c = 13.2851(2)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2101.50(7) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.394 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.840 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.31 x 0.21 x 0.15 mm
Gemessener θ -Bereich	2.44 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	17100
Unabhängige Reflexe	6060 (Rint = 0.0324)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8843 und 0.7807
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	6060 / 0 / 312
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0621, wR2 = 0.1354
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0778, wR2 = 0.1394
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.000\text{P})^2 + 6.6240\text{P}$] mit P = ($\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2$)/3
GooF (alle Daten)	1.229
Größtes Maximum und Minimum	0.402 und -0.375 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.2. [Co(L-N₄Me₂)(bipy)](PF₆)₂ (2a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08129o.

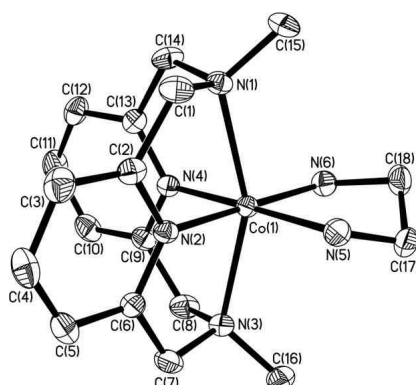
Summenformel	C ₂₆ H ₂₈ CoF ₁₂ N ₆ P ₂
Molmasse	773.41
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	I2/a
Zelldimensionen	$a = 22.2052(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 21.9164(4)$ Å $\beta = 91.102(17)^\circ$ $c = 24.5254(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	11933.3(4) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	16
Berechnete Dichte	1.722 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.789 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.28 x 0.26 x 0.14 mm
Gemessener θ -Bereich	2.49 bis 29.50°
Anzahl der gemessenen Reflexe	83209
Unabhängige Reflexe	16611 (Rint = 0.0716)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8976 und 0.8094
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	16611 / 105 / 915
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0379, wR2 = 0.0736
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0985, wR2 = 0.0873
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0370P)^2]$ mit $P = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.863
Größtes Maximum und Minimum	0.552 und -0.401 eÅ ⁻³

Die asymmetrische Einheit enthält mehrere unabhängige Komplexionen, von denen zwei auf speziellen Lagen liegen. Weiterhin ist von den vier PF₆-Ionen eins fehlgeordnet. Die thermischen Auslenkungsparameter wurden mit der Option ISOR partiell isotrop gehalten.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.3. [Co(L-N₄Me₂)(en)](BPh₄)₂ (3a)

(a) Messung bei 150 K

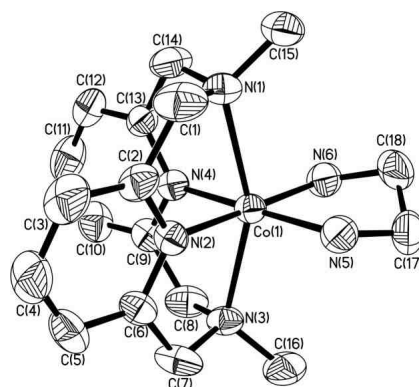


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08108o.

Summenformel	C ₆₆ H ₆₈ B ₂ CoN ₆
Molmasse	1025.81
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 18.3181(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 12.2409(2)$ Å $\beta = 90.100(2)^\circ$ $c = 24.3249(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	5454.36(14) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.249 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.362 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.46 x 0.37 x 0.15 mm
Gemessener θ -Bereich	2.61 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	36673
Unabhängige Reflexe	15430 (R _{int} = 0.0380)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9476 und 0.8510
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	15430 / 0 / 678
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0380, wR2 = 0.0872
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0628, wR2 = 0.0986
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (F _o ²) + (0.0479P) ²] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
Goof (alle Daten)	1.058
Größtes Maximum und Minimum	0.312 und -0.430 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

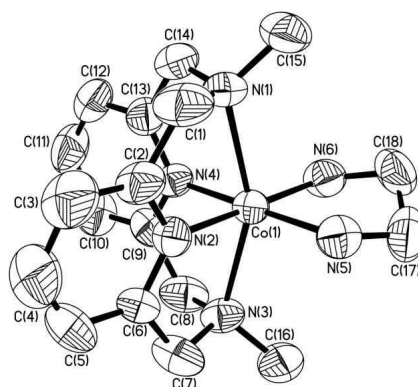
(b) Messung bei 293 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08109o.**

Summenformel	$C_{66}H_{68}B_2CoN_6$
Molmasse	1025.81
Temperatur	293 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 18.4650(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 12.3211(2)$ Å $\beta = 90.2310(10)^\circ$ $c = 24.4501(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	5562.58(16) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.225 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.355 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.43 x 0.38 x 0.15 mm
Gemessener θ -Bereich	2.76 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	41528
Unabhängige Reflexe	15841 (Rint = 0.0422)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9486 und 0.8622
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	15841 / 0 / 678
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0526, wR2 = 0.1248
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.1096, wR2 = 0.1617
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0791P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.035
Größtes Maximum und Minimum	0.477 und -0.276 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(c) Messung bei 373 K

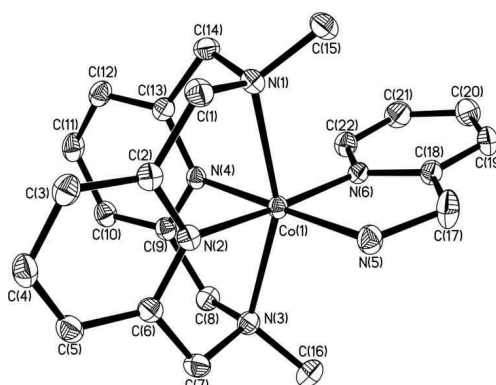
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08110o.**

Summenformel	$C_{66}H_{68}B_2CoN_6$
Molmasse	1025.81
Temperatur	373 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 18.5712(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 12.3772(3)$ Å $\beta = 90.294(2)^\circ$ $c = 24.5051(6)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$5632.7(2)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.210 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.351 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.43 x 0.38 x 0.15 mm
Gemessener θ -Bereich	2.86 bis 28.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	30052
Unabhängige Reflexe	13132 ($R_{int} = 0.0489$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9492 und 0.8637
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	13132 / 0 / 678
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0701$, $wR2 = 0.1849$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.1379$, $wR2 = 0.2418$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.1235P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Goof (alle Daten)	1.074
Größtes Maximum und Minimum	0.649 und -0.325 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.4. [Co(L-N₄Me₂)(ampy)](ClO₄)₂ (4a)

(a) Messung bei 150 K



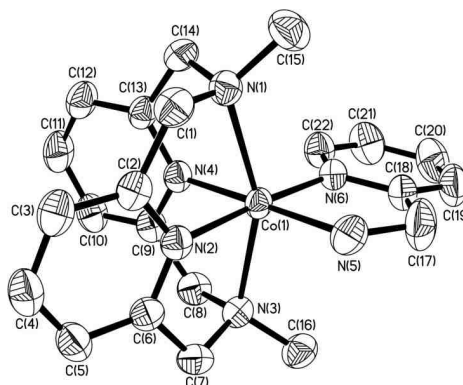
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 081710.

Summenformel	C ₂₂ H ₂₈ Cl ₂ CoN ₆ O ₈
Molmasse	634.33
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 15.7565(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 9.2524(2)$ Å $\beta = 100.241(2)^\circ$ $c = 17.7244(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2542.79(8) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.657 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.946 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.31 x 0.16 x 0.08 mm
Gemessener θ -Bereich	2.63 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	20404
Unabhängige Reflexe	7374 (R _{int} = 0.0386)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9282 und 0.7580
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	7374 / 48 / 400
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0316, wR2 = 0.0649
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0571, wR2 = 0.0710
Wichtungsschema	w=1/[σ^2 (F _o ²)+(0.0336P) ²] mit P=(F _o ² +2F _c ²)/3
GooF (alle Daten)	0.936
Größtes Maximum und Minimum	0.395 und -0.447 eÅ ⁻³

Auf ein Komplexion entfallen zwei Perchlorationen. Eins davon ist fehlgeordnet. Zur Beschreibung des Modells wurden die restraints „isor“ und „same“ benutzt.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 293 K

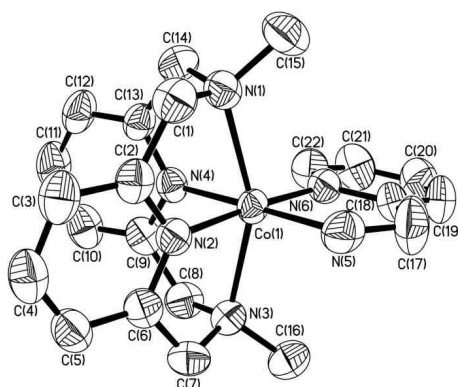
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08176o.**

Summenformel	$C_{22}H_{28}Cl_2CoN_6O_8$
Molmasse	634.33
Temperatur	293 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 15.8951(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 9.36260(10)$ Å $\beta = 100.1510(10)^\circ$ $c = 17.8343(2)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2612.55(5)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.613 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	7.555 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.20 x 0.13 x 0.11 mm
Gemessener θ -Bereich	5.33 bis 62.68°
Anzahl der gemessenen Reflexe	13083
Unabhängige Reflexe	4113 (Rint = 0.0346)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.4904 und 0.3134
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	4113 / 32 / 398
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0329, wR2 = 0.0790
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0449, wR2 = 0.0846
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0534P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Extinktionskoeffizient	0.00104(9)
GooF (alle Daten)	0.935
Größtes Maximum und Minimum	0.366 und -0.327 eÅ ⁻³

Ein Perchloratgegenion ist fehlgeordnet. Zur Beschreibung des Modells wurden die restraints EADP, EXYZ und SAME verwendet.

Die Lagen der Wasserstoffatome an N5 wurden einer Differenzmap entnommen und deren Abstände mit der Option DFIX gehalten. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(c) Messung bei 373 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 081770.**

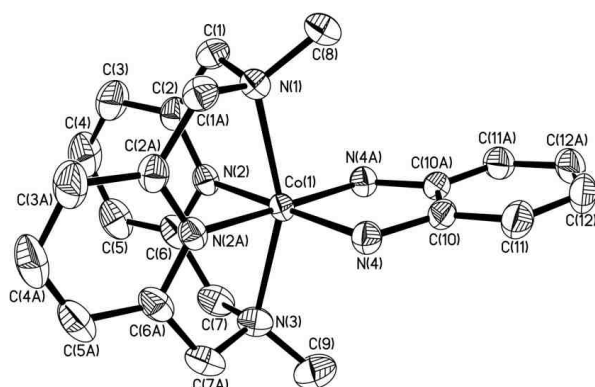
Summenformel	$C_{22}H_{28}Cl_2CoN_6O_8$
Molmasse	634.33
Temperatur	373 K
Strahlung	$CuK\alpha$
Wellenlänge	1.5418 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 15.9787(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 9.4246(2)$ Å $\beta = 100.203(2)^\circ$ $c = 17.8997(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2652.94(9)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.588 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	7.440 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.20 x 0.13 x 0.10 mm
Gemessener θ -Bereich	5.02 bis 62.85°
Anzahl der gemessenen Reflexe	12125
Unabhängige Reflexe	4095 ($R_{int} = 0.0383$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.4949 und 0.3177
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	4095 / 0 / 355
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0518$, $wR2 = 0.1419$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0449$, $wR2 = 0.0846$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.1012P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.040
Extinktionskoeffizient	0.00103(19)
Größtes Maximum und Minimum	0.503 und $-0.479 e\text{Å}^{-3}$

Auf ein Komplexion entfallen zwei Perchlorationen im Kristallverband.

Die Lagen der Wasserstoffatome an N5 wurden einer Differenzmap entnommen und deren Abstände mit der Option DFIX gehalten. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.5. [Co(L-N₄Me₂)(o-ph)](ClO₄)₂ (5a)

(a) Messung bei 193 K



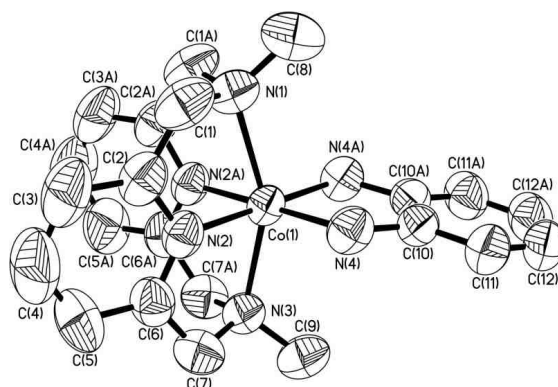
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0826.

Summenformel	C ₂₂ H ₂₈ Cl ₂ CoN ₆ O ₈
Molmasse	634.33
Temperatur	193(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Φ -Oszillation
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pnma
Zelldimensionen	$a = 17.1466(9)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 8.6547(4)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 18.9119(8)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2806.5(2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.501 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.857 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.40 x 0.24 x 0.16 mm
Gemessener θ -Bereich	2.59 bis 27.50°
Anzahl der gemessenen Reflexe	32452
Unabhängige Reflexe	3421 (Rint = 0.0507)
Absorptionskorrektur	keine
Max. und min. Transmission	0.8750 und 0.7255
Diffraktometer	Stoe IPDS
Strukturlösung	Direkte Methoden
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)
Daten / Restraints / Parameter	3421 / 30 / 231
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0373, wR2 = 0.0970
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0501, wR2 = 0.1009
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0751\text{P})^2$] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
Goof (alle Daten)	0.936
Größtes Maximum und Minimum	1.036 und -0.464 eÅ ⁻³

Beide Perchlorat-Ionen „liegen“ auf speziellen Lagen. Eins davon ist fehlgeordnet und zur Beschreibung des Modells wurden die restraints SAME, ISOR und EADP verwendet.

Die Lagen der Wasserstoffatome an C8 und C9 wurden einer Differenzmap entnommen und frei isotrop verfeinert. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 293 K

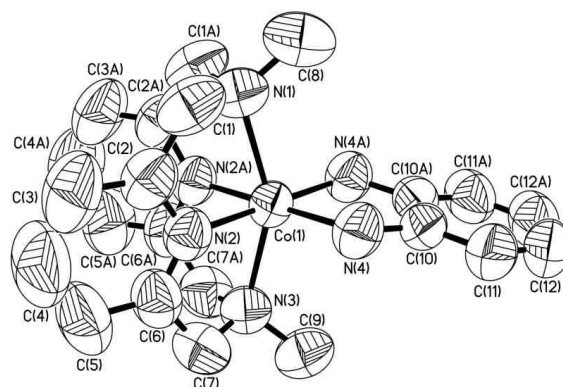
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08194o.**

Summenformel	$C_{22}H_{28}Cl_2CoN_6O_8$
Molmasse	634.33
Temperatur	293 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P n m a
Zelldimensionen	$a = 17.5862(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 8.6703(2)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 19.0525(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2905.08(12) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.450 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	6.794 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.35 x 0.14 x 0.08 mm
Gemessener θ -Bereich	5.28 bis 62.63°
Anzahl der gemessenen Reflexe	9741
Unabhängige Reflexe	2464 (Rint = 0.0386)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.6125 und 0.1966
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	2464 / 36 / 233
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0327, wR2 = 0.0808
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0614, wR2 = 0.0910
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(F_o^2) + (0.0544P)^2$] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
GooF (alle Daten)	0.936
Größtes Maximum und Minimum	0.244 und -0.185 eÅ ⁻³

Ein Perchlorat-Gegenion ist fehlgeordnet. Zur Beschreibung des Modells wurden die restraints ISOR verwendet. Generell war das „Streuverhalten“ trotz Cu-Strahlung und langer Belichtungszeit nicht so gut.

Die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffdonoratomen des Phenylendiamins wurden einer Differenzmap entnommen. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und N-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

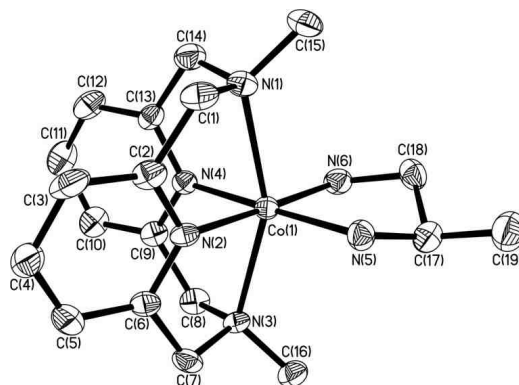
(c) Messung bei 450 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08195o.**

Summenformel	$C_{22}H_{28}Cl_2CoN_6O_8$
Molmasse	634.33
Temperatur	450(2) K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pnma
Zelldimensionen	$a = 17.854(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 8.6379(10)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 19.210(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2962.5(7) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.422 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	6.663 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.35 x 0.14 x 0.08 mm
Gemessener θ -Bereich	4.95 bis 62.67°
Anzahl der gemessenen Reflexe	9187
Unabhängige Reflexe	2505 (Rint = 0.0403)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.6177 und 0.2039
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	2505 / 26 / 234
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0385, wR2 = 0.0957
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0878, wR2 = 0.1136
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0666P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.887
Größtes Maximum und Minimum	0.187 und -0.192 eÅ ⁻³

Ein Perchlorat-Gegenion ist fehlgeordnet. Zur Beschreibung des Modells wurden die restraints ISOR und EADP verwendet. Generell war das „Streuverhalten“ trotz Cu-Strahlung und langer Belichtungszeit nicht so gut (1342 Reflexe $> 4\sigma$).

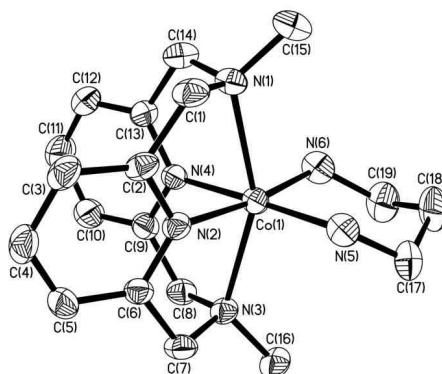
Die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffdonoratomen des Phenylendiamins wurden einer Differenzmap entnommen und deren Abstand mit der Option DFIX gehalten. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und N-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.6. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,2\text{-dap})](\text{B}(\text{p-Tol})_4)_2 \cdot 3 \text{ MeCN}$ (6c)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11068ocu.

Summenformel	$\text{C}_{81}\text{H}_{95}\text{B}_2\text{CoN}_9$
Molmasse	1275.21
Temperatur	150 K
Strahlung	$\text{CuK}\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{n}$
Zelldimensionen	$a = 12.0856(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 48.0708(12)$ Å $\beta = 93.845(2)^\circ$ $c = 12.2874(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$7122.5(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.189 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	2.268 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.52 x 0.16 x 0.04 mm
Gemessener θ -Bereich	3.68 bis 62.90°
Anzahl der gemessenen Reflexe	30759
Unabhängige Reflexe	11340 (Rint = 0.0729)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9148 und 0.3851
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	11340 / 4 / 864
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0548, wR2 = 0.1177
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0912, wR2 = 0.1299
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0693\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.975
Größtes Maximum und Minimum	0.348 und $-0.408 \text{ e}\text{Å}^{-3}$

Auf ein Komplex-Ion entfallen drei Moleküle Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffatomen N5 und N6 wurden einer Differenzmap entnommen und der Abstand mit der Option DFIX fixiert. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen und N-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.7. $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})]^{2+}$ (7)(1) $[\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)(1,3\text{-dap})](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (7b)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08211o.

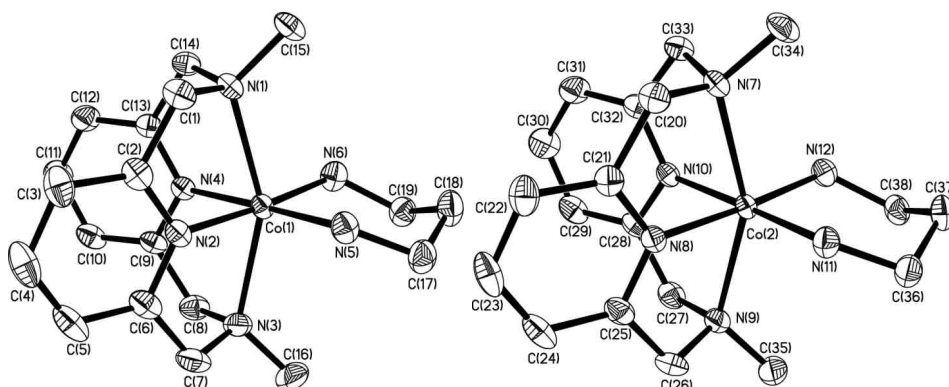
Summenformel	$\text{C}_{69}\text{H}_{73}\text{B}_2\text{CoN}_7$
Molmasse	1080.89
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$\text{P}2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 19.4479(6)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 12.7298(4)$ Å $\beta = 92.824(3)^\circ$ $c = 23.1569(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$5725.9(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.254 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.349 mm^{-1}
Kristallgröße	0.37 x 0.21 x 0.19 mm
Gemessener θ -Bereich	2.75 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	49526
Unabhängige Reflexe	16476 ($R_{\text{int}} = 0.0797$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9366 und 0.8816
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	16476 / 0 / 731
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0454$, $wR_2 = 0.0764$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.1261$, $wR_2 = 0.0883$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0344\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
Goof (alle Daten)	0.800
Größtes Maximum und Minimum	0.459 und -0.419 eÅ^{-3}

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Tetraphenylborat-Gegenionen und ein Molekül Acetonitril im Kristallverband.

Die Lagen der Wasserstoffatome an den Aminstickstoffatomen N5 und N6 des Co-Liganden wurden einer Differenzmap entnommen und frei verfeinert. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen und N-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(2) [Co(L-N₄Me₂)(1,3-dap)](B(p-Tol)₄)₂ · 1.5 MeCN (7d)

(a) Messung bei 150 K



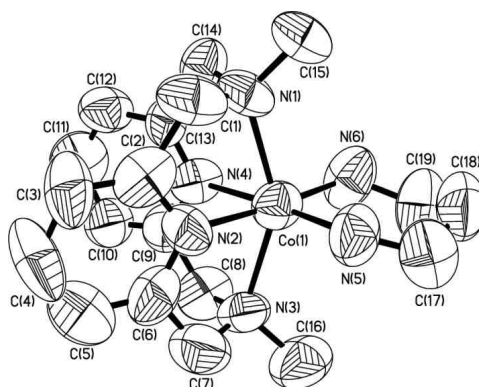
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11182ocu.

Summenformel	C ₁₅₆ H ₁₈₁ B ₄ Co ₂ N ₁₅
Molmasse	2427.26
Temperatur	150 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 12.2703(3)$ Å $\alpha = 117.407(2)^\circ$ $b = 24.3650(5)$ Å $\beta = 94.347(2)^\circ$ $c = 25.5137(5)$ Å $\gamma = 93.276(2)^\circ$
Zellvolumen	6715.5(3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.200 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	2.374 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.58 x 0.44 x 0.13 mm
Gemessener θ -Bereich	3.44 bis 62.68°
Anzahl der gemessenen Reflexe	59530
Unabhängige Reflexe	21379 (Rint = 0.0391)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7478 und 0.3398
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	21379 / 0 / 1641
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0393, wR2 = 0.0930
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0523, wR2 = 0.0969
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(F_o^2) + (0.042P)^2$] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
Goof (alle Daten)	0.935
Größtes Maximum und Minimum	0.268 und -0.465 eÅ ⁻³

Die asymmetrische Einheit enthält zwei unabhängige Komplex-Ionen. Auf ein Komplex-Ion entfallen 1.5 Moleküle Acetonitril als Lösungsmittelmoleküle im Kristallverband.

Die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffatomen (N5, N6, N11 und N12) wurden einer Differenzmap entnommen. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und N-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 400 K

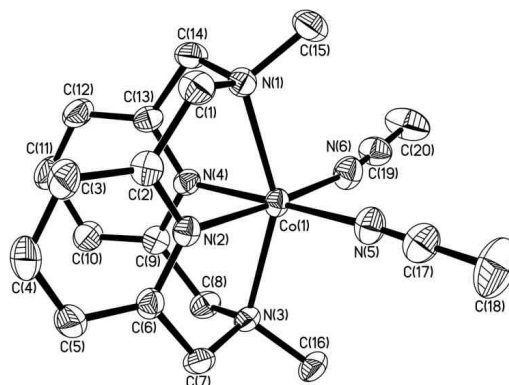


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11184ocusq.

Summenformel	$C_{75}H_{82}B_2CoN_6$
Molmasse	1148.02
Temperatur	400 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 12.3509(6)$ Å $\alpha = 83.641(6)^\circ$ $b = 12.4578(11)$ Å $\beta = 89.687(5)^\circ$ $c = 23.1748(16)$ Å $\gamma = 85.681(6)^\circ$
Zellvolumen	$3533.8(4)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.079 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	2.225 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.58 x 0.44 x 0.13 mm
Gemessener θ -Bereich	3.58 bis 63.48°
Anzahl der gemessenen Reflexe	23790
Unabhängige Reflexe	11194 ($R_{int} = 0.0908$)
Absorptionskorrektur	keine
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	11194 / 0 / 760
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.1487$, $wR_2 = 0.4145$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.2270$, $wR_2 = 0.4782$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.2P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Goof (alle Daten)	1.442
Größtes Maximum und Minimum	0.506 und -0.536 eÅ ⁻³

Die Qualität des Datensatzes ist schlecht. Während der Dauer der Messung verliert der Kristall das Lösungsmittel Acetonitril. Die Lagen konnten nicht eindeutig bestimmt werden und die Restelektronendichte wurde mit Option SQUEEZE aus dem Datensatz „herausgerechnet“. Weiterhin sind die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffatomen N5 und N6 nicht bestimmbar. Der Datensatz ist nicht zur Veröffentlichung geeignet.

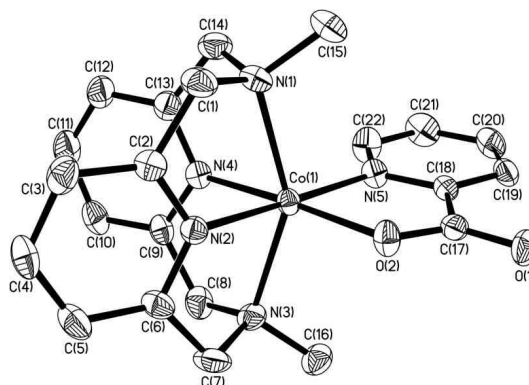
Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.8. [Co(L-N₄Me₂)(NCMe)₂](ClO₄)₂ (8a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08143o.

Summenformel	C ₂₀ H ₂₆ Cl ₂ CoN ₆ O ₈
Molmasse	608.30
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /n
Zelldimensionen	$a = 9.1721(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.4303(5)$ Å $\beta = 90.281(3)^\circ$ $c = 17.6126(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2649.87(14) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.525 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.904 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.20 x 0.19 x 0.18 mm
Gemessener θ -Bereich	2.55 bis 29.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	32816
Unabhängige Reflexe	7024 (Rint = 0.0613)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8546 und 0.8399
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	7024 / 0 / 338
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0697, wR2 = 0.1842
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.1070, wR2 = 0.1977
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0815\text{P})^2$] mit P = ($\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2$)/3
GooF (alle Daten)	1.100
Größtes Maximum und Minimum	0.812 und -0.489 eÅ ⁻³

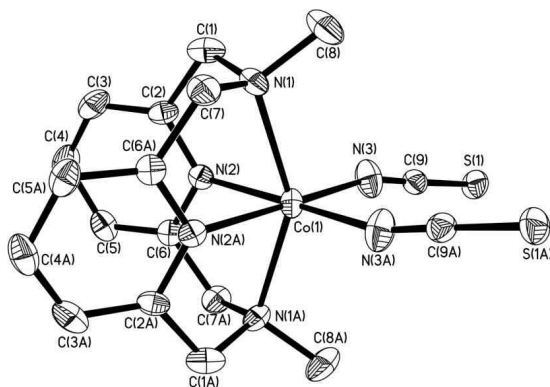
Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.9. [Co(L-N₄Me₂)(pyc)](ClO₄) (9a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0883o.

Summenformel	C ₂₂ H ₂₄ ClCoN ₅ O ₆
Molmasse	548.84
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁
Zelldimensionen	$a = 8.1466(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.9453(3)$ Å $\beta = 91.840(2)^\circ$ $c = 9.7198(2)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	1182.79(4) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.541 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.888 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.20 x 0.15 x 0.13 mm
Gemessener θ -Bereich	2.50 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	9693
Unabhängige Reflexe	5670 (Rint = 0.0336)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8933 und 0.8425
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	5670 / 1 / 318
Absolutstrukturparameter	0.001(6)
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0311, wR2 = 0.0584
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0463, wR2 = 0.0611
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (Fo ²) + (0.0269P) ²] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
GooF (alle Daten)	0.902
Größtes Maximum und Minimum	0.427 und -0.323 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.10. [Co(L-N₄Me₂)(NCS)₂] (10)

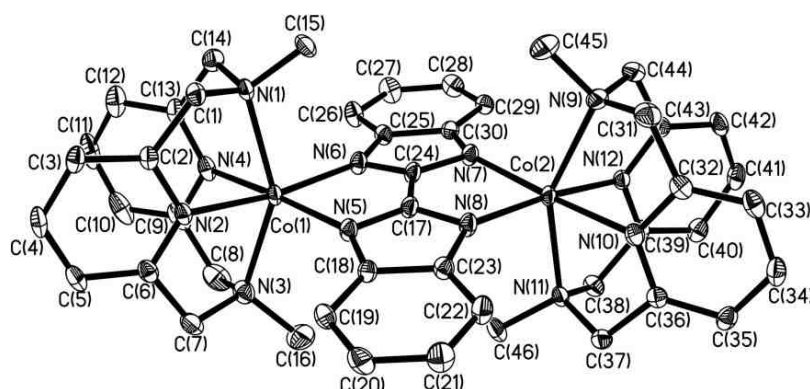
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0884ob.

Summenformel	C ₁₈ H ₂₀ CoN ₆ S ₂
Molmasse	443.45
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	Pbcn
Zelldimensionen	$a = 9.7445(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.7703(3)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 14.0721(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2025.39(9) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.454 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	1.069 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.19 x 0.07 x 0.07 mm
Gemessener θ -Bereich	2.50 bis 29.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	15294
Unabhängige Reflexe	2698 (R _{int} = 0.0804)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9289 und 0.8227
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	2698 / 0 / 124
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R ₁ = 0.0392, wR ₂ = 0.0573
R-Werte (alle Daten)	R ₁ = 0.0884, wR ₂ = 0.0689
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0233\text{P})^2$] mit P = ($\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2$)/3
GooF (alle Daten)	0.927
Größtes Maximum und Minimum	0.313 und -0.325 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.11. $[\{\text{Co}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-BiBzIm})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2 \text{MeCN}$ (11b)

(a) Messung bei 108 K

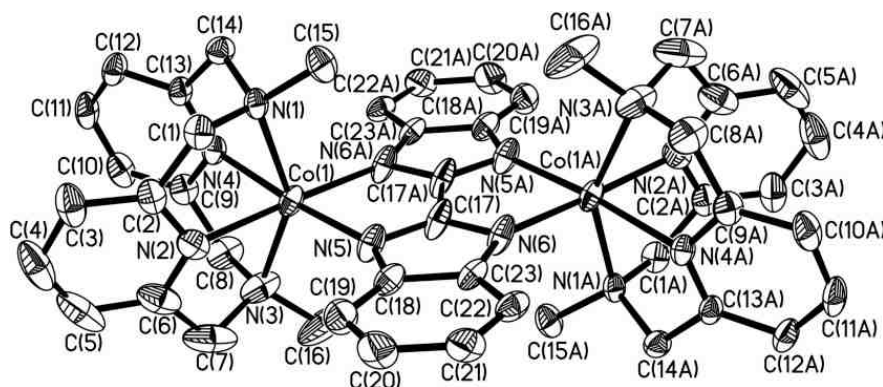


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10044o.

Summenformel	$\text{C}_{50}\text{H}_{54}\text{Cl}_2\text{Co}_2\text{N}_{14}\text{O}_8$
Molmasse	1167.83
Temperatur	108 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 12.4557(4)$ Å $\alpha = 73.273(3)^\circ$ $b = 12.5859(4)$ Å $\beta = 71.401(3)^\circ$ $c = 18.6066(6)$ Å $\gamma = 80.332(3)^\circ$
Zellvolumen	$2638.24(15)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.470 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.797 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.48 x 0.47 x 0.30 mm
Gemessener θ -Bereich	2.82 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	27925
Unabhängige Reflexe	15372 (Rint = 0.0303)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7959 und 0.7008
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	15372 / 0 / 691
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0351, wR2 = 0.0757
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0542, wR2 = 0.0787
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0391\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
Goof (alle Daten)	0.922
Größtes Maximum und Minimum	0.546 und -0.560 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Moleküle Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 150 K



Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10043o.

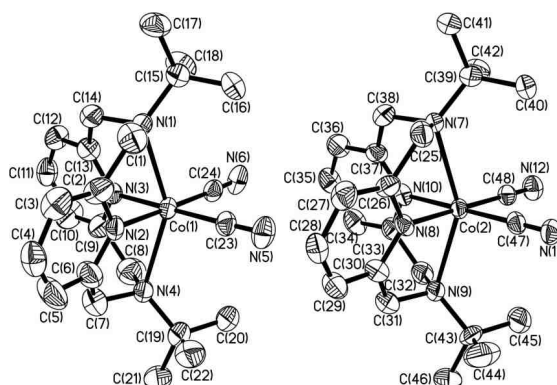
Summenformel	$C_{50}H_{54}Cl_2Co_2N_{14}O_8$
Molmasse	1167.83
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 9.3260(4)$ Å $\alpha = 79.995(3)^\circ$ $b = 12.5104(5)$ Å $\beta = 73.390(3)^\circ$ $c = 12.6390(5)$ Å $\gamma = 71.050(4)^\circ$
Zellvolumen	$1331.16(9)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	1
Berechnete Dichte	1.457 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.790 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.48 x 0.47 x 0.30 mm
Gemessener θ -Bereich	3.84 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	14336
Unabhängige Reflexe	7749 ($R_{int} = 0.0220$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7975 und 0.7029
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	7749 / 0 / 346
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0437$, $wR2 = 0.1134$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0592$, $wR2 = 0.1173$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0664P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.076
Größtes Maximum und Minimum	0.711 und -1.017 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Moleküle Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Sauerstoffatome im Perchlorat-Ion weisen erhöhte thermische Auslenkungsparameter auf. Auf die Beschreibung durch ein Fehlordnungsmo-
 dell wurde verzichtet.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.12. [Co(L-N₄^tBu₂)(CN)₂] · EtOH (12a)

(a) Messung bei 150 K



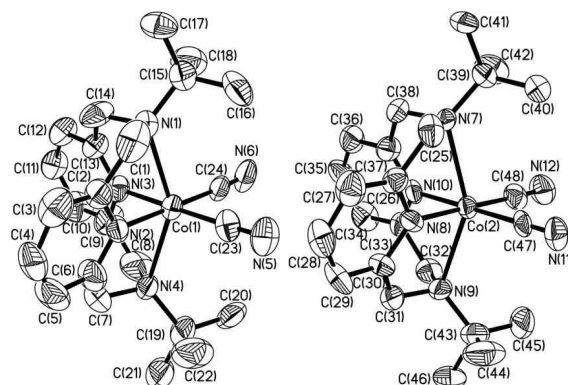
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08112o.

Summenformel	C ₂₆ H ₃₈ CoN ₆ O
Molmasse	509.55
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 13.8222(7)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.1252(8)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 25.3481(11)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	5649.7(5) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.198 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.635 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.32 x 0.28 x 0.22 mm
Gemessener θ -Bereich	2.65 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	54224
Unabhängige Reflexe	16279 (R _{int} = 0.0599)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8730 und 0.8227
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	16279 / 9 / 655
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0614, wR2 = 0.1535
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0944, wR2 = 0.1740
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (F _o ²) + (0.0978P) ²] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
Absolutstrukturparameter	0.470(12)
GooF (alle Daten)	1.008
Größtes Maximum und Minimum	0.960 und -0.348 eÅ ⁻³

Die Kristallqualität ist nicht sehr gut und die im Kristallverband vorhandenen Ethanolmoleküle sind zum Teil fehlgeordnet. Auch die im Ligandbereich vorhandene Restelextronendichte lässt sich nicht befriedigend erklären. Weiterhin handelt es sich um einen „Inversionszwilling“.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und O-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 233 K



Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08113o.

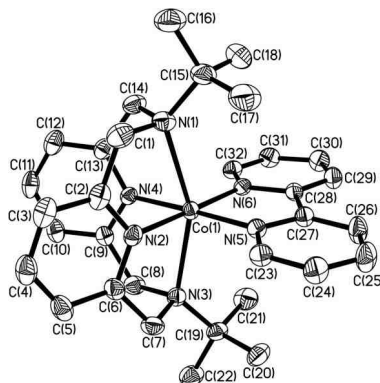
Summenformel	$C_{26}H_{38}CoN_6O$
Molmasse	509.55
Temperatur	233(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 13.8498(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.0850(5)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 25.4500(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	5669.6(3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.194 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.633 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.32 x 0.28 x 0.22 mm
Gemessener θ -Bereich	3.96 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	26626
Unabhängige Reflexe	14474 (Rint = 0.0903)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8734 und 0.8232
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	14474 / 3 / 623
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0803, wR2 = 0.1868
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.1563, wR2 = 0.2317
Wichtungsschema	$w = 1 / [\sigma^2(F_o^2) + (0.042P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2) / 3$
Absolutstrukturparameter	0.46(2)
GooF (alle Daten)	0.987
Größtes Maximum und Minimum	0.593 und -0.374 eÅ ⁻³

Die Kristallqualität ist nicht sehr gut und die im Kristallverband vorhandenen Ethanolmoleküle sind zum Teil fehlgeordnet. Diese wurden daher nicht anisotrop verfeinert. Weiterhin handelt es sich um einen „Inversionszwilling“.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und O-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.13. [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ (13a)(1) [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ · MeCN · 0.6 Et₂O (13b)

(a) Messung bei 150 K



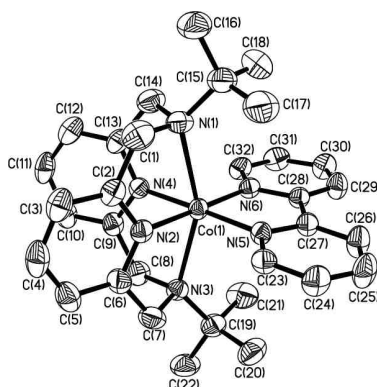
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08160o.

Summenformel	C _{84.4} H ₈₉ B ₂ CoN ₇ O _{0.6}
Molmasse	1291.18
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 18.6708(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.3938(3)$ Å $\beta = 92.8710(10)^\circ$ $c = 26.5019(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	7113.3(2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.206 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.293 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.31 x 0.29 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	2.68 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	52928
Unabhängige Reflexe	20409 (R _{int} = 0.0488)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9331 und 0.9148
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	20409 / 44 / 921
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0485, wR2 = 0.1084
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0977, wR2 = 0.1294
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0617\text{P})^2$] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
GooF (alle Daten)	0.970
Größtes Maximum und Minimum	0.711 und -0.434 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Tetraphenylborationen, ein Molekül Acetonitril und 0.6 Moleküle Diethylether im Kristallverband. Der Diethylether ist fehlgeordnet und zur Beschreibung des Modells wurden die restraints DFIX, ISOR EADP und FLAT verwendet.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

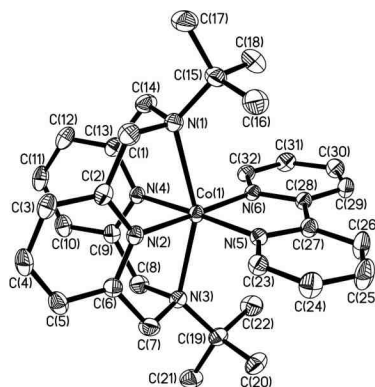
(b) Messung bei 233 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08161o.**

Summenformel	$C_{84.4}H_{89}B_2CoN_7O_{0.6}$
Molmasse	1291.18
Temperatur	233 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 18.7837(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.4522(2)$ Å $\beta = 92.9890(10)^\circ$ $c = 26.6526(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	7225.43(19) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.187 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.288 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.31 x 0.29 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	2.59 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	50983
Unabhängige Reflexe	20773 (Rint = 0.0580)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9341 und 0.9160
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	20773 / 75 / 920
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0521, wR2 = 0.1081
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.1282, wR2 = 0.1395
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0603P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.958
Größtes Maximum und Minimum	0.571 und -0.356 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Tetraphenylborationen, ein Molekül Acetonitril und 0.6 Moleküle Diethylether im Kristallverband. Der Diethylether ist fehlgeordnet und zur Beschreibung des Modells wurden die restraints DFIX, ISOR EADP und FLAT verwendet.

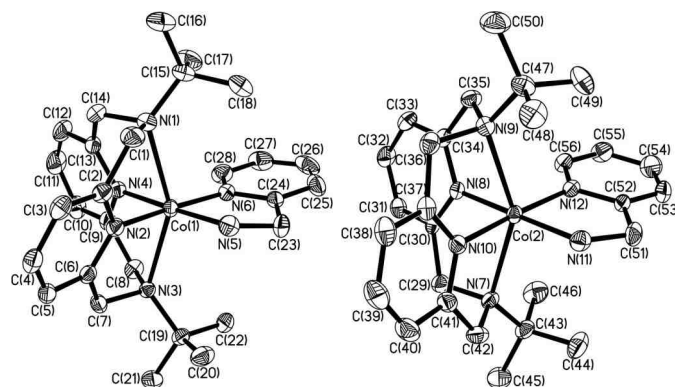
Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(2) [Co(L-N₄^tBu₂)(bipy)](BPh₄)₂ · 2 EtCN (13c)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08175o.

Summenformel	C ₈₆ H ₉₀ B ₂ CoN ₈
Molmasse	1316.21
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 18.5192(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.4399(2)$ Å $\beta = 92.246(1)^\circ$ $c = 26.4736(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	7074.01(15) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.236 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.295 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.51 x 0.33 x 0.27 mm
Gemessener θ -Bereich	2.61 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	55286
Unabhängige Reflexe	20388 (R _{int} = 0.0455)
Absorptionskorrektur	keine
Max. und min. Transmission	0.9245 und 0.8639
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	20388 / 15 / 915
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0404, wR2 = 0.0782
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0842, wR2 = 0.0848
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(F_o^2) + (0.0393P)^2$] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
GooF (alle Daten)	0.864
Größtes Maximum und Minimum	0.331 und -0.469 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfallen zwei Moleküle Propionitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Ein Molekül ist fehlgeordnet und zur Beschreibung des Modells wurden die „restraints SAME“ verwandt. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und O-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

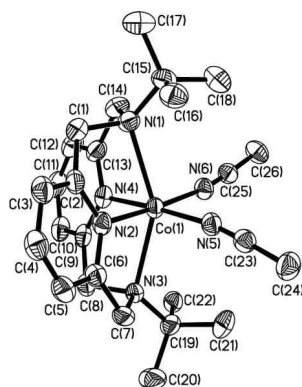
A.34.14. $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{ampy})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 0.5 \text{ MeCN}$ (14b)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0823.

Summenformel	$\text{C}_{58}\text{H}_{83}\text{Cl}_4\text{Co}_2\text{N}_{13}\text{O}_{16}$
Molmasse	1478.03
Temperatur	193(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 12.6830(8)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 18.7595(8)$ Å $\beta = 91.366(8)^\circ$ $c = 27.1964(18)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	6468.9(7) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.518 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.756 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.35 x 0.28 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	2.17 bis 27.50°
Anzahl der gemessenen Reflexe	75429
Unabhängige Reflexe	14863 (Rint = 0.0617)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8394 und 0.7778
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	14863 / 0 / 879
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0326, wR2 = 0.0630
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0670, wR2 = 0.0680
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0336\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.818
Größtes Maximum und Minimum	0.479 und -0.426 eÅ ⁻³

In der asymmetrischen Einheit befinden sich zwei unabhängige Komplexionen, vier Perchlorationen und ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittelmolekül. Das Acetonitrilmolekül ist fehlgeordnet. Die Summenformel, die Molmasse und Formeleinheiten pro Zelle beziehen sich auf den „Inhalt“ der asymmetrischen Einheit.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und O-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.15. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCMe})_2](\text{BPh}_4)_2 \cdot \text{MeCN}$ (15b)

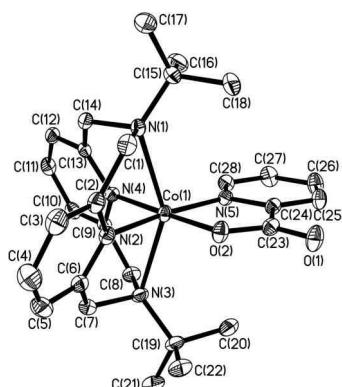
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0944c.

Summenformel	$\text{C}_{76}\text{H}_{81}\text{B}_2\text{CoN}_7$
Molmasse	1173.03
Temperatur	150 K
Strahlung	$\text{CuK}\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{c}$
Zelldimensionen	$a = 18.9656(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 17.9069(6)$ Å $\beta = 91.274(2)^\circ$ $c = 18.7315(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$6359.9(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.225 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	2.489 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.24 x 0.20 x 0.05 mm
Gemessener θ -Bereich	3.41 bis 62.91°
Anzahl der gemessenen Reflexe	34732
Unabhängige Reflexe	10022 ($R_{\text{int}} = 0.0654$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8856 und 0.5865
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	10022 / 0 / 784
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0467$, $wR_2 = 0.1160$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.0776$, $wR_2 = 0.1286$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0768\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
Goof (alle Daten)	0.909
Größtes Maximum und Minimum	0.674 und -0.345 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.16. [Co(L-N₄^tBu₂)(pyc)](BPh₄) · EtCN (16b)

(a) Messung bei 150 K

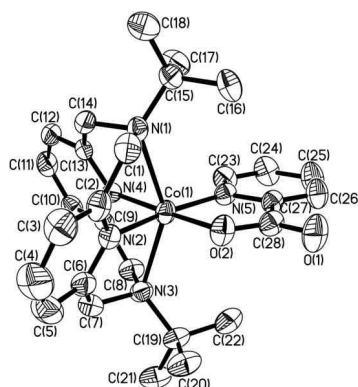


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08204o.

Summenformel	C ₅₅ H ₆₁ BCoN ₆ O ₂
Molmasse	907.84
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 14.0178(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 24.2033(5)$ Å $\beta = 101.891(2)^\circ$ $c = 14.2474(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	4730.09(17) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.275 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.412 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.38 x 0.34 x 0.16 mm
Gemessener θ -Bereich	4.08 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	30983
Unabhängige Reflexe	13383 (R _{int} = 0.0394)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9370 und 0.8592
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	13383 / 0 / 593
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0415, wR2 = 0.0763
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0766, wR2 = 0.0824
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (F _o ²) + (0.0384P) ²] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
GooF (alle Daten)	0.905
Größtes Maximum und Minimum	0.416 und -0.456 eÅ ⁻³

Auf ein Komplexmolekül entfällt ein Molekül Propionitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

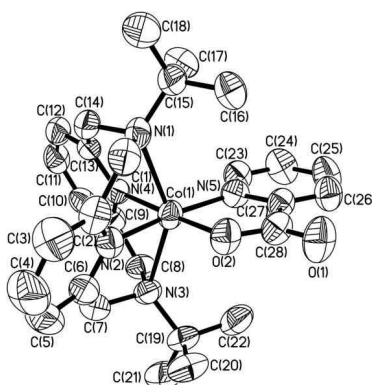
(b) Messung bei 293 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10009o.**

Summenformel	$C_{55}H_{61}BCoN_6O_2$
Molmasse	907.84
Temperatur	293 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 14.1585(5)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 24.3887(8)$ Å $\beta = 101.539(3)^\circ$ $c = 14.3414(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$4852.1(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.243 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.401 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.51 x 0.38 x 0.13 mm
Gemessener θ -Bereich	2.90 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	30022
Unabhängige Reflexe	14132 ($R_{int} = 0.0403$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9497 und 0.8214
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	14132 / 0 / 593
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0458$, $wR2 = 0.0772$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.1120$, $wR2 = 0.0883$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0376P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.827
Größtes Maximum und Minimum	0.571 und -0.400 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Propionitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(c) Messung bei 373 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11147ocu.**

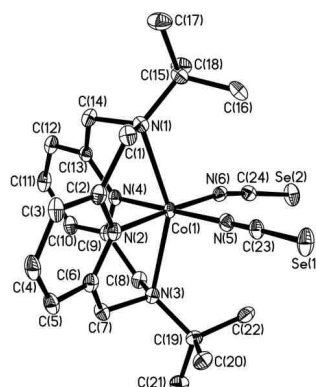
Summenformel	$C_{55}H_{61}BCoN_6O_2$
Molmasse	907.84
Temperatur	373(2) K
Strahlung	$CuK\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 14.2513(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 24.5949(7)$ Å $\beta = 101.376(3)^\circ$ $c = 14.3746(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	4939.4(2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.221 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.083 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.58 x 0.43 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	3.59 bis 62.63°
Anzahl der gemessenen Reflexe	18000
Unabhängige Reflexe	7822 ($R_{int} = 0.0606$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.5249 und 0.2679
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	7822 / 1 / 593
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0685$, $wR2 = 0.1616$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.1121$, $wR2 = 0.1878$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0738P)^2 + 5.0920P]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.059
Größtes Maximum und Minimum	0.710 und $-0.420 e\text{Å}^{-3}$

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Propionitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Für die „Fixierung“ der Bindungslänge zwischen C54 und C55 im Propionitril wurde das restraint DFIX verwendet.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.17. [Co(L-N₄^tBu₂)(NCSe)₂] (17)

(a) Messung bei 110 K

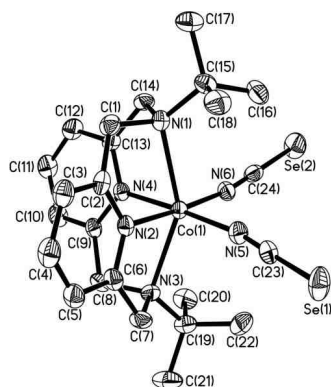


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 09164ocu.

Summenformel	C ₂₄ H ₃₂ CoN ₆ Se ₂
Molmasse	621.41
Temperatur	110 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 11.98330(10)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.4319(2)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 15.6935(2)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2526.00(5) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.634 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	8.807 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.48 x 0.18 x 0.09 mm
Gemessener θ -Bereich	4.33 bis 62.68°
Anzahl der gemessenen Reflexe	12641
Unabhängige Reflexe	3887 (Rint = 0.0320)
Absorptionskorrektur	analytisch
Max. und min. Transmission	0.5045 und 0.1012
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	3887 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0233, wR2 = 0.0566
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0244, wR2 = 0.0570
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0422P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Goof (alle Daten)	0.964
Absolutstrukturparameter	-0.022(3)
Größtes Maximum und Minimum	0.259 und -0.421 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

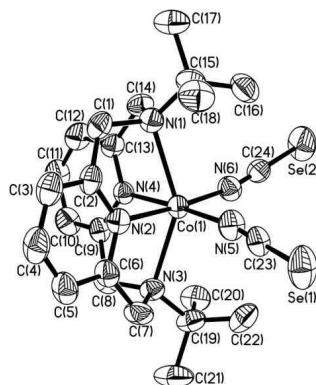
(b) Messung bei 193 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0907.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6Se_2$
Molmasse	621.41
Temperatur	193(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P2(1)2(1)2(1)
Zelldimensionen	$a = 12.0044(5)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.4617(8)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 15.7817(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2550.3(2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.618 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.551 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.56 x 0.24 x 0.20 mm
Gemessener θ -Bereich	2.61 bis 28.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	21053
Unabhängige Reflexe	6099 (Rint = 0.0353)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.5369 und 0.2410
Diffraktometer	Stoe IPDS
Strukturlösung	Direkte Methoden
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)
Daten / Restraints / Parameter	6099 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [I>2 σ (I)]	R1 = 0.0285, wR2 = 0.0681
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0335, wR2 = 0.0697
Wichtungsschema	$w=1/[\sigma^2(F_o^2)+(0.0455P)^2]$ mit $P=(F_o^2+2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.977
Absolutstrukturparameter	-0.013(8)
Größtes Maximum und Minimum	0.477 und -0.534 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

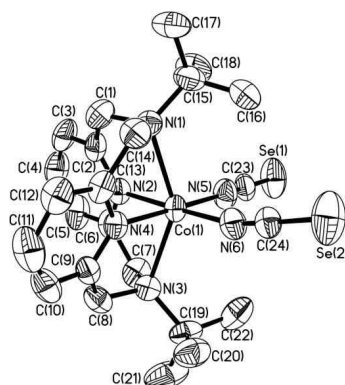
(c) Messung bei 293 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0911.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6Se_2$
Molmasse	621.41
Temperatur	293(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 12.0478(7)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.5247(8)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 15.9708(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2602.3(2)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.536 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.481 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.56 x 0.24 x 0.20 mm
Gemessener θ -Bereich	2.55 bis 28.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	20819
Unabhängige Reflexe	6260 (Rint = 0.0387)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.1464 und 0.1988
Diffraktometer	Stoe IPDS
Strukturlösung	Direkte Methoden
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F ²
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)
Daten / Restraints / Parameter	6260 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0356, wR2 = 0.0771
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0533, wR2 = 0.0827
Wichtungsschema	$w = 1 / [\sigma^2(F_o^2) + (0.0492P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2) / 3$
Absolutstrukturparameter	-0.001(10)
Goof (alle Daten)	0.902
Größtes Maximum und Minimum	0.473 und -0.499 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(d) Messung bei 373 K

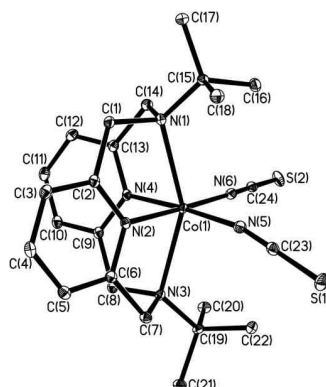
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0958o.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6Se_2$
Molmasse	621.41
Temperatur	373(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 12.0668(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.5549(3)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 16.0458(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2624.52(12) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.573 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.451 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.41 x 0.39 x 0.38 mm
Gemessener θ -Bereich	2.54 bis 29.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	12073
Unabhängige Reflexe	5969 ($R_{int} = 0.0333$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.3538 und 0.3319
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	5969 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0369$, $wR_2 = 0.0631$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.0802$, $wR_2 = 0.0792$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0349P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Absolutstrukturparameter	-0.008(11)
GooF (alle Daten)	0.960
Größtes Maximum und Minimum	0.426 und -0.493 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.18. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$ (18)

(a) Messung bei 30 K



Summary of details for X-ray crystallography

- Compound name: $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2]$
- Formula: $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{CoN}_6\text{S}_2$
- Crystal data (e.s.d.'s in parentheses):

$a(\text{\AA}) = 11.5860(2)$	$\alpha(^{\circ}) = 90$
$b(\text{\AA}) = 13.8548(2)$	$\beta(^{\circ}) = 90.160(1)$
$c(\text{\AA}) = 15.2593(3)$	$\gamma(^{\circ}) = 90$
$V(\text{\AA}^3) = 2449.44(7)$	$Z = 4$

Number of reflections used for cell refinement: 9962
Range ($^{\circ}$): $4.4 \leq 2\theta \leq 58.9$
- Crystal system, space group (number in „International Tables“) monoclinic, $P2_1/n$ (Nr. 14)
- Experimental conditions:

Radiation: $\text{MoK}\alpha$ (Graphitmonochromator), $\lambda = 0.71073 \text{\AA}$
 2θ -range ($^{\circ}$): $3.9 \leq 2\theta \leq 59.1$
 Diffractometer: Bruker-SMART APEX2
 Scan: ϕ - and ω -rotations with 0.50° and 10 s per frame
 Temperature (K): 30
 Crystal shape and color: prism, red
 Crystal size (mm): $0.50 \times 0.40 \times 0.28$
 D_{textber} ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$): 1.431
 μ (mm^{-1}): 0.896
- Absorption correction: SADABS (semiempirical from multiple measurements of equivalent reflections)

$T_{\text{min}} = 0.651$, $T_{\text{max}} = 0.746$
- Extinction correction: none
- Number of reflections (N)

collected:	29688
unique:	6598
observed ($F_o \geq 4.0\sigma(F)$):	5831

Structure solution: direct methods
Number of refined parameters (p): 304
- Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters (Tab. 2 containing x, y, z with e.s.d.'s, Ueq included)
- Source of atomic scattering factors and anomalous dispersion correction terms (f' and f''): International Tables for Crystallography, Vol. C (1992), Ed. A. J. C. Wilson, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht: Tables 6.1.1.4 (pp. 500-502), 4.2.6.8 (pp. 219-222) und 4.2.4.2 (pp. 193-199).

11. Table of anisotropic displacement parameters included (Tab. 4)
(anisotropic according to: $U_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$)
12. Table of bond distances and angles (Tab. 3) with e.s.d.'s in parentheses included.
13. Table of hydrogen coordinates and isotropic displacement parameters (Tab. 5) included.
Geometrically positioned H-atoms are given without e.s.d.'s (see also Remarks)
14. Final R indices:

$$wR_2 = \left[\frac{\sum [w (F_o^2 - F_c^2)^2]}{\sum [w (F_o^2)^2]} \right]^{\frac{1}{2}} = 0.0773$$

$$R_1 = \left[\frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} \right] = 0.0298 \quad (\text{for observed reflections})$$

$$Goof = S = \left[\frac{\sum [w (F_o^2 - F_c^2)^2]}{(n - p)} \right]^{\frac{1}{2}} = 1.065$$

15. Weighting scheme: $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0374 \cdot P)^2 + 1.0537P]$ $P = (F_o^2) + 2 \cdot F_c^2/3$
16. Residual electron density (largest peak and hole, $e \cdot \text{\AA}^{-3}$) in the final difference fourier synthesis:
max.: 0.535
min.: -0.558
17. Remarks:
Representation of the molecular structure with the atomic numbering scheme is included. All non-hydrogen atoms were refined anisotropically.
Treatment of hydrogen atoms: All hydrogen atoms were placed in positions of optimized geometry, their isotropic displacement parameters were tied to those of their corresponding carrier atoms by a factor of 1.2 or 1.5.

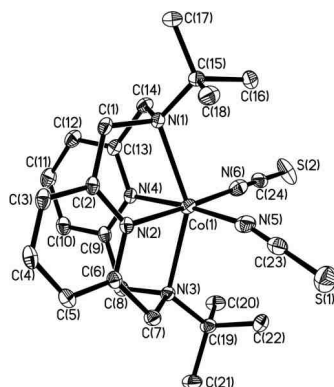
18. Software:

Measurement:	APEX 2 (Bruker AXS, 2009)
Data reduction:	SAINT (Bruker AXS, 2009)
Absorption correction:	SADABS (Bruker AXS, 2009)
Structure solution:	SHELXTL NT 6.12 (Bruker AXS, 2002)
Refinement:	SHELXTL NT 6.12 (Bruker AXS, 2002)
Graphical representation:	SHELXTL NT 6.12 (Bruker AXS, 2002)

Crystal data and structure refinement for hjk1002.

Identification code	hjk1002
Empirical formula	C ₂₄ H ₃₂ CoN ₆ S ₂
Formula weight	527.61
Temperature	30(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system, space group	Monoclinic, P2(1)/n
Unit cell dimensions	$a = 11.5860(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.8548(2)$ Å $\beta = 90.1600(10)^\circ$ $c = 15.2593(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Volume	2449.44(7) Å ³
Z, Calculated density	4, 1.431 Mg/m ³
Absorption coefficient	0.896 mm ⁻¹
F(000)	1108
Crystal size	0.50 x 0.40 x 0.28 mm
Θ range for data collection	1.99 to 29.52°
Limiting indices	-16 ≤ h ≤ 15, -18 ≤ k ≤ 18, -21 ≤ l ≤ 20
Reflections collected / unique	29688 / 6598 [R(int) = 0.0359]
Completeness to θ = 25.00	100.0 %
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.746 and 0.651
Diffractometer	Bruker-SMART APEX2
Structure solution	direct methods
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	6598 / 0 / 304
Goodness-of-fit on F ²	1.065
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0298, wR2 = 0.0748
R indices (all data)	R1 = 0.0351, wR2 = 0.0773
Largest diff. peak and hole	0.535 and -0.558 eÅ ⁻³

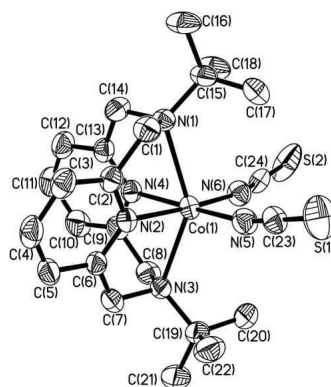
(b) Messung bei 110 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0915o.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6S_2$
Molmasse	527.61
Temperatur	110(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$
Zelldimensionen	$a = 11.6122(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 13.9565(2)$ Å $\beta = 90.240(2)^\circ$ $c = 15.2951(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2478.79(9) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.414 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.886 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.25 x 0.19 x 0.10 mm
Gemessener θ -Bereich	2.64 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	22146
Unabhängige Reflexe	7053 ($R_{int} = 0.0328$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9167 und 0.8090
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	7053 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0299$, $wR_2 = 0.0626$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.0496$, $wR_2 = 0.0692$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0337P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.991
Größtes Maximum und Minimum	0.351 und -0.302 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

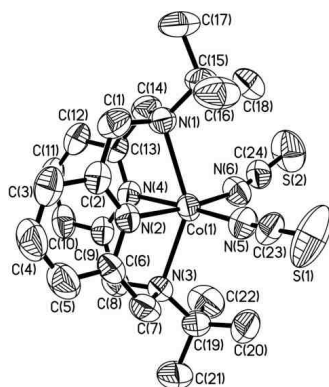
(c) Messung bei 293 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0901.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6S_2$
Molmasse	527.61
Temperatur	293(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Φ -Oszillation
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$
Zelldimensionen	$a = 11.7788(8)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.0734(8)$ Å $\beta = 90.139(7)^\circ$ $c = 15.3420(9)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2543.2(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.378 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.863 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.23 x 0.18 x 0.14 mm
Gemessener θ -Bereich	2.89 bis 28.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	31039
Unabhängige Reflexe	6106 (Rint = 0.1026)
Absorptionskorrektur	keine
Max. und min. Transmission	0.8887 und 0.8262
Diffraktometer	Stoe IPDS
Strukturlösung	Direkte Methoden
Strukturlösungsprogramm	SIR97 (Giacovazzo et al., 1997)
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F^2
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)
Daten / Restraints / Parameter	6106 / 0 / 298
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0548, wR2 = 0.1349
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0691, wR2 = 0.1428
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0853P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.038
Größtes Maximum und Minimum	0.656 und -0.867 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(d) Messung bei 450 K

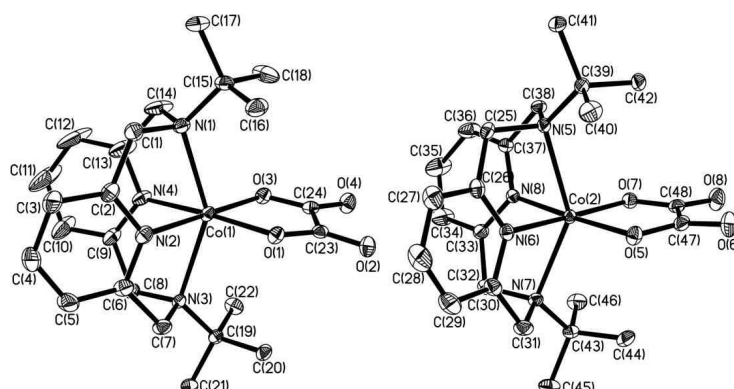
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10183ocu.**

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_6S_2$
Molmasse	527.61
Temperatur	450 K
Strahlung	$CuK\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$
Zelldimensionen	$a = 11.9540(5)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 14.1782(5)$ Å $\beta = 90.008(4)^\circ$ $c = 15.3992(7)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2609.95(19)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.343 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	6.829 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.40 x 0.16 x 0.12 mm
Gemessener θ -Bereich	4.24 bis 62.64°
Anzahl der gemessenen Reflexe	9783
Unabhängige Reflexe	3897 ($R_{int} = 0.0350$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.4946 und 0.1709
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	3897 / 0 / 304
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0420$, $wR2 = 0.0978$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0658$, $wR2 = 0.1055$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0643P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.909
Größtes Maximum und Minimum	0.363 und -0.353 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.19. [Co(L-N₄^tBu₂)(ox)] (19)

(a) Messung bei 110 K

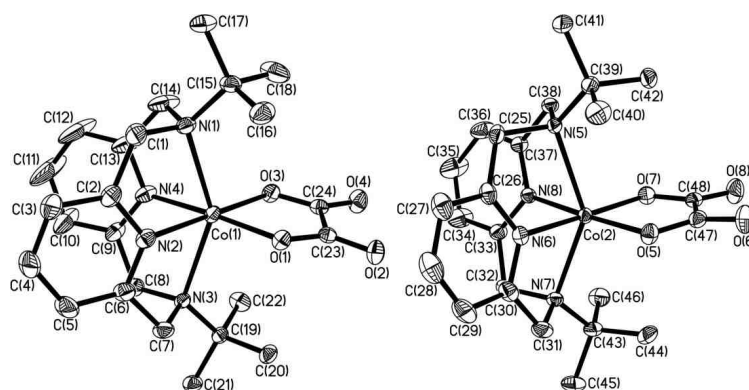


Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10181o.

Summenformel	C ₂₄ H ₃₂ CoN ₄ O ₄
Molmasse	499.47
Temperatur	110 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 14.4552(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 18.1930(3)$ Å $\beta = 111.113(2)^\circ$ $c = 18.8763(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	4629.96(14) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.433 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.780 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.52 x 0.41 x 0.38 mm
Gemessener θ -Bereich	3.02 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	31221
Unabhängige Reflexe	13483 (R _{int} = 0.0335)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7559 und 0.6872
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	13483 / 0 / 607
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0354, wR2 = 0.0816
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0594, wR2 = 0.0866
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(F_o^2) + (0.0547P)^2$] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
Goof (alle Daten)	0.830
Größtes Maximum und Minimum	0.771 und -0.456 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

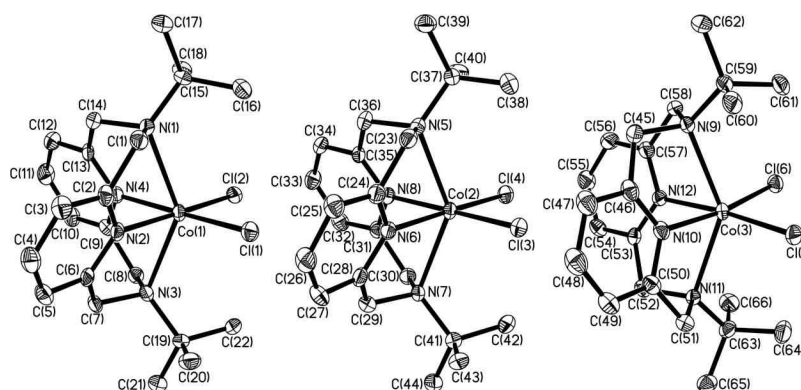
(b) Messung bei 150 K



Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 10177o.

Summenformel	$C_{24}H_{32}CoN_4O_4$
Molmasse	499.47
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 14.4291(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 18.2341(3)$ Å $\beta = 111.025(2)^\circ$ $c = 18.8838(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	4637.58(14) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.431 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.779 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.52 x 0.41 x 0.38 mm
Gemessener θ -Bereich	3.02 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	25449
Unabhängige Reflexe	13494 (Rint = 0.0228)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7562 und 0.6876
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	13494 / 0 / 607
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0339, wR2 = 0.0791
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0541, wR2 = 0.0828
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0463P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.935
Größtes Maximum und Minimum	0.537 und -0.460 eÅ ⁻³

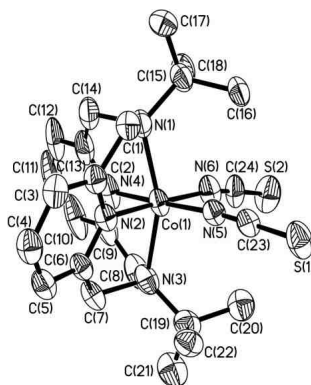
Die asymmetrische Einheit weist zwei voneinander unabhängige Komplexmoleküle auf. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.20. $[\text{Co}(\text{L-N}_4^t\text{Bu}_2)\text{Cl}_2] \cdot \text{MeCN}$ (20a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11059ocu.

Summenformel	$\text{C}_{24}\text{H}_{35}\text{Cl}_2\text{CoN}_5$
Molmasse	523.40
Temperatur	150 K
Strahlung	$\text{CuK}\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 10.2665(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 18.1018(3)$ Å $\beta = 90.1120(10)^\circ$ $c = 40.6608(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$7556.5(2)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	12
Berechnete Dichte	1.380 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	7.452 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.31 x 0.30 x 0.04 mm
Gemessener θ -Bereich	3.27 bis 62.66°
Anzahl der gemessenen Reflexe	34174
Unabhängige Reflexe	12025 ($R_{\text{int}} = 0.0655$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.7548 und 0.2060
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	12025 / 0 / 886
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0436$, $wR2 = 0.0927$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0779$, $wR2 = 0.1045$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0562P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.915
Größtes Maximum und Minimum	0.438 und -0.479 eÅ ⁻³

In der asymmetrischen Einheit sind drei unabhängige Komplexmoleküle enthalten. Auf jedes Komplexmolekül entfällt weiterhin ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittelmolekül im Kristallverband. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.21. $[\text{Co}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{NCS})_2](\text{BF}_4) \cdot \text{EtCN}$ (21b)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0964ocu.

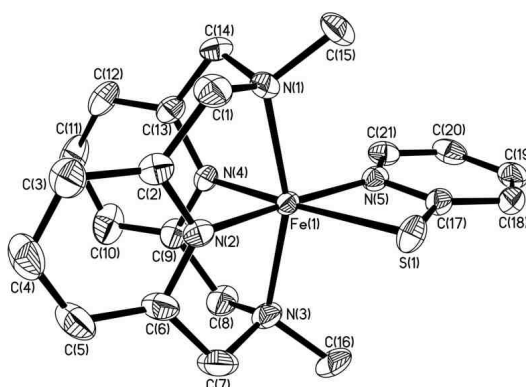
Summenformel	$\text{C}_{27}\text{H}_{37}\text{BCoF}_4\text{N}_7\text{S}_2$
Molmasse	669.50
Temperatur	150 K
Strahlung	$\text{CuK}\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 8.646(2)$ Å $\alpha = 98.89(2)^\circ$ $b = 13.377(2)$ Å $\beta = 93.83(3)^\circ$ $c = 13.798(6)$ Å $\gamma = 105.458(17)^\circ$
Zellvolumen	1555.0(8) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.430 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	6.050 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.26 x 0.19 x 0.07 mm
Gemessener θ -Bereich	5.11 bis 62.31°
Anzahl der gemessenen Reflexe	12796
Unabhängige Reflexe	47821 (Rint = 0.0387)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.6768 und 0.3022
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	4782 / 48 / 462
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0578, wR2 = 0.1548
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0743, wR2 = 0.1701
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.1069\text{P})^2]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.057
Größtes Maximum und Minimum	0.822 und -0.934 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein BF_4^- -Gegenion und ein Molekül Propionitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Das BF_4^- -Ion und das Propionitril-Molekül sind fehlgeordnet (60:40). Zur Beschreibung des Modells wurden die restraints SADI (BF_4^-), bzw DFIX und EADP (EtCN) verwendet.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.22. [Fe(L-N₄Me₂)(Spy)](ClO₄) (23a)

(a) Messung bei 150 K



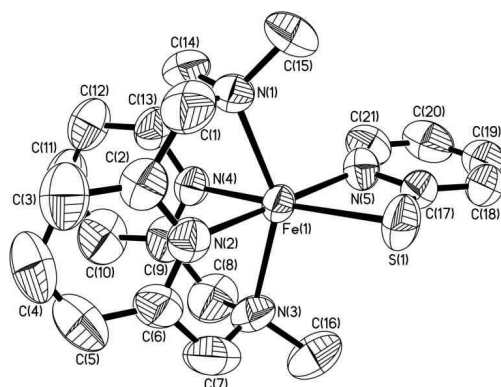
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08199o.

Summenformel	C ₂₁ H ₂₄ ClFeN ₅ O ₄ S
Molmasse	533.81
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 9.9553(5)$ Å $\alpha = 107.284(3)^\circ$ $b = 9.9946(5)$ Å $\beta = 100.831(3)^\circ$ $c = 12.7301(3)$ Å $\gamma = 100.987(4)^\circ$
Zellvolumen	1146.15(9) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.547 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.905 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.35 x 0.21 x 0.14 mm
Gemessener θ -Bereich	4.31 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	13365
Unabhängige Reflexe	6561 (Rint = 0.0335)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8838 und 0.7425
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	6561 / 61 / 346
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0401, wR2 = 0.0824
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0624, wR2 = 0.0874
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (Fo ²) + (0.0450P) ²] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
Goof (alle Daten)	0.961
Größtes Maximum und Minimum	0.526 und -0.355 eÅ ⁻³

Das Perchloration ist fehlgeordnet. Zur Modellbeschreibung wurden die restraints SADI, SAME und ISOR benutzt.

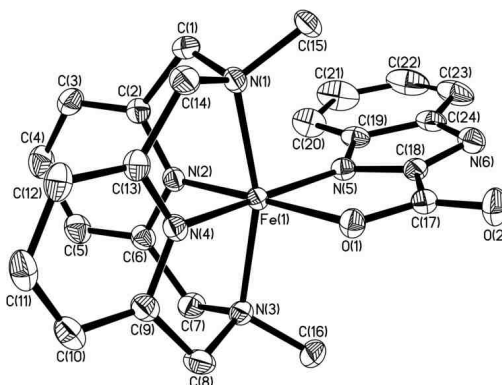
Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 373 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08205o.**

Summenformel	$C_{21}H_{24}ClFeN_5O_4S$
Molmasse	533.81
Temperatur	337(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	P-1
Zelldimensionen	$a = 10.2220(4)$ Å $\alpha = 106.890(4)^\circ$ $b = 10.2878(6)$ Å $\beta = 102.501(4)^\circ$ $c = 13.0262(5)$ Å $\gamma = 103.414(4)^\circ$
Zellvolumen	1214.27(10) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.460 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.854 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.35 x 0.21 x 0.14 mm
Gemessener θ -Bereich	4.12 bis 28.50°
Anzahl der gemessenen Reflexe	12642
Unabhängige Reflexe	6016 (Rint = 0.0440)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8898 und 0.7543
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	6016 / 27 / 300
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0592, wR2 = 0.1493
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.1103, wR2 = 0.1693
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0994P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	0.933
Größtes Maximum und Minimum	0.630 und -0.407 eÅ ⁻³

Zur Modellbeschreibung des Perchlorations wurden die restraints SADI und ISOR benutzt. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

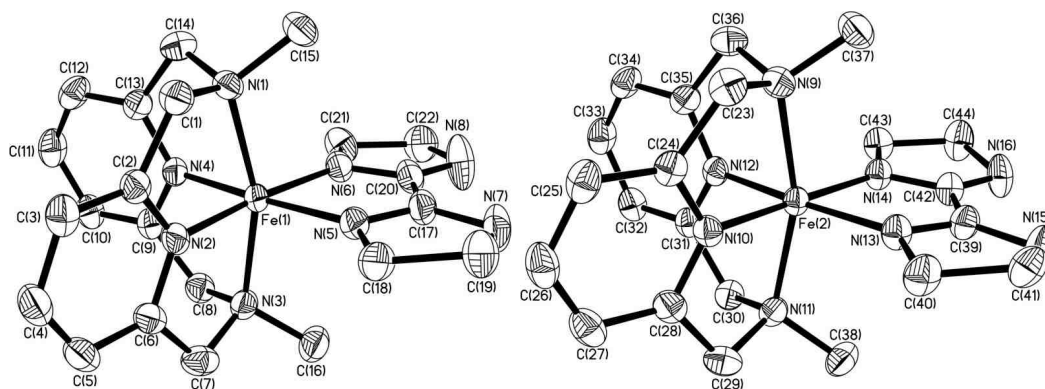
A.34.23. [Fe(L-N₄Me₂)(BzImCOO)] · 2 EtOH (24a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 08167o.

Summenformel	C ₂₈ H ₃₆ FeN ₆ O ₄
Molmasse	576.48
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	P212121
Zelldimensionen	$a = 8.25610(10)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.6328(2)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 19.6803(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	2702.54(6) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	4
Berechnete Dichte	1.417 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.604 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.48 x 0.32 x 0.21 mm
Gemessener θ -Bereich	2.75 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	18189
Unabhängige Reflexe	7287 (Rint = 0.0301)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8836 und 0.7602
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	7287 / 0 / 358
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0327, wR2 = 0.0728
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0417, wR2 = 0.0760
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0442\text{P})^2$] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
GooF (alle Daten)	0.991
Absolutstrukturparameter	-0.007(10)
Größtes Maximum und Minimum	0.516 und -0.360 eÅ ⁻³

Auf ein Komplexmolekül entfallen zwei Moleküle Ethanol als Lösungsmittelmoleküle im Kristallverband.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen und O-H) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.24. [Fe(L-N₄Me₂)(biminH₂)](ClO₄)₂ (25a)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 102140cu.

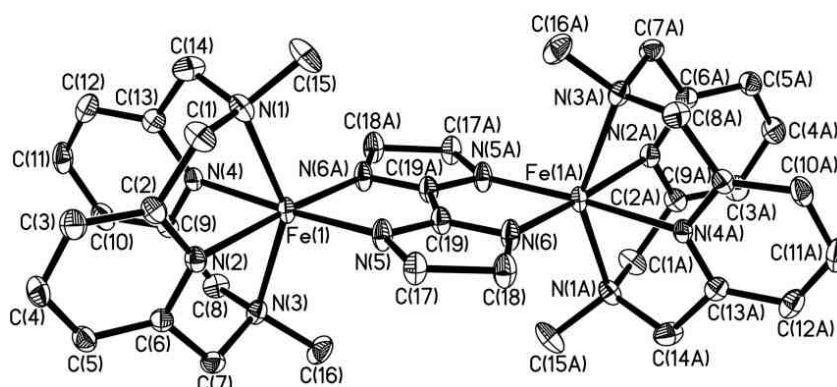
Summenformel	C ₂₂ H ₃₀ Cl ₂ CoN ₈ O ₈
Molmasse	661.29
Temperatur	150 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	$a = 19.2324(6)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.9148(5)$ Å $\beta = 106.296(4)^\circ$ $c = 17.8735(6)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	5580.9(3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.574 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	6.636 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.26 x 0.25 x 0.14 mm
Gemessener θ -Bereich	3.68 bis 63.10°
Anzahl der gemessenen Reflexe	22352
Unabhängige Reflexe	8882 (R _{int} = 0.0329)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.4568 und 0.2773
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	8882 / 4 / 759
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0355, wR2 = 0.0865
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0459, wR2 = 0.0890
Wichtungsschema	w = 1/[σ^2 (F _o ²) + (0.0589P) ²] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
GooF (alle Daten)	0.930
Größtes Maximum und Minimum	0.492 und -0.3990 eÅ ⁻³

Die asymmetrische Einheit enthält zwei voneinander unabhängige Komplex-Ionen.

Die Lagen der Wasserstoffatome an den Stickstoffatomen N7, N8, N15 und N16 wurden einer Differenzmap entnommen und der Abstand mit der Option DFIX gehalten. Alle weiteren Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.25. $[\{\text{Fe}(\text{L-N}_4\text{Me}_2)\}_2(\mu\text{-bimin})](\text{ClO}_4)_2$ (26a)

(a) Messung bei 110 K



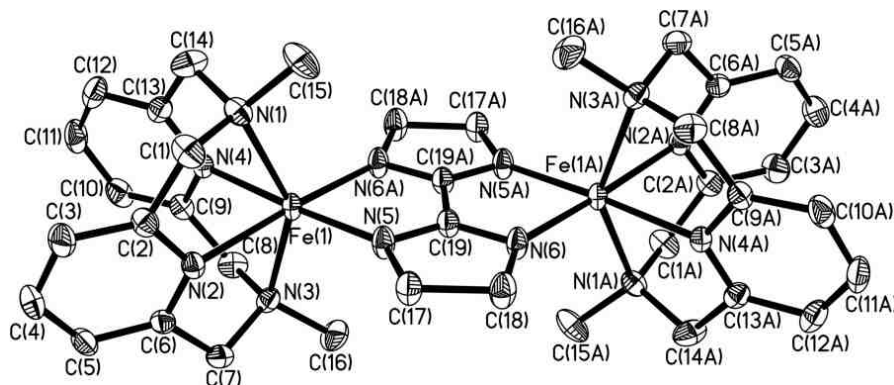
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0994o.

Summenformel	$\text{C}_{38}\text{H}_{48}\text{Cl}_2\text{Fe}_2\text{N}_{12}\text{O}_8$
Molmasse	983.48
Temperatur	110 K
Strahlung	$\text{MoK}\alpha$
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 12.4562(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 10.3538(3)$ Å $\beta = 109.553(4)^\circ$ $c = 17.5041(6)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2127.30(12)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.535 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.874 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.51 x 0.37 x 0.20 mm
Gemessener θ -Bereich	3.46 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	19651
Unabhängige Reflexe	6141 (Rint = 0.0241)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8446 und 0.6641
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	6141 / 0 / 282
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0351$, $wR2 = 0.0937$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0467$, $wR2 = 0.1004$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0560\text{P})^2 + 0.8457\text{P}]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
Goof (alle Daten)	1.066
Größtes Maximum und Minimum	1.434 und -0.523 eÅ ⁻³

Die hohe Restelektronendichte ist nicht befriedigend zu erklären. Es handelt sich um den gleichen Kristall, der bei 150K unter 0992o vermessen wurde und diese Problematik nicht aufweist.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 150 K



Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0992o.

Summenformel	$C_{38}H_{48}Cl_2Fe_2N_{12}O_8$
Molmasse	983.48
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$
Zelldimensionen	$a = 12.4560(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 10.3474(3)$ Å $\beta = 109.617(3)^\circ$ $c = 17.5097(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$2125.79(10)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.536 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.875 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.51 x 0.37 x 0.20 mm
Gemessener θ -Bereich	2.47 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	19303
Unabhängige Reflexe	6157 ($R_{int} = 0.0216$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8445 und 0.6639
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	6157 / 0 / 283
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0338$, $wR2 = 0.0882$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.0463$, $wR2 = 0.0941$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0503P)^2 + 0.6470P]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.069
Größtes Maximum und Minimum	0.920 und -0.580 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.26. $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi})](\text{BPh}_4)_2$ (27) [127]

(a) Messung bei 150 K

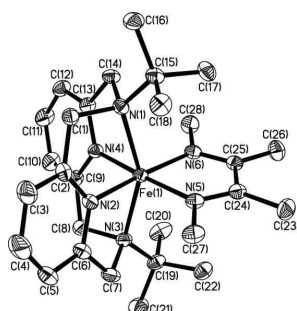


Tabelle 1. Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0748o.

Summenformel	$\text{C}_{76}\text{H}_{84}\text{B}_2\text{FeN}_6$
Molmasse	1158.96
Temperatur	150(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	$P\bar{1}$
Zelldimensionen	$a = 12.8418(19)$ Å $\alpha = 93.04(3)^\circ$ $b = 14.204(7)$ Å $\beta = 97.470(15)^\circ$ $c = 17.508(4)$ Å $\gamma = 96.96(2)^\circ$
Zellvolumen	3135.5(17) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.228 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.290 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.26 x 0.18 x 0.18 mm
Gemessener θ -Bereich	2.66 bis 32.38°
Anzahl der gemessenen Reflexe	41882
Unabhängige Reflexe	20020 (Rint = 0.0279)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9496 und 0.9284
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	20020 / 0 / 776
Endgültige R-Werte [I>2 (I)]	R1 = 0.0418, wR2 = 0.0994
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0672, wR2 = 0.1113
Wichtungsschema	$w=1/[\sigma^2(\text{Fo}^2)+(0.0580\text{P})^2]$ mit $\text{P}=(\text{Fo}^2+2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.039
Größtes Maximum und Minimum	0.490 und -0.488 eÅ ⁻³

Verfeinerung nach F² mit ALLEN Reflexen. Die gewichteten R-Werte wR2 und alle GooF's basieren auf F². Die konventionellen R-Werte R1 basieren auf F, wobei F für negative F² gleich Null gesetzt wird. Das Ablehnungskriterium $F^2 > 2\sigma(F^2)$ wird nur zum Berechnen von R(obs) etc. verwendet. Zur Verfeinerung wurden alle Reflexe herangezogen. Grundsätzlich gilt: Auf F² 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 (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 293 K

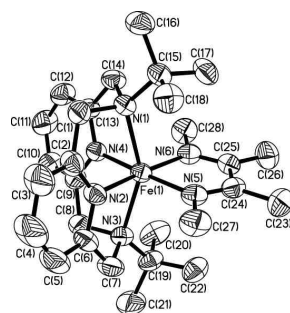
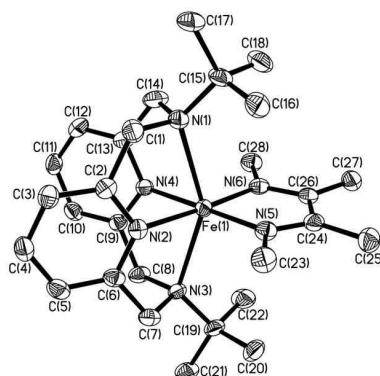


Tabelle 1. Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0703.

Summenformel	$C_{76}H_{84}B_2FeN_6$
Molmasse	1158.96
Temperatur	293(2) K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Φ -Oszillation
Kristallsystem	Triklin
Raumgruppe	$P\bar{1}$
Zelldimensionen	$a = 12.8896(8)$ Å $\alpha = 93.078(8)^\circ$ $b = 14.2669(10)$ Å $\beta = 97.138(7)^\circ$ $c = 17.6570(11)$ Å $\gamma = 96.773(8)^\circ$
Zellvolumen	$3191.7(4)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	2
Berechnete Dichte	1.206 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.285 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.26 x 0.18 x 0.18 mm
Gemessener θ -Bereich	2.27 bis 28.21°
Anzahl der gemessenen Reflexe	47275
Unabhängige Reflexe	14420 (Rint = 0.0437)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.93927 und 0.91225
Diffraktometer	Stoe IPDS
Strukturlösung	Direkte Methoden
Strukturlösungsprogramm	SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares gegen F^2
Strukturverfeinerungsprogramm	SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)
Daten / Restraints / Parameter	14420 / 6 / 776
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0356, wR2 = 0.0785
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0678, wR2 = 0.0855
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0460P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
Goof (alle Daten)	0.839
Größtes Maximum und Minimum	0.212 und -0.268 eÅ ⁻³

Verfeinerung nach F^2 mit ALLEN Reflexen. Die gewichteten R-Werte wR2 und alle Goof's basieren auf F^2 . Die konventionellen R-Werte R1 basieren auf F, wobei F für negative F^2 gleich Null gesetzt wird. Das Ablehnungs-kriterium $F^2 > 2\sigma(F^2)$ wird nur zum Berechnen von R(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.

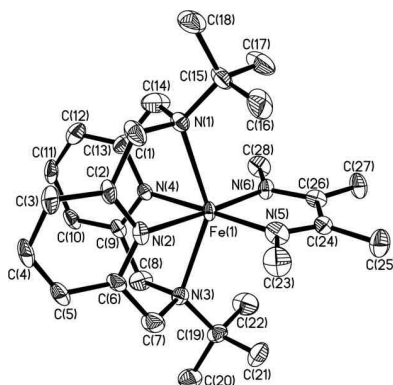
Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.27. [Fe(L-N₄^tBu₂)(bmi_{red})](BPh₄) (28)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11042ocu.

Summenformel	C ₅₂ H ₆₄ BF ₄ FeN ₆
Molmasse	839.75
Temperatur	110 K
Strahlung	CuK α
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pbca
Zelldimensionen	$a = 17.5548(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 22.2028(4)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 22.8466(4)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	8904.8(3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.253 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.036 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.13 x 0.07 x 0.04 mm
Gemessener θ -Bereich	3.75 bis 62.73°
Anzahl der gemessenen Reflexe	23531
Unabhängige Reflexe	7106 (Rint = 0.0447)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8630 und 0.6932
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	7106 / 0 / 551
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0316, wR2 = 0.0605
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0524, wR2 = 0.0636
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.0291\text{P})^2$] mit P = (Fo ² + 2Fc ²)/3
GooF (alle Daten)	0.844
Größtes Maximum und Minimum	0.256 und -0.206 eÅ ⁻³

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.28. $[\text{Fe}(\text{L}-\text{N}_4^t\text{Bu}_2)(\text{bmi}_{\text{dep}})](\text{BPh}_4)$ (29)

Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 11227ocu.

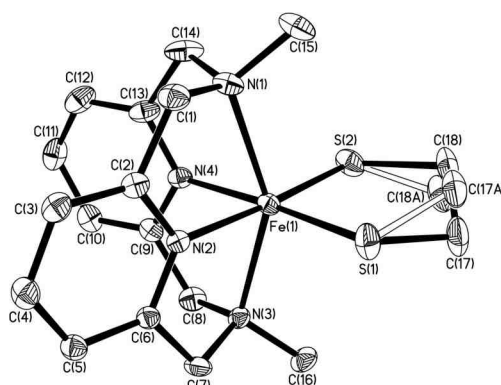
Summenformel	$\text{C}_{52}\text{H}_{63}\text{BFeN}_6$
Molmasse	838.74
Temperatur	150 K
Strahlung	$\text{CuK}\alpha$
Wellenlänge	1.54184 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pbca
Zelldimensionen	$a = 17.6422(4)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 22.2922(6)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 22.8723(6)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	8995.3(4) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.239 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	3.006 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.53 x 0.44 x 0.09 mm
Gemessener θ -Bereich	3.73 bis 62.64°
Anzahl der gemessenen Reflexe	22655
Unabhängige Reflexe	7146 ($R_{\text{int}} = 0.0871$)
Absorptionskorrektur	Analytisch
Max. und min. Transmission	0.7737 und 0.2998
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	7146 / 0 / 551
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0620$, $wR_2 = 0.1496$
R-Werte (alle Daten)	$R_1 = 0.0868$, $wR_2 = 0.1651$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(\text{Fo}^2) + (0.1001\text{P})^2 + 3.8461\text{P}]$ mit $\text{P} = (\text{Fo}^2 + 2\text{Fc}^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.032
Extinktionskoeffizient	0.00054(6)
Größtes Maximum und Minimum	0.542 und $-0.803 \text{ e}\text{\AA}^{-3}$

Einige Kohlenstoffatome im Tetraphenylborat-Gegenion weisen große thermische Auslenkungsparameter auf. Die Kristallqualität war nicht so gut und von einer Veröffentlichung sollte daher abgesehen werden.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

A.34.29. [Fe(L-N₄Me₂)(edt)](B(p-Tol)₄) · MeCN (30b)

(a) Messung bei 110 K



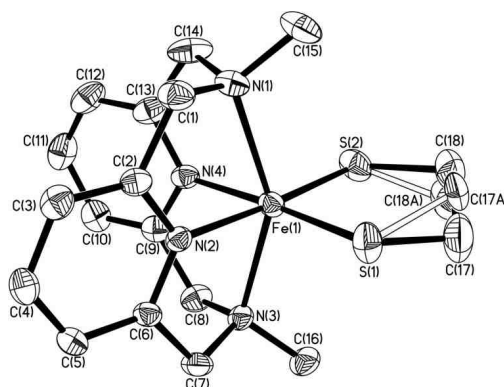
Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0983o.

Summenformel	C ₄₈ H ₅₅ BF ₅ N ₅ S ₂
Molmasse	832.75
Temperatur	110 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pcab
Zelldimensionen	$a = 21.4442(3)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.4592(3)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 24.3388(3)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	8590.5(2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.288 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.488 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.59 x 0.37 x 0.17 mm
Gemessener θ -Bereich	2.61 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	39582
Unabhängige Reflexe	12291 (R _{int} = 0.0366)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.9216 und 0.7615
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	12291 / 0 / 540
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0373, wR2 = 0.0830
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0671, wR2 = 0.1022
Wichtungsschema	w = 1/[$\sigma^2(F_o^2) + (0.0455P)^2 + 2.4716P$] mit P = (F _o ² + 2F _c ²)/3
Goof (alle Daten)	1.056
Größtes Maximum und Minimum	0.393 und -0.430 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Der Ethandithiolat-Ligand im Komplex-Ion ist fehlgeordnet.

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(b) Messung bei 150 K

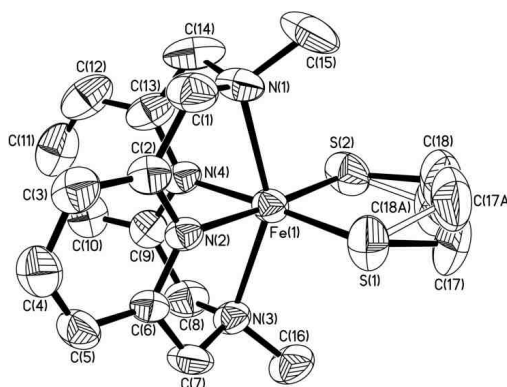
**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 09790a.**

Summenformel	$C_{48}H_{55}BFeN_5S_2$
Molmasse	832.75
Temperatur	150 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pbca
Zelldimensionen	$a = 21.5170(5)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.5207(4)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 24.3825(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$8667.4(3)$ Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.276 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.484 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.49 x 0.39 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	2.52 bis 30.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	64227
Unabhängige Reflexe	12540 (Rint = 0.0584)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8927 und 0.7973
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	12540 / 0 / 540
Endgültige R-Werte [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0425, wR2 = 0.0868
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0.0836, wR2 = 0.1045
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0459P)^2 + 0.3062P]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.034
Größtes Maximum und Minimum	0.336 und -0.379 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Der Ethandithiolat-Ligand ist fehlgeordnet (50:50).

Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH₃-Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.

(c) Messung bei 295 K

**Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 0981o.**

Summenformel	$C_{48}H_{55}BFenS_2$
Molmasse	832.75
Temperatur	295 K
Strahlung	MoK α
Wellenlänge	0.71073 Å
Scanmodus	Ω -scans
Kristallsystem	Orthorhombisch
Raumgruppe	Pbca
Zelldimensionen	$a = 21.7646(5)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 16.6345(3)$ Å $\beta = 90^\circ$ $c = 24.5312(5)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	8881.4(3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle Z	8
Berechnete Dichte	1.246 Mg/m ³
Absorptionskoeffizient	0.472 mm ⁻¹
Kristallgröße	0.48 x 0.39 x 0.24 mm
Gemessener θ -Bereich	2.59 bis 29.00°
Anzahl der gemessenen Reflexe	37963
Unabhängige Reflexe	11515 ($R_{int} = 0.0643$)
Absorptionskorrektur	Semi-empirisch aus Äquivalenten
Max. und min. Transmission	0.8951 und 0.8050
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	11515 / 9 / 556
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0544$, $wR2 = 0.1130$
R-Werte (alle Daten)	$R1 = 0.1410$, $wR2 = 0.1577$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0674P)^2]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
GooF (alle Daten)	1.024
Größtes Maximum und Minimum	0.319 und -0.275 eÅ ⁻³

Auf ein Komplex-Ion entfällt ein Molekül Acetonitril als Lösungsmittel im Kristallverband. Das Acetonitril-Molekül ist fehlgeordnet und zur Beschreibung des Modells wurden die restraints SIMU, EADP und SAME verwendet. Weiterhin ist auch der Ethandithiolat-Ligand fehlgeordnet (50:50). Die Wasserstoffatome wurden geometrisch lokalisiert. Für die Verfeinerung wurde ein Reitermodell angenommen. Als Temperaturfaktor wurde der 1.5-fache Wert (CH_3 -Gruppen) und für alle anderen H-Atome der 1.2-fache Wert des äquivalenten isotropen Temperaturfaktors desjenigen Atoms eingesetzt, an welches das jeweilige H-Atom gebunden ist.