

# Neue Platin(II)- und Palladium(II)-Komplexe mit zweizähnigen Phosphan-Liganden

Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Universität zu Köln

vorgelegt von

Anja Pascale Erven  
aus Köln

**Köln 2003**

Berichterstatter: Prof. Dr. Gerd Meyer  
Prof. Dr. Dieter Naumann

Tag der mündlichen Prüfung: 04.02.2004

„Man sieht nur mit dem Herzen gut.  
Das Wesentliche ist für die Augen unsichtbar.“  
Antoine de Saint-Exupéry, „Der kleine Prinz“

*Für meine Eltern*

Die experimentellen Untersuchungen für die vorliegende Arbeit wurden von Oktober 2001 bis September 2003 am Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln und am Chemistry Department der Monash University in Clayton, Australien, unter Leitung von Prof. Dr. Gerd Meyer und Prof. Dr. Glen B. Deacon durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. Gerd Meyer und Herrn Prof. Dr. Glen B. Deacon danke ich herzlichst für die großzügige Förderung und Unterstützung dieser Arbeit.

# Abkürzungen

A	Akzeptor
ber.	berechnet
br	broad/breit
bpy	2,2'-Bipyridyl
Cp	Cyclopentadienyl-Anion
d	Dublett
D	Donor
$\delta$	Chemische Verschiebung [ppm]
DC	Dünnschichtchromatographie
depp	$(\text{Et})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_3-\text{P}(\text{Et})_2$
DMF	N,N-Dimethylformamid
dmpe	$(\text{Me})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_2-\text{P}(\text{Me})_2$
DMSO	Sulfinyldimethan
dppb	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_4-\text{P}(\text{Ph})_2$
dppbe	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{C}_6\text{H}_4)-\text{P}(\text{Ph})_2$
dppe	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_2-\text{P}(\text{Ph})_2$
dppey	<i>cis</i> - $(\text{Ph})_2\text{P}-\text{CH}=\text{CH}-\text{P}(\text{Ph})_2$
dpph	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_6-\text{P}(\text{Ph})_2$
dppm	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)-\text{P}(\text{Ph})_2$
dppp	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_3-\text{P}(\text{Ph})_2$
dpppe	$(\text{Ph})_2\text{P}-(\text{CH}_2)_5-\text{P}(\text{Ph})_2$
Et	Ethyl
h	Stunde
Hz	Hertz
IC <sub>50</sub>	Konzentration bei der das Zellwachstum um 50% gehemmt wird
IPDS	Image-Plate-Diffraction-Systems
IR	Infrarot-Spektroskopie
J	Kopplungskonstante [Hz]
konz.	konzentriert
m (IR)	medium/mittel
m (NMR)	Multiplett

M	Pt bzw. Pt, seltener auch Übergangsmetall im Allgemeinen
Me	Methyl
NMP	N-Methyl-2-pyrrolidinon
NMR	Kernmagnetische Resonanz-Spektroskopie
PDC	Präparative Dünnschicht-Chromatographie
Ph	Phenyl
ppm	Parts per million
Pr	Propyl
py	Pyridin
OEt	ethoxy
OiPr	2-propoxy
OMe	methoxy
OnBu	1-propoxy
OnPr	1-propoxy
q	Quartett
s (IR)	strong/stark
s (NMR)	Singulett
sep	Septett
sh	shoulder/Schulter
sxt	Sextett
t	Triplett
t	Zeit
T	Temperatur
THF	Tetrahydrofuran
TMS	Tetramethylsilan
u. a.	unter anderem
V	Volumen
verd.	verdünnt
vgl.	vergleiche
vs	very strong/sehr stark
w	weak/schwach
Z	Zahl der Formeleinheiten
ZV	Zellvolumen

# Inhaltsübersicht

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Synthese, strukturelle Charakterisierung und Untersuchung der cytotoxischen Eigenschaften einer systematischen Reihe von Platin(II)- und Palladium(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphan-Liganden der Art  $cis$ -[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (mit M = Pt, Pd; X, Y = Cl, C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R' (R' = F, OMe, OEt, OnPr); R = Ph, Et, Me; n = 1-5).

Als Syntheseroute zur Darstellung der gewünschten Verbindungen diente die mit hohen Ausbeuten ablaufende Decarboxylierungsreaktion. Eine Modifikation der Reaktion durch Austausch des toxischen Thallium(I)-polyfluorbenzoates gegen ungiftiges Kalium-polyfluorbenzoat war möglich und bewährte sich sowohl bei der Synthese von Palladium(II)-Komplexen als auch jener von Platin(II)-Komplexen mit fragilen Liganden.

Die Kristallstrukturen der meisten synthetisierten Produkte konnten aufgeklärt werden. Dabei handelte es sich in fast allen Fällen um Komplexe des gewünschten Typs. Eine Ausnahme bildeten jedoch die beiden verbrückten, zweikernigen Komplexe  $trans$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] und  $trans$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>].

Cytotoxische Eigenschaften konnten für alle untersuchten einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe sowohl in sensiblen L1210- als auch „Cisplatin“-resistenten murinen L1210/DDP-Leukämie-Zellkulturen nachgewiesen werden. Der Komplex  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] erwies sich als äußerst potentes Cytostaticum, dessen Wirkung auf sensiblen L1210-Zellkulturen (IC<sub>50</sub> 0,875  $\mu$ mol/l) der des „Cisplatin“ (IC<sub>50</sub> 0,5  $\mu$ mol/l) sehr nahe kommt und die des „Cisplatin“ in „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen um das Zehnfache übersteigt.

Der Vergleich der IC<sub>50</sub>-Konzentrationen zeigte eine Abhängigkeit der Cytotoxizität der einfach-substituierten Polyfluorphenyl-Komplexe des Platin(II) und Palladium(II) mit zweizähligen Phosphan-Liganden sowohl von der Länge der verbrückenden Kette des Phosphan-Liganden, als auch dessen Substituenten am Phosphor sowie der Art der Polyfluorphenyl-Gruppe und des Metalles auf. Demnach sollte im Falle von  $cis$ -[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (M = Pd, X = Cl, Y = C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe, R = Alkyl, n = 2) eine maximale cytotoxische Aktivität vorliegen. Des Weiteren scheint eine Korrelation zwischen den kristallographisch bestimmten Metall-Chlor-Abständen und den IC<sub>50</sub>-Werten der Verbindungen zu bestehen, aus der sich für  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)], welches bislang noch nicht auf seine Cytotoxizität hin untersucht wurde, sehr gute zellteilungshemmende Eigenschaften herleiten lassen. Dies würde wiederum mit den zuvor abgeleiteten optimierenden Parametern einhergehen. Des Weiteren lässt die Abhängigkeit der Cytotoxizität von dem Metall-Chlor-Abstand auf eine Involvierung des labilisierten Chlor-Liganden in den Wirkungsmechanismus schließen.



# Abstract

The present work describes the synthesis, structural characterization and investigation of the cytotoxic activities of a systematic series of platinum(II) and palladium(II) diphosphine complexes of the type *cis*-[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (where M = Pt, Pd; X, Y = Cl, C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R' (R' = F, OMe, OEt, OnPr); R = Ph, Et, Me; n = 1-5). The compounds have been synthesized by the decarboxylation reaction.

A modification of the decarboxylation reaction by replacing the toxic thallos(I) polyfluorobenzoate by harmless potassium polyfluorobenzoate was successful and revealed a good reaction pathway for the synthesis of palladium(II) complexes and platinum(II) complexes with fragile ligands.

The crystal structures of most of the compounds were determined and exhibit monomeric molecular structures with exception of the bridged, binuclear complexes *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){μ-(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] and *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){μ-(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>].

Cytotoxic activity could be detected for all investigated monopolyfluorophenyl substituted complexes in sensitive L1210 and „cisplatinum“-resistant L1210/DDP mouse leukemia cell lines. The complex *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] exhibited the highest cytotoxic activity (IC<sub>50</sub> 0,88 μmol/l) which is comparable to that of „cisplatinum“ (IC<sub>50</sub> 0,5 μmol/l) in sensitive L1210 cell lines and an even 10-fold higher activity (IC<sub>50</sub> 0,65 μmol/l) in „cisplatinum“-resistant L1210/DDP cell lines (IC<sub>50</sub> 6,9 μmol/l).

The results of the antitumor activity investigations suggest an influence of the phosphorus substituents, the bridging carbon chain, the polyfluorophenyl group and the metal towards the cytotoxicity of the monopolyfluorophenyl substituted compounds. Following these results the complex *cis*-[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (M = Pd, X = Cl, Y = C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe, R = Alkyl, n = 2) should reveal the highest antitumor activity. Additionally, there appears to be a correlation between the M-Cl bond length (M = Pd, Pt) in the crystal structure to the cytotoxic activity. This correlation indicates that *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] which has not been examined yet should be the most active complex synthesized as part of this thesis. This result agrees with the interpretation of the influence of the phosphorus substituents, the bridging carbon chain, the polyfluorophenyl group and the metal. Additionally, the correlation between the M-Cl bond length and cytotoxicity points to a reaction mechanism in which the labilized chlorine is involved.

# Inhaltsverzeichnis

<b>I. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>II. Spezieller Teil</b>	<b>6</b>
<b>1. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren</b>	<b>7</b>
1.1. Einleitung . . . . .	7
1.2. Diskussion zu den Alkoxypolyfluorbenzoesäuren . . . . .	8
<b>2. Kalium- und Thallium(I)-polyfluorbenzoate</b>	<b>17</b>
2.1. Einleitung . . . . .	17
2.2. Diskussion zu den Kalium- und Thallium(I)-polyfluorbenzoaten . . . . .	17
<b>3. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>21</b>
3.1. Einleitung . . . . .	21
3.2. Diskussion zu den Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen . . . . .	22

---

<b>4. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>43</b>
4.1. Einleitung . . . . .	43
4.2. Diskussion zu den Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen . . .	46
4.2.1. Decarboxylierungsreaktionen in N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) . . . . .	46
4.2.2. Decarboxylierungsreaktionen in Pyridin . . . . .	56
4.2.3. Zusammenfassung der Ergebnisse der Decarboxylierungsreaktionen in Pyridin . . . . .	59
4.2.4. Strukturbeschreibungen der röntgenographisch charakterisierten Verbindungen . . . . .	60
4.2.5. Vergleich der charakterisierten Verbindungen . . . . .	87
<b>5. Überprüfung der biologischen Aktivität</b>	<b>101</b>
5.1. Einleitung . . . . .	101
5.2. <i>In vitro</i> -Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften . . . . .	106
5.3. Diskussion der Ergebnisse der <i>in vitro</i> -Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften . . . . .	107
5.4. Zusammenfassung der Ergebnisse der <i>in vitro</i> -Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften . . . . .	114

**III. Experimenteller Teil** **116****6. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren** **117**

- 6.1. Reaktionsdurchführung . . . . . 117
- 6.2. Charakterisierung der isolierten Hauptprodukte . . . . . 119
- 6.2.1. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-benzoesäure  $4\text{-MeOC}_6\text{F}_4\text{CO}_2\text{H}$  . . . . . 119
- 6.2.2. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-benzoesäure  $4\text{-EtOC}_6\text{F}_4\text{CO}_2\text{H}$  . . . . . 121
- 6.2.3. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoesäure  $4\text{-nPrOC}_6\text{F}_4\text{CO}_2\text{H}$  . . . . . 124
- 6.2.4. 3,5,6-Trifluor-2,4-bisethoxy-benzoesäure  $2,4\text{-(EtO)}_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$  . . . . . 127
- 6.2.5. 3,5,6-Trifluor-2,4-bis(2-propoxy)-benzoesäure  $2,4\text{-(iPrO)}_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$  . . . . . 130

**7. Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate** **133**

- 7.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte . . . . . 133
- 7.1.1. Thallium(I)-pentafluorbenzoat  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$  . . . . . 134
- 7.1.2. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  . . . . . 134
- 7.1.3. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-benzoat  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OEt}$  . . . . . 137
- 7.1.4. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoat  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OnPr}$  . . . . . 138
- 7.1.5. Thallium(I)-3,5,6-trifluor-2,4-bisethoxy-benzoat  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_3(\text{EtO})_2$  . . . . . 138
- 7.1.6. Kalium-pentafluorbenzoat  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$  . . . . . 139
- 7.1.7. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  . . . . . 139
- 7.1.8. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-benzoat  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OEt}$  . . . . . 140
- 7.1.9. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoat  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OnPr}$  . . . . . 140

---

<b>8. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>141</b>
8.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte . . . . .	141
8.1.1. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppe)] . . . . .	143
8.1.2. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	143
8.1.3. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppb)] . . . . .	143
8.1.4. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppey)] . . . . .	144
8.1.5. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppbe)] . . . . .	144
8.1.6. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	144
8.1.7. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)] . . . . .	148
8.1.8. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)] . . . . .	151
8.1.9. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	154
8.1.10. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)] . . . . .	156
8.1.11. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] . . . . .	159
8.1.12. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppey)] . . . . .	161
8.1.13. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> ](dppbe)] . . . . .	162
8.1.14. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	165
8.1.15. [Pt(dmpe) <sub>2</sub> ][PtCl <sub>4</sub> ] . . . . .	166

---

<b>9. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>169</b>
9.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte . . . . .	169
9.1.1. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] . . . . .	175
9.1.2. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] . . . . .	175
9.1.3. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] . . . . .	179
9.1.4. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	187
9.1.5. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] . . . . .	192
9.1.6. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] . . . . .	192
9.1.7. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] . . . . .	195
9.1.8. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	198
9.1.9. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] . . . . .	199
9.1.10. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	202
9.1.11. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] . . . . .	206
9.1.12. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	209
9.1.13. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)] . . . . .	213
9.1.14. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)] . . . . .	213
9.1.15. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] . . . . .	214
9.1.16. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	214
9.1.17. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] . . . . .	217
9.1.18. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)] . . . . .	220
9.1.19. Pt <sub>5</sub> Cl <sub>4</sub> (dppm) <sub>3</sub> · 3 NMP . . . . .	223

---

9.1.20. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] . . . . .	226
9.1.21. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	230
9.1.22. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] . . . . .	233
9.1.23. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	237
9.1.24. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] . . . . .	241
9.1.25. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] . . . . .	244
9.1.26. [PtXY(dpppe)] <sub>m</sub> -Komplexe . . . . .	248
9.1.27. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)] . . . . .	258
9.1.28. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)] . . . . .	258
9.1.29. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)] . . . . .	259
9.1.30. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)] . . . . .	261
9.1.31. <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] . . . . .	264
9.1.32. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	265
9.1.33. <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)] . . . . .	268
<b>10. Methoden zur Produktcharakterisierung</b>	<b>269</b>
10.1. Coulter Counter Multisizer . . . . .	269
10.2. Röntgenographische Methoden . . . . .	270
10.2.1. Einkristall-Verfahren . . . . .	270
10.2.2. Pulverdiffraktometrie . . . . .	273
10.3. Grundlagen der NMR-Spektroskopie . . . . .	273
10.4. Grundlagen der Infrarot-Spektroskopie . . . . .	274

---

<b>11. Verwendete Chemikalien, Geräte und Computerprogramme</b>	<b>276</b>
11.1. Verwendete Chemikalien . . . . .	276
11.2. Verwendete Geräte . . . . .	277
11.3. Verwendete Computerprogramme . . . . .	277
<b>IV. Zusammenfassung</b>	<b>279</b>
<b>V. Anhang</b>	<b>288</b>
<b>12. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren</b>	<b>289</b>
12.1. 4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H . . . . .	289
12.2. 4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H · 0,5 C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> . . . . .	289
12.3. 4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H . . . . .	291
12.4. 2,4-(EtO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H . . . . .	291
12.5. 2,4-(iPrO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H . . . . .	292
<b>13. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat</b>	<b>294</b>
13.1. TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe . . . . .	294



---

<b>14. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>295</b>
14.1. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	295
14.2. <i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)] . . . . .	296
14.3. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)] . . . . .	296
14.4. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> . . . . .	297
14.5. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)] . . . . .	298
14.6. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] · NMP . . . . .	299
14.7. <i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)] . . . . .	301
14.8. [Pt(dmpe) <sub>2</sub> ][PtCl <sub>4</sub> ] . . . . .	302
<b>15. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe</b>	<b>304</b>
15.1. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] . . . . .	304
15.2. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] . . . . .	305
15.3. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton . . . . .	307
15.4. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton . . . . .	310
15.5. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] . . . . .	312
15.6. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] . . . . .	313
15.7. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] . . . . .	314
15.8. <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton . . . . .	317
15.9. <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] . . . . .	319
15.10 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton . . . . .	322

---

15.11 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	324
15.12 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py . . . . .	325
15.13 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)] . . . . .	326
15.14 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] . . . . .	327
15.15 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton . . . . .	328
15.16 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton . . . . .	329
15.17 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton . . . . .	331
15.18 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton . . . . .	333
15.19 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton . . . . .	335
15.20 <i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ){ $\mu$ -(dpppe)} <sub>2</sub> Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ] . . . . .	337
15.21 <i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ){ $\mu$ -(dpppe)} <sub>2</sub> PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )] · 2 Aceton . . . . .	340
15.22 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)] . . . . .	341
15.23 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)] . . . . .	343
15.24 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)] . . . . .	345
<b>16. Platin-Verbindungen mit zweizähligen Phosphanliganden</b>	<b>346</b>
16.1. <i>cis</i> -[Pt(CO <sub>3</sub> )(dpppe)] . . . . .	346
16.2. Pt <sub>5</sub> Cl <sub>4</sub> (dppm) <sub>3</sub> · 3 NMP . . . . .	347

# **Teil I.**

## **Einleitung**

## Einleitung

Seit mehr als zwanzig Jahren wird „Cisplatin“ (*cis*-Diammindichloroplatin(II),  $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ ) (Abb. 0.1) zur chemotherapeutischen Behandlung von bestimmten Krebsarten eingesetzt.

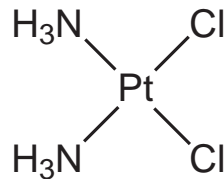


Abbildung 0.1.: „Cisplatin“, *cis*-Diammindichloroplatin(II)

Dennoch bleibt die Suche nach neuen Verbindungen zur medizinischen Anwendung als Chemotherapeutikum ein aktuelles Thema, da der Anwendungsbereich von „Cisplatin“ eingeschränkt ist und die Therapie mit sehr unangenehmen Nebenwirkungen einhergeht:

- Zu den Nebenwirkungen der Therapie mit „Cisplatin“ gehören neben einer Schädigung des Gehirns und der Nieren, Haarverlust, Übelkeit, Erbrechen, Hörschäden und Gefühlsverlust [1]. Einige dieser Nebenwirkungen können jedoch durch Verabreichen von intravenösen Wassergaben und Rezeptor-Antagonisten (wie z. B. Ondansetron) gemildert werden [2].
- Neben diesen unerwünschten Eigenschaften sind manche Tumore biologisch resistent gegenüber „Cisplatin“ oder können nach erfolgreicher Therapie eine Resistenz entwickeln [3]. Manche Arten von Krebs - wie Leukämie - können überhaupt nicht mit „Cisplatin“ behandelt werden.

Die zahlreichen in der Folgezeit zur Krebstherapie entwickelten Platinkomplexe folgen alle einem bestimmten Bauprinzip, wobei die unten genannten Struktur-Aktivitäts-Regeln erfüllt sein müssen [4, 5]:

- *cis*-Geometrie
- ungeladene Komplexe
- zwei in *cis*-Stellung befindliche Amine mit mindestens einem gebundenen Wasserstoffatom

- mittelstark gebundene Abgangsgruppen (da aus einer zu schwachen oder zu starken Bindung eine hohe Toxizität bzw. Inaktivität der gesamten Verbindung resultiert).
- darüber hinaus müssen Platin(IV)-Komplexe oktaedrisch koordiniert sein, wobei sich Chlorid- oder Hydroxid-Liganden in axialer Stellung befinden [6].

„Carboplatin“ (*cis*-[Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(1,1-cyclobutandicarboxylat)]) (Abb. 0.2) stellt ein Krebsmedikament der zweiten Generation dar und folgt den oben genannten Regeln. Das Medikament weist zwar weniger Nebenwirkungen auf, unterscheidet sich aber im Wirkungsspektrum kaum von dem des „Cisplatin“ [1]. Des Weiteren existiert eine Kreuzresistenz. Dies bedeutet, dass bei auftretender Resistenz der Tumorzellen nach erfolgreicher Therapie das eine Medikament nicht durch das andere ersetzt werden kann. Es wird angenommen, dass die Kreuzresistenz auf Grund eines ähnlichen Wirkungsmechanismus beider Substanzen auftritt [2].

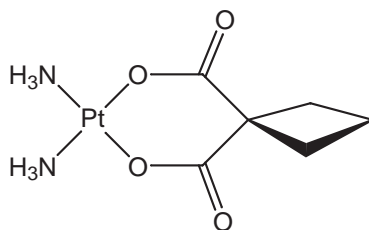


Abbildung 0.2.: „Carboplatin“, *cis*-[Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(1,1-cyclobutandicarboxylat)]

Die letzten Jahre haben gezeigt, dass entscheidende Fortschritte in der Entwicklung neuartiger Verbindungen mit erfolgversprechenden Eigenschaften durch Verlassen der seinerzeit aufgestellten Struktur-Aktivitäts-Regeln erzielt werden können, da man vermutet, dass von den Regeln abweichende Verbindungen („Rule Breaker“) anders als „Cisplatin“ mit der DNA interferieren [7, 2].

Eine Klasse dieser „Rule Breaker“ sind Verbindungen, in denen keine Stickstoff-, sondern Phosphorliganden zur Komplexbildung mit zweiwertigem Platin eingesetzt werden.

Die zweizähligen Phosphan-Liganden bieten sich für die Synthese und Untersuchung neuer „Rule Breaker“-Komplexe besonders an, da zum einen sowohl die freien Liganden, als auch als deren Kupfer-, Silber- und Gold-Komplexe vielversprechende zellteilungshemmende Eigenschaften aufweisen [8] und zum anderen von dieser Ligandenklasse eine ganze Reihe Verbindungen erhältlich ist, die eine systematische Überprüfung des Einflusses der unterschiedlich langen, verbrückenden Kette und des Phenyl- bzw. Alkyl-Substituenten am Phosphor auf die Koordinationssphäre des Zentralatoms und die zellteilungshemmenden Eigenschaften zulässt.

Erste *in vitro*-Untersuchungen der zellteilungshemmenden Eigenschaften von Platin(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphan-Liganden wie *cis*-Chloropentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]) (Abb. 0.3) an L1210 murinen Leukämiezellen zeigten im Gegensatz zu jenen der entsprechenden Dichloro-Verbindungen erfolgversprechende Ergebnisse [9]. Dies deutet auf einen zusätzlichen Einfluss des Pentafluorphenyl-Liganden auf die Cytotoxizität hin.

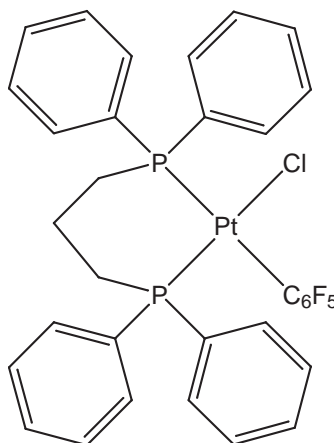


Abbildung 0.3.: *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

## Forschungsziele

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, systematisch eine Reihe von zweizähligen Platin(II)- und Palladium(II)-Phosphan-Komplexen der Art *cis*-[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (mit M = Pt, Pd; X, Y = Cl, C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R' (R' = F, OMe, OEt, OnPr); R = Ph, Et, Me; n = 1-5) zu synthetisieren, deren Strukturen aufzuklären und an ausgewählten Beispielen die cytotoxischen Eigenschaften zu untersuchen.

Als Syntheseroute zur Darstellung der gewünschten Verbindungen wurde die mit hohen Ausbeuten ablaufende Decarboxylierungsreaktion gewählt. Hierbei werden zur Synthese der Polyfluorphenyl-Komplexe die entsprechenden Dichloro-Komplexe in Pyridin mit dem entsprechenden Thallium(I)-polyfluorbenzoat umgesetzt (Abb. 0.4).

Die benötigten 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-benzoesäuren sollten hierbei durch nucleophile aromatische Substitutionsreaktionen von den entsprechenden Natrium-Alkoholaten an Pentafluorbenzoesäure hergestellt werden.

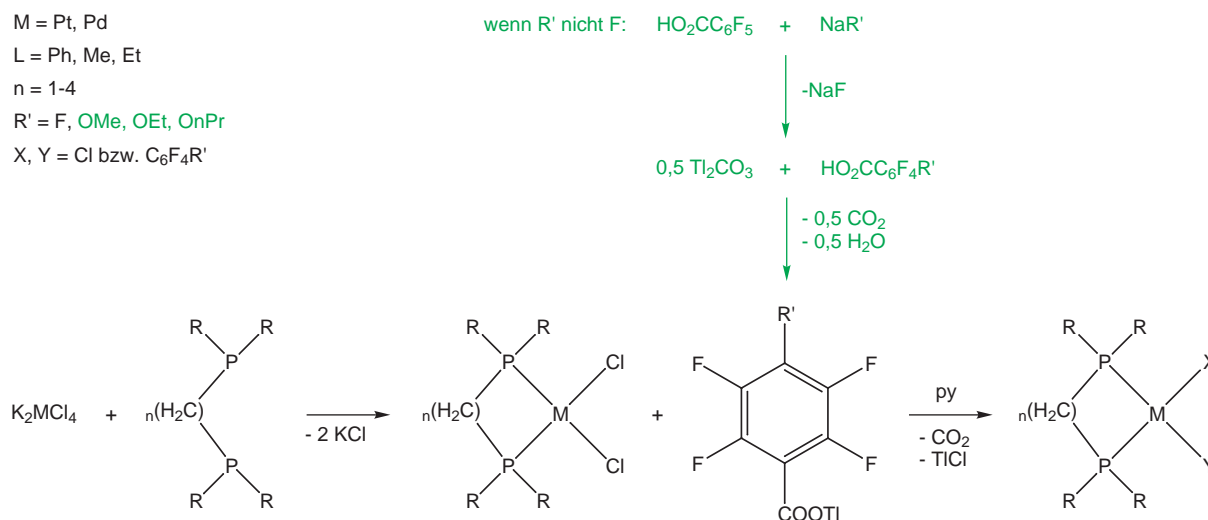


Abbildung 0.4.: Syntheseroute

Im Rahmen dieser Arbeit wurde nach Möglichkeiten gesucht, die Decarboxylierungsreaktion so zu modifizieren, dass sowohl auf Pyridin als Lösungsmittel, als auch auf Thallium - aufgrund ihrer hohen Toxizität und der zusätzlichen Fähigkeit des Thalliums, Redox-Nebenreaktionen einzugehen - verzichtet werden kann.

Im folgenden speziellen Teil werden jeweils in einzelnen Kapiteln die Synthesen, Kristallstrukturen und NMR-spektroskopischen Besonderheiten der Substanzklassen: Alkoxyperfluorbenzoesäuren, Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate, Dichloro- und Polyfluorphenyl-Komplexe und die Ergebnisse der Untersuchungen der biologischen Aktivität diskutiert.

Der experimentelle Teil beinhaltet sowohl Angaben zur Reaktionsdurchführung und zu den analytischen Daten, als auch eine kurze Einführung in die verwendeten Analyse-Methoden. Der Übersichtlichkeit halber wurden die Tabellen der Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in den Anhang ausgliedert.

Im vierten Teil werden die im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Ergebnisse kapitelübergreifend zusammengefasst.

**Teil II.**

**Spezieller Teil**



# 1. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren

## 1.1. Einleitung

Die nucleophile aromatische Substitution ist eine für Fluoraromaten ( $\text{XC}_6\text{F}_5$ ) typische Reaktion. Die Substitutionsrate wird hierbei in starkem Maße von den elektronenanziehenden und -abstossenden Eigenschaften des Substituenten X bestimmt [10]. Die Orientierungseffekte bei der Zweitsubstitution von Pentafluorphenyl-Verbindungen ( $\text{XC}_6\text{F}_5$ ) zu bifunktionellen Derivaten ( $\text{XC}_6\text{F}_4\text{Y}$ ) sind jedoch in den meisten Fällen stärker von der elektronischen Wirkung der fünf Fluoratome zusammen als jener der Gruppe X abhängig.

Der Orientierungseffekt der fünf Fluoratome lässt sich anhand der orientierenden Eigenschaften des Fluors in der elektrophilen aromatischen Substitution erklären. Hier wird dem Fluor sowohl ein induktiver - Elektronen abziehender - Effekt, als auch ein Elektronen schiebender Resonanzeffekt hauptsächlich in *para*-Stellung zugeschrieben. In Verbindungen des Typs  $\text{XC}_6\text{F}_5$  ist folglich die Elektronendichte am Ringkohlenstoff in *para*-Position zum Ersts substituenten X am geringsten und böte die günstigste Angriffsmöglichkeit für negative Teilchen, sofern der Ersts substituent X nicht sehr stark elektronenabziehend oder -schiebend ist [11].

Sehr stark elektronenschiebende Substituenten deaktivieren eine nucleophile aromatische Substitution und führen bevorzugt, wie z. B. in der Reaktion von Pentafluoranilin mit Ammoniak, zu *meta*-substituierten Produkten, da die Elektronendichten in *ortho*- und *para*-Position durch konjugative Effekte erhöht sind [12].

Der starke Orientierungseffekt der fünf Fluoratome tritt jedoch schon bei der Reaktion von Anisol mit Natriumethanolat deutlich hervor, da hier trotz Anwesenheit eines starken Elektronendonators hauptsächlich das *para*-Produkt gebildet wird [12].

Bei nur schwach elektronenabstossenden oder -anziehenden Substituenten, wie in Pentafluorbenzoat [13], -toluol, -benzol [12] oder -benzaldehyd [14], als auch bei stark elektronenanziehenden Gruppen, wie in Octafluortoluol [15], findet die Zweitsubstitution fast ausschließlich in *para*-Position unter deaktivierendem/aktivierendem Einfluss des Erstsubstituenten statt.

*Ortho*-/*para*-Produktmischungen können jedoch auftreten, wenn der Erstsubstituent X Wasserstoffbrückenbindungen mit dem angreifenden Nukleophil bilden kann. Reaktionen dieser Art laufen bevorzugt in leicht polaren Lösungsmitteln, wie z. B. Diethylether, ab [10]. Ein Beispiel hierfür ist die Reaktion von Pentafluornitrobenzol mit Natrium-Methanolat, die in Methanol nur zu 8%, in Diethylether hingegen mit 3,8% Methanol zu 50% *ortho*-Substitution führt [16].

## 1.2. Diskussion zu den Alkoxyfluorbenzoesäuren

Die Darstellung der Alkoxyfluorbenzoesäuren erfolgte analog zur Synthese der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxybenzoesäure nach J. Burdon, W. B. Hollyhead und J. C. Tatlow [13] durch Reaktion von Pentafluorbenzoesäure mit dem entsprechenden Natrium-Alkoholat.

Neben den verwendeten Natrium-Alkoholaten wurden das stöchiometrische Verhältnis von Säure zu Alkoholat, der Trocknungsgrad des Alkohols und die Reaktionszeit variiert. Des Weiteren wurde in einer Reaktion das Kaliumsalz der Pentafluorbenzoesäure anstelle der Säure selbst umgesetzt.

Die Ergebnisse der NMR-spektroskopischen Untersuchungen der Rohprodukte zeigen, dass die Reaktion nicht nur zu den *para*- sondern auch zu *ortho*- und 2,4-Substitutionsprodukten führt (siehe Abbildung 9.6).

Die Zuordnung der Signale geschah unter Zuhilfenahme von Literaturdaten, mittels Inkrementmethoden berechneten chemischen Verschiebungen und  $^{19}\text{F}$ -Kopplungskonstanten.

Die verwendete Inkrementmethode wurde von M. I. Bruce beschrieben [17]. Die mit dieser Methode für die methoxysubstituierten Produkte berechneten chemischen Verschiebungen sind in den Tabellen 1.1, 1.2 und 1.3 aufgeführt.

*Para*-Methoxytetrafluorbenzol wurde zur Abschätzung der Größenordnung der  $^{19}\text{F}$ -Kopplungskonstanten herangezogen [18]. Die in dieser Verbindung vorhandenen Fluoratome weisen mit den zu ihnen *ortho*-, *meta*- und *para*-ständigen Fluoratomen Kopplungskonstanten von  $^3J_{\text{ortho}}(\text{F},\text{F})$  20,4 Hz,  $^4J_{\text{meta}}(\text{F},\text{F})$  1,8 Hz und  $^5J_{\text{para}}(\text{F},\text{F})$  9,6 Hz auf.

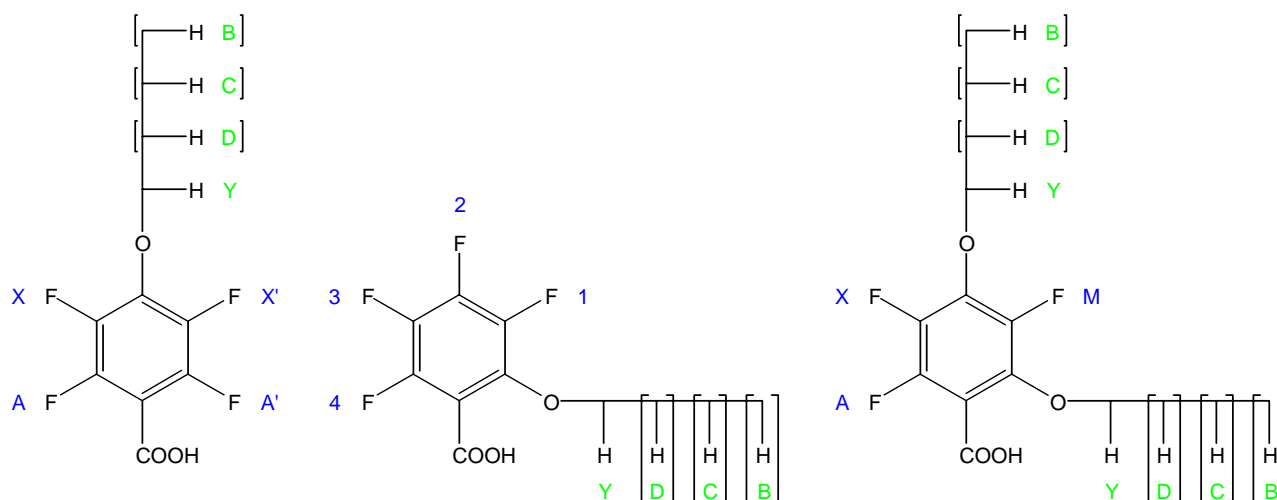


Abbildung 1.1.: 4-, 2- und 2,4-alkoxysubstituierte Produkte

Die  $^{19}\text{F}$ -NMR Daten der 4-, 2- und 2,4-Alkoxyfluorbenzoesäuren sind in den Tabellen 1.1, 1.2 und 1.3 zusammengefasst.

Die Fluoratome der 4-Alkoxy-substituierten Produkte bilden wie erwartet ein AA'XX'-Spinsystem mit zwei Fluorsignalen gleicher Intensität. Das Multipllett bei -141,5 ppm kann aufgrund des abschirmenden Einflusses der Säuregruppe den Fluoratomen A und A' zugeordnet werden, wohingegen das Multipllett bei -157,5 ppm den durch die Alkoxygruppe stärker abgeschirmten Fluoratomen X und X' entspricht. Literaturdaten [19] und berechnete chemische Verschiebungen stimmen im Rahmen der Fehler gut überein.

Im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum sind für die Wasserstoffatome Y der Alkoxygruppen (im Falle des Ethoxy- und 2-Propoxy-Substituenten auch für die Wasserstoffatome B) Kopplungen mit den Fluoratomen X und X' zu beobachten. Die gemessenen chemischen Verschiebungen und Kopplungskonstanten stimmen recht gut mit den Literaturwerten überein [13, 19].

Tabelle 1.1.:  $^{19}\text{F}$ -NMR der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-benzoesäuren -  $\delta$  in ppm

R	$\delta_{\text{AA}'}$	$\delta_{\text{XX}'}$
Me <sub>ber.</sub>	-141,2	-157,4
Me	-141,47	-158,25
Et*	-141,51	-157,51
nPr	-141,57	-157,55
nBu	-141,47	-157,49
iPr	-141,56	-156,41

\* -141,0, m, 2F und -157,4, m, 2F [19].

Tabelle 1.2.:  $^{19}\text{F}$ -NMR der 2,3,5,6-Tetrafluor-2-alkoxy-benzoesäuren -  $\delta$  in ppm, J in Hz

R	$\delta_4$	$^3\text{J}(3-4)$	$^5\text{J}(1-4)$	$^4\text{J}(2-4)$	$\delta_2$	$^3\text{J}(2-(1,3))$	$^4\text{J}(2-4)$	$\delta_1$	$^3\text{J}(1-2)$	$^5\text{J}(1-4)$	$\delta_3$	$^3\text{J}(3-4)$	$^3\text{J}(2-3)$
Me <sub>ber.</sub>	-141,2				-153,5			-157,4			-163,8		
Me	-142,94	22,30	9,40	2,66	-154,72	19,84	2,66	-155,91	19,70	9,47	-163,87	22,30	20,20
Et	-143,08	22,36	9,38	2,63	-155,00	19,82	2,63	-155,36	19,82	9,47	-164,01	22,45	19,99
nPr	-143,17	22,34	9,28	2,61	-155,10	19,86	2,61	-155,42	19,99	9,28	-164,23	22,34	19,99
nBu	-143,12	22,34	9,38	2,63	-154,93	19,92	2,63	-155,34	19,71	9,38	-164,15	22,34	20,02
iPr	-143,25	22,41	9,29	2,48	-155,32	20,06	2,48	-154,00	19,94	9,29	-164,23	22,29	20,31

Tabelle 1.3.:  $^{19}\text{F}$ -NMR der 3,5,6-Trifluor-2,4-bisalkoxy-benzoesäuren -  $\delta$  in ppm, J in Hz

R	$\delta_A$	$^3\text{J}(A-X)$	$^5\text{J}(A-M)$	$\delta_M$	$^5\text{J}(A-M)$	$^4\text{J}(M-X)$	$\delta_X$	$^3\text{J}(A-X)$	$^4\text{J}(M-X)$
Me <sub>ber.</sub>	-143,1			-152,9			-159,3		
Me	-144,10	21,46	10,03	-150,43	10,03	2,66	-158,75	21,46	2,66
Et	-144,23	21,67	10,08	-149,14	10,08	2,41	-158,21	21,67	2,41
nPr	-144,35	21,69	10,19	-149,18	9,93		-158,38	21,69	
nBu	-144,30	21,71	10,12	-149,14	10,12		-158,32	21,71	
iPr	-144,45	22,12	10,15	-146,51	10,15	2,14	-157,38	22,01	2,14

2-Alkoxy-substituierte Produkte zeigen vier Fluorsignale gleicher Intensität. Die gemessenen chemischen Verschiebungen liegen in dem gleichen Bereich wie die berechneten. Des Weiteren bestätigen die gemessenen Kopplungskonstanten die Zuordnung der Fluoratome zu den Signalen.

Die Fluoratome der 3,5,6-Trifluor-2,4-bisalkoxy-benzoesäuren bilden ein Spinsystem, welches man im Fall der geradkettigen Alkoxygruppen als AMX-Typ bezeichnen kann. Die drei Fluorsignale gleicher Intensität konnten anhand des Kopplungsschemas, der berechneten chemischen Verschiebungen und Literaturdaten erfolgreich zugeordnet werden. Die Ergebnisse von Einkristalluntersuchungen bestätigen die Interpretation der  $^{19}\text{F}$ -NMR Spektren.

Zwei verschiedene Protonensignalsätze, die jeweils den Substituenten in 2- bzw. 4-Position entsprechen und ähnliche Kopplungsmuster wie die monosubstituierten Analoga aufweisen, treten in den  $^1\text{H}$ -NMR-Spektren der 3,5,6-Trifluor-2,4-bisalkoxy-benzoesäuren auf.

Die prozentuale Verteilung der Haupt- und Nebenprodukte wurde anhand von  $^{19}\text{F}$ -NMR-Daten abgeschätzt. Die prozentuale Verteilung der Produkte und der in manchen Fällen noch vorliegenden Pentafluorbenzoesäure wird in Tabelle 1.4 aufgeführt.

Tabelle 1.4.: Abschätzung der prozentualen Verteilung der Haupt- und Nebenprodukte der Reaktionen an Hand von  $^{19}\text{F}$ -NMR-Daten

R	Reaktion	Edukt	$n_{\text{Na}}:n_{\text{Ed}}$	Produkte [%]				T [°C]
				p	o	2,4	Säure	
Me	1	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	3,71	92	0,5	3	0	65
	2	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,30	95	1,5	0,5	0,5	65
Et	3	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,49	65	10	22	0	78
	4	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,30	75	12	13	0	78
	5	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,00	72	14	1	13	78
	6	$\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	1,00	75	6	1,5	15	78
Et	7	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	3,82	13	0	83	0	78
nPr	8	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,30	52	23	22	0	97
iPr	9	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,69	32	28	30	0	82
iPr	10	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	3,94	2	4	73	0	82
nBu	11	$\text{HO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$	2,30	19	41	34	0	110

Aus dem Vergleich der Daten geht hervor, dass die Synthese der 4-Methoxytetrafluorbenzoesäure, auch bei Umsatz mit einem grösseren Überschuss an Methanolat sehr selektiv erfolgt. Mit steigender Kettenlänge der Alkoxygruppe sinkt die Selektivität jedoch erheblich, bis hin zu einer fast statistischen Verteilung der möglichen Produkte.

Abgesehen von dem unterschiedlichen chemischen Verhalten der Nucleophile könnte die mit steigender Kettenlänge steigende Reaktionstemperatur einen Einfluss auf die starke Abnahme der Selektivität haben.

Die Produktverteilungen der Reaktionen 3 bis 6 zeigen deutlich, wie sensibel das System schon bei Verwendung des Ethanolates auf das Verhältnis der Reaktionspartner reagiert. So findet bei den stöchiometrisch angesetzten Reaktionen 5 und 6 zwar kaum Zweifachsubstitution statt, jedoch werden ca. 15 Prozent des Eduktes nicht umgesetzt. Wird hingegen ein leichter Überschuss wie in Reaktion 4 verwendet, kommt es zur Bildung des 2,4-disubstituierten Produktes.

Des Weiteren zeigen die Ergebnisse von Reaktion 6, dass die Synthese von 4-Alkoxy-tetrafluorbenzoesäure auch über das Kaliumsalz der Pentafluorbenzoesäure durch Umsatz mit einem Äquivalent Alkoholat möglich ist. Obwohl zuerst das Kaliumsalz hergestellt werden muss, welches jedoch mit Ausbeuten über 98 % erhalten werden kann, bietet sich dieser Syntheseweg an, da aufgrund einer geringeren Alkoxy-Ionen-Konzentration weniger Nebenreaktionen stattfinden.

Der Trocknungsgrad des Alkohols zeigte nur geringe Auswirkungen. Verunreinigungen durch 2,3,5,6-Tetrafluor-4-hydroxy-benzoesäure (<3 %) ( $^{19}\text{F}$ -NMR in ppm: -141,9, 2F, m und -162,5, 2F, m; ber. [17]: -140,7 und -163,1) konnten jedoch festgestellt werden.

Die Reaktionen und Produkte des 2-Propoxy-Substituenten wichen erwartungsgemäß von jenen der geradkettigen Substituenten ab. So werden - wahrscheinlich aufgrund einer Wasserstoffbrückenbindung zwischen der Carboxylatgruppe und dem Nucleophil - Angriffe in *ortho*-Position stärker bevorzugt. Im Gegensatz zu den geradkettigen Nucleophilen trat hier auch das zweifach *ortho*-substituierte Produkt 3,4,5-Trifluor-1,6-(2-propoxy)-benzoesäure ( $^{19}\text{F}$ -NMR in ppm: -155,9, 2F, d und -158,3, 1F, t mit  $^3J = 19,94$  Hz)(6%) auf.

Zusätzlich treten in der Kristallstruktur von 2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H kurze H $\cdots$ F-Abstände auf, die auf C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen beruhen könnten (siehe Abbildung 1.2).

Vergleicht man diese mit jenen in der Kristallstruktur von 2,4-(EtO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H (siehe Tabelle 1.5), so sind die H $\cdots$ F- und C $\cdots$ F-Abstände in 2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H zum einen kürzer und zum anderen die Winkel günstiger. Des Weiteren besitzen H8 und H11 des 2-Propoxysubstituenten

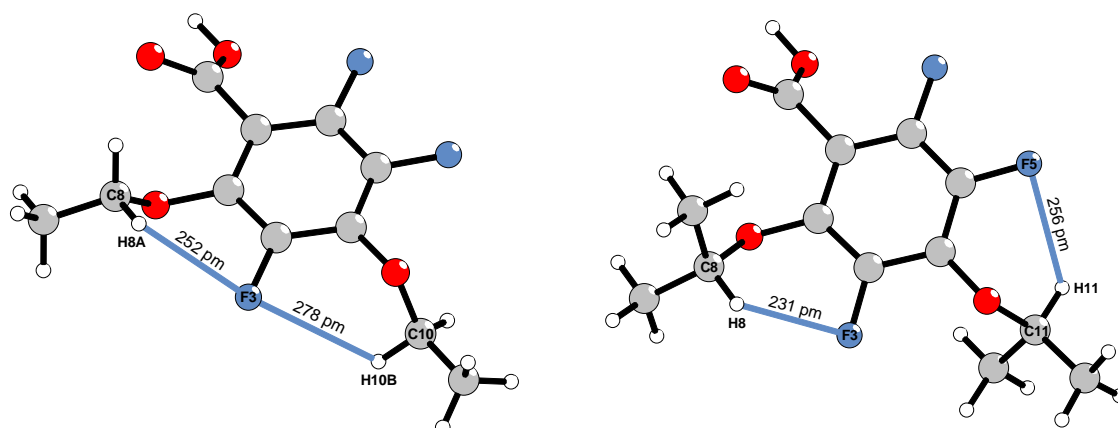


Abbildung 1.2.: Intramolekulare C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in 2,4-(EtO) $_2$ C $_6$ F $_3$ -CO $_2$ H und 2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H

eine viel höhere Acidität. Die Ausrichtung der 2-Propoxygruppen auf die Fluoratome F3 und F5 wird in der Kristallstruktur wahrscheinlich aufgrund von Packungseffekten erzwungen. In Lösung ist eine Ausrichtung beider 2-Propoxygruppen auf das Fluoratom F3 möglich.

Tabelle 1.5.: Intramolekulare C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in 2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H

	D-H	d(D-H)	d(H $\cdots$ A)	<(DHA)	d(D $\cdots$ A)	A
2,4-(EtO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H	C8-H8A	97	252	307,2(5)	116,2	F3
	C10-H10B	97	278	327,3(6)	112,5	F3
2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H	C8-H8	97(2)	231(2)	296,8(2)	124(1)	F3
	C11-H11	102(2)	256(2)	317,2(2)	118(1)	F5

In allen im Rahmen dieser Arbeit aufgeklärten Alkoxyfluorbenzoesäure-Kristallstrukturen liegen die Moleküle über O-H $\cdots$ O-Wasserstoffbrückenbindungen zu Dimeren gepaart vor (siehe Tab. 1.6).

Tabelle 1.6.: OH $\cdots$ H-Wasserstoffbrückenbindung in Alkoxyfluorbenzoesäuren

	D-H	d(D-H)	d(H $\cdots$ A)	<(DHA)	d(D $\cdots$ A)	A
HO $_2$ CC $_6$ F $_5$ [20]	O2-H1	98,6	168,6	172,83	266,8	O1
HO $_2$ CC $_6$ F $_5$ [21]	O2-H1	101,5	164,2	176,60	265,6	O1
4-MeOC $_6$ F $_4$ CO $_2$ H	O2-H1	86,2	178,6	174,95	264,6	O1
4-EtOC $_6$ F $_4$ CO $_2$ H	O2A-H1A	94,6	168,3	177,58	262,9	O1B
4-EtOC $_6$ F $_4$ CO $_2$ H	O2B-H1B	104,5	162,7	158,27	262,5	O1A
4-nPrOC $_6$ F $_4$ CO $_2$ H	O2-H1	82,8	182,2	172,76	264,6	O1
2,4-(EtO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H	O2-H1	93,2	171,6	176,11	264,7	O1
2,4-(iPrO) $_2$ C $_6$ F $_3$ CO $_2$ H	O2-H1	93,1	173,7	176,84	266,8	O1

Der Vergleich der Kristallstrukturen der literaturbekannten Pentafluorbenzoesäure und der isolierten Produkten zeigt zum einen innerhalb der Alkoxy-Derivate eine systematische Steigerung der Torsion der Carbonsäure- und der Alkoxygruppe bezüglich der Phenylebene mit steigender Komplexität der Substituenten, zum anderen eine unerwartete Erhöhung der Symmetrie (siehe Tabelle 1.7).

In den Kristallstrukturen von  $C_6F_5CO_2H$ , 4-MeOC $_6F_4CO_2H$  und 4-EtOC $_6F_4CO_2H$  bilden die Benzoesäuremoleküle Ebenen, aus denen die Moleküle jedoch - je nach Stärke der Torsion der Substituenten - leicht verkippt sind (siehe Abbildung 1.3). Entsprechend der stärkeren Torsion der 1-Propoxy- und der beiden zweifach substituierten Verbindungen richten sich die Aromaten zwar parallel aus, liegen jedoch verkippt in parallelen Schichten vor (siehe Abbildung 1.4). Im Fall der 2,4-(EtO) $_2C_6F_3CO_2H$  sind diese parallelen Schichten zueinander zusätzlich alternierend verdreht (siehe Abbildung 1.5).

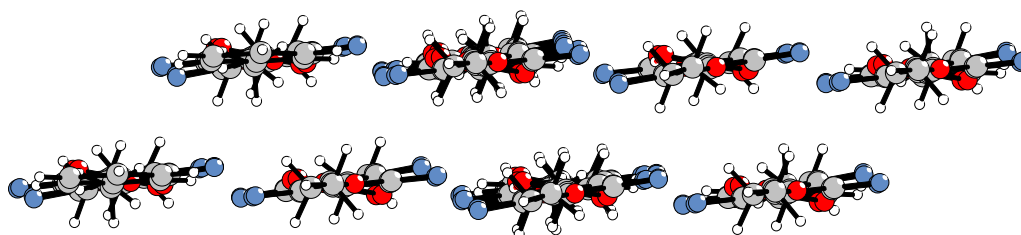


Abbildung 1.3.: 4-EtOC $_6F_4CO_2H$

Mit der beschriebenen Methode war es möglich, 4-MeOC $_6F_4CO_2H$  (74 %), 4-EtOC $_6F_4CO_2H$  (63 %), 4-nPrOC $_6F_4CO_2H$  („52“ %), 2,4-(EtO) $_2C_6F_3CO_2H$  (64 %) und 2,4-(iPrO) $_2C_6F_3CO_2H$  (56 %), mit Ausnahme des 1-Propoxy-Derivates, rein und in hohen Ausbeuten zu erhalten, und deren Kristallstrukturen zu bestimmen.

Im Falle von 4-nPrOC $_6F_4CO_2H$  konnten 10 % Verunreinigungen von *ortho*- und 2,4-substituierten Nebenprodukten nicht durch Umkristallisation aus Toluol entfernt werden. Es war jedoch im anschließenden salzbildenden Reaktionsschritt möglich, durch erneute Umkristallisation das entsprechende Kalium- bzw. Thallium(I)-Salz rein zu erhalten.



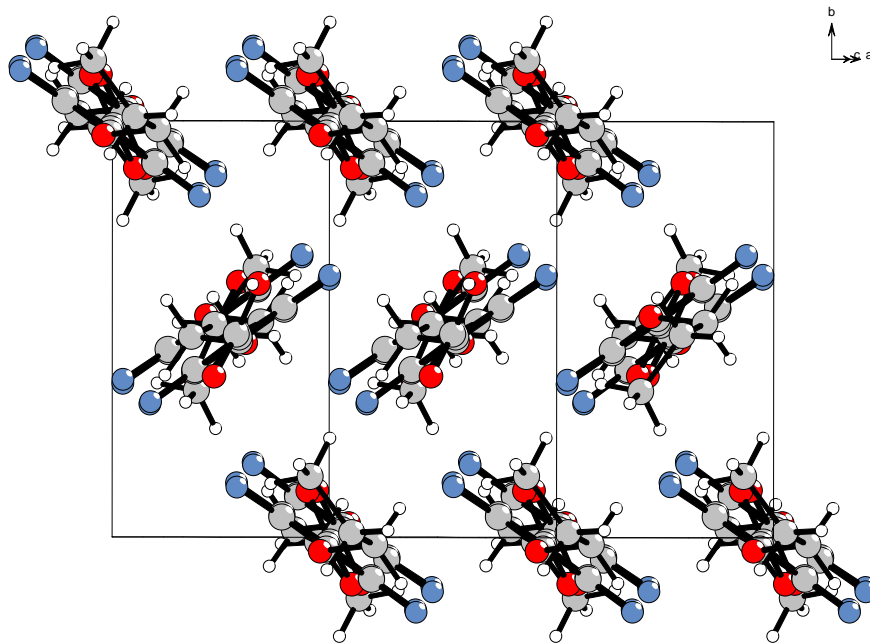
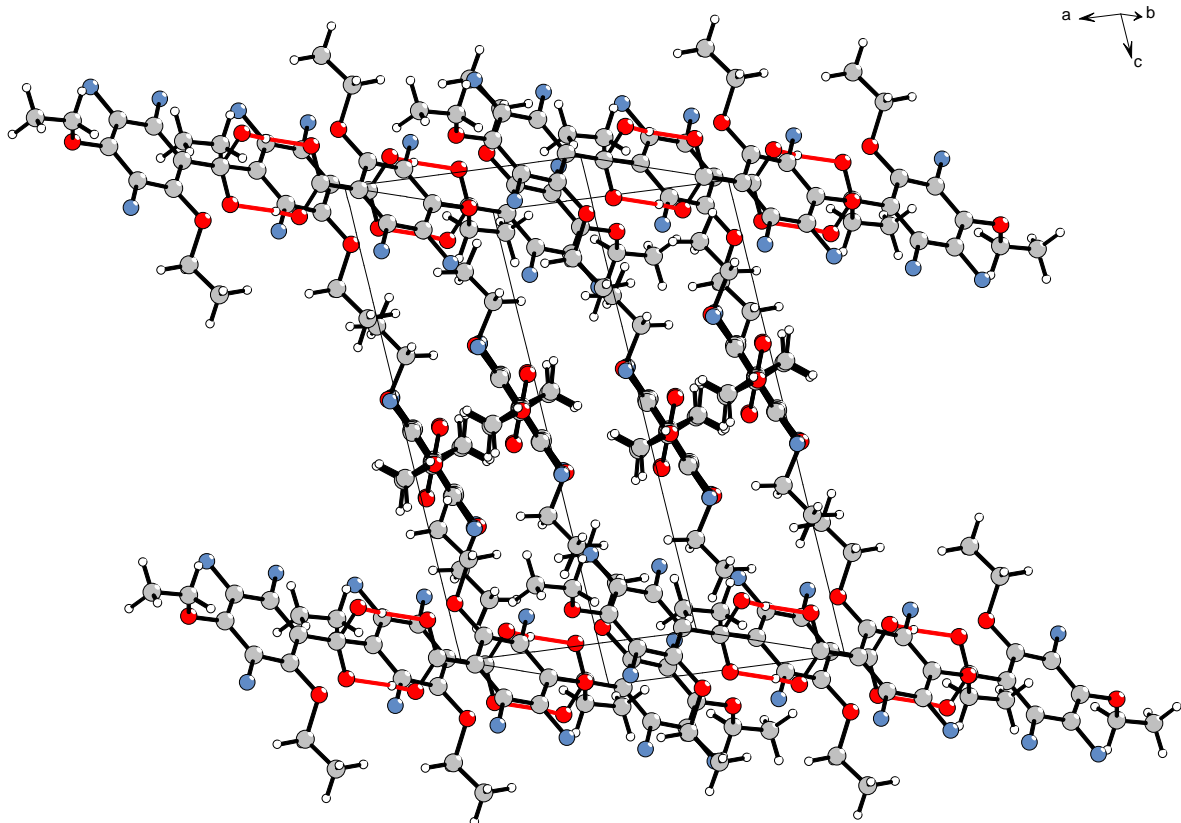
Abbildung 1.4.: 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>HAbbildung 1.5.: 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Tabelle 1.7.: Vergleich einiger ausgewählter Torsionswinkel

	Torsionswinkel			Gitterkonstanten [pm, °]			Raumgruppe
	O1	C7	C1 C2	a	$\alpha$	ZV [ $10^6$ pm <sup>3</sup> ]	
$C_6F_5CO_2H$ [20]	O1	C7	C1 C2	a = 792,5(1)	$\alpha$ = 97,55(1)	359,87	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
				b = 863,7(1)	$\beta$ = 89,65(1)		
				c = 626,2(1)	$\gamma$ = 121,86(1)		
$C_6F_5CO_2HC6F_5$ [21]	O1	C7	C1 C2	a = 619,8	$\alpha$ = 114,90	345,18	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
				b = 777,5	$\beta$ = 97,49		
				c = 800,5	$\gamma$ = 92,03		
4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	O1	C7	C1 C2	a = 424,50(2)	$\alpha$ = 72,274(2)	395,44(3)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
	C5	C4	O3 C8	b = 813,18(3)	$\beta$ = 85,198(2)		
				c = 1233,05(7)	$\gamma$ = 77,294(4)		
4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	O1A	C7A	C1A C2A	a = 720,65(3)	$\alpha$ = 103,809(1)	1172,62(9)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
	C5A	C4A	O3A C8A	b = 1041,04(4)	$\beta$ = 91,115(2)		
	O1B	C7B	C1B C2B	c = 1642,27(8)	$\gamma$ = 100,797(4)		
	C5B	C4B	O3B C8B				
4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	O1	C7	C1 C2	a = 592,00(1)		997,74(4)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
	C5	C4	O3 C8	b = 901,16(2)	$\beta$ = 96,812(1)		
				c = 1883,52(5)			
2,4-(EtO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	O1	C7	C1 C2	a = 813,21(2)		1235,49(7)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
	C1	C2	O3 C8	b = 1010,26(4)	$\beta$ = 100,601(3)		
	C5	C4	O4 C10	c = 1529,96(5)			
2,4-(iPrO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	O1	C7	C1 C2	a = 906,52(2)		1351,45(4)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
	C1	C2	O3 C8	b = 1601,98(3)	$\beta$ = 95,463(2)		
	C5	C4	O4 C11	c = 934,85(1)			

## 2. Kalium- und Thallium(I)-polyfluorbenzoate

### 2.1. Einleitung

Thallium(I)- und Silber(I)-Carboxylate werden seit langer Zeit zur Synthese von Polyfluorphenyl-Metall-Komplexen über Decarboxylierungs-Reaktionen verwendet [22]. Aufgrund sowohl der hohen Toxizität des Thalliums als auch der Fähigkeit beider, zahlreiche Redox-Nebenreaktionen einzugehen, und den hohen Anschaffungs- und Entsorgungskosten, ist jedoch eine Substitution durch Alkali-Carboxylate erwünscht.

Im Rahmen der Staatsexamensarbeit von C. Croonenbroeck [23] wurden erste Versuche der Decarboxylierungsreaktionen von Natrium- und Kaliumpentafluorbenzoat an *cis*-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)]) mit Erfolg unternommen. Es zeigte sich, dass Kaliumpentafluorbenzoat eine höhere Selektivität und Reaktionsbereitschaft als das entsprechende Natrium-Salz aufweist.

### 2.2. Diskussion zu den Kalium- und Thallium(I)-polyfluorbenzoaten

Die Darstellung der Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate durch Umsetzen der entsprechenden Polyfluorbenzoesäuren mit Kaliumhydroxid bzw. Thallium(I)-carbonat in Ethanol bzw. Wasser erwies sich und als sich als gute Möglichkeit, die entsprechenden Salze in hoher Ausbeute zu erhalten (vgl. Tabelle 7.1).

Jedoch ist der Reinheitsgrad des verwendeten Kaliumhydroxids aufgrund dessen hygroskopischen und Carbonat-bildenden Eigenschaften ein zu beachtender Faktor, da hierdurch eine stöchiometrische Einwaage stark erschwert und in der Regel zu wenig Kaliumhydroxid eingesetzt wird. Dies führt zu der Bildung einer gut kristallisierenden Kaliumpentafluorbenzoat-Pentafluorbenzoesäure-Verbindung ( $C_{14}HF_{10}KO_4$ ,  $a = 659,9(1)$  pm,  $b = 734,9(1)$  pm,  $c = 1598,6(1)$  pm,  $\alpha = 97,52(5)^\circ$ ,  $\beta = 91,37(5)^\circ$ ,  $\gamma = 102,77(6)^\circ$ ,  $ZV = 748,459 \cdot 10^6$  pm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $P \bar{1}$  (Nr. 2) [24]), die die Stöchiometrie der folgenden Decarboxylierungsreaktion irritiert. Dies kann bei unbestimmtem Wasser- und Carbonatanteil des Kaliumhydroxides - unter gewissen Ausbeuteverlusten - jedoch verhindert werden, indem ein zehn- bis fünfzehnprozentiger Überschuss verwendet und die Reaktion in ethanolischer Lösung durchgeführt wird. Nach vollendeter Reaktion fällt das Produkt als mikrokristalliner Feststoff aus. Das eventuell noch vorliegende überschüssige Kaliumhydroxid bleibt in Lösung und wird durch Filtration entfernt. Mit diesem Verfahren gelang es auch, die Verbindungen  $TlO_2CC_6F_4OnPr$  und  $KO_2CC_6F_4OnPr$ , trotz eines zehnprozentigen Anteils an Verunreinigungen in der verwendeten 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoesäure, rein zu erhalten.

Obwohl in allen Fällen die Salze schon beim Abkühlen des Reaktionsgemisches als mikrokristalline Niederschläge ausfielen, erwies es sich - trotz Optimierung der Kristallisationsbedingungen - als äußerst schwierig, zur Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle zu erhalten. Dies beruht anscheinend darauf, dass Schichtstrukturen mit äußerst schwachen schichtverbindenden Wechselwirkungen vorliegen, und die Kristalle sich somit bei geringsten von außen einwirkenden Kräften deformieren bzw. überhaupt nicht einkristallin gebildet werden. Dennoch war es möglich, sowohl die Kristallstruktur von  $TlO_2CC_6F_4OMe$  als auch von  $KO_2CC_6F_5$  [23] aufzuklären.

	a	b	c	$\beta$	ZV	Z	Raumgruppe
$TlO_2CC_6F_5$	373,100(5)	3538,08(4)	667,32(1)	92,0877(8)	880,32(2)	4	$P 2_1/n$ (Nr. 14)
$KO_2CC_6F_5$	406,70(6)	3285,8(4)	715,8(1)	122,26(2)	808,8(2)	4	$P 2_1/c$ (Nr. 14) [23]

Die Struktur von Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat weist von der Packungsart starke Ähnlichkeit zu der des Kalium-pentafluorbenzoates ( $KO_2CC_6F_5$ ) [23] auf. In beiden Strukturen liegen vier Formeleinheiten in der Elementarzelle vor. Des Weiteren werden die Kationen von den umgebenen Benzoatanionen zu Doppelschichten verknüpft (Abb. 2.2). Die Benzoatmoleküle koordinieren dabei das Kation sowohl chelatisierend (O/F bzw. O/O) als auch verbrückend (Abb. 2.1).

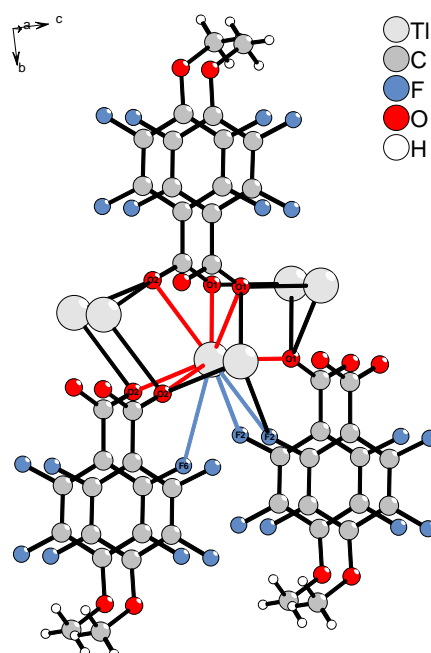
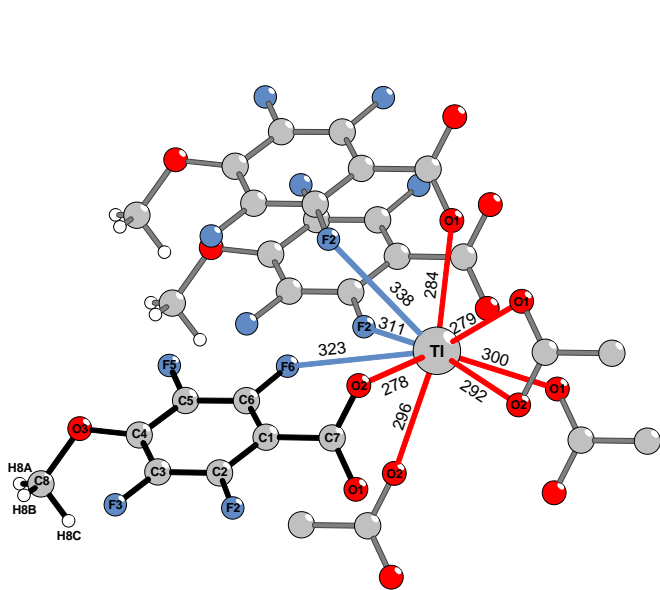


Abbildung 2.1.: Koordinationssphäre des Thalliums  
in  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Abbildung 2.2.: Thalliumdoppelschichten  
parallel (010) in  
 $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Im Gegensatz zur achtfach pseudooktaedrischen Koordination des Kaliumsalzes liegt in der Kristallstruktur von Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat eine neunfache Koordination als verzerrt dreifach überkapptes Prisma vor (Abb. 2.3).

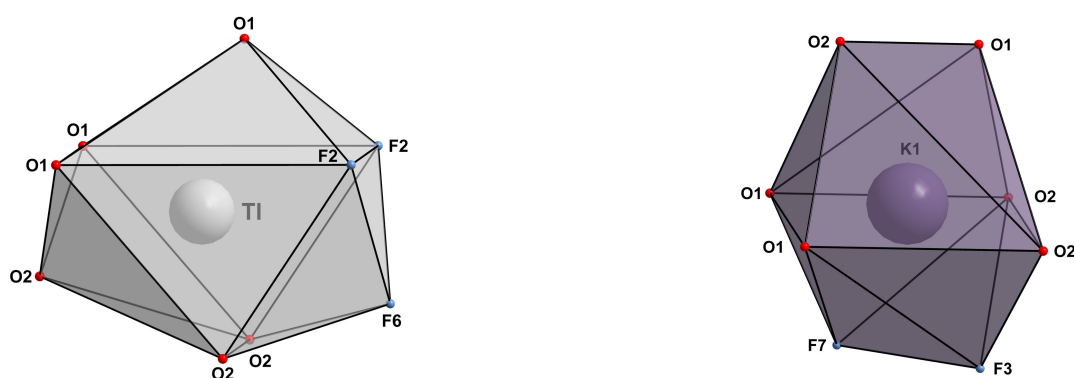


Abbildung 2.3.: Vergleich der Koordinationspolyeder von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  und  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

In der Kristallstruktur von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  existieren zwar  $\text{C}\cdots\text{F}$ -Abstände, die teilweise in der Größenordnung der van-der-Waals-Abstände liegen (Tab. 7.3), jedoch entspricht die Packungsart der des nicht zu  $\text{C-H}\cdots\text{F}$ -Wasserstoffbrückenbindungen fähigen  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$  (Abb. 2.4).

Dies lässt auf einen äußerst geringen Einfluss dieser Wechselwirkungen schließen, würde jedoch die etwas höhere Stabilität der  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$ -Kristalle erklären.

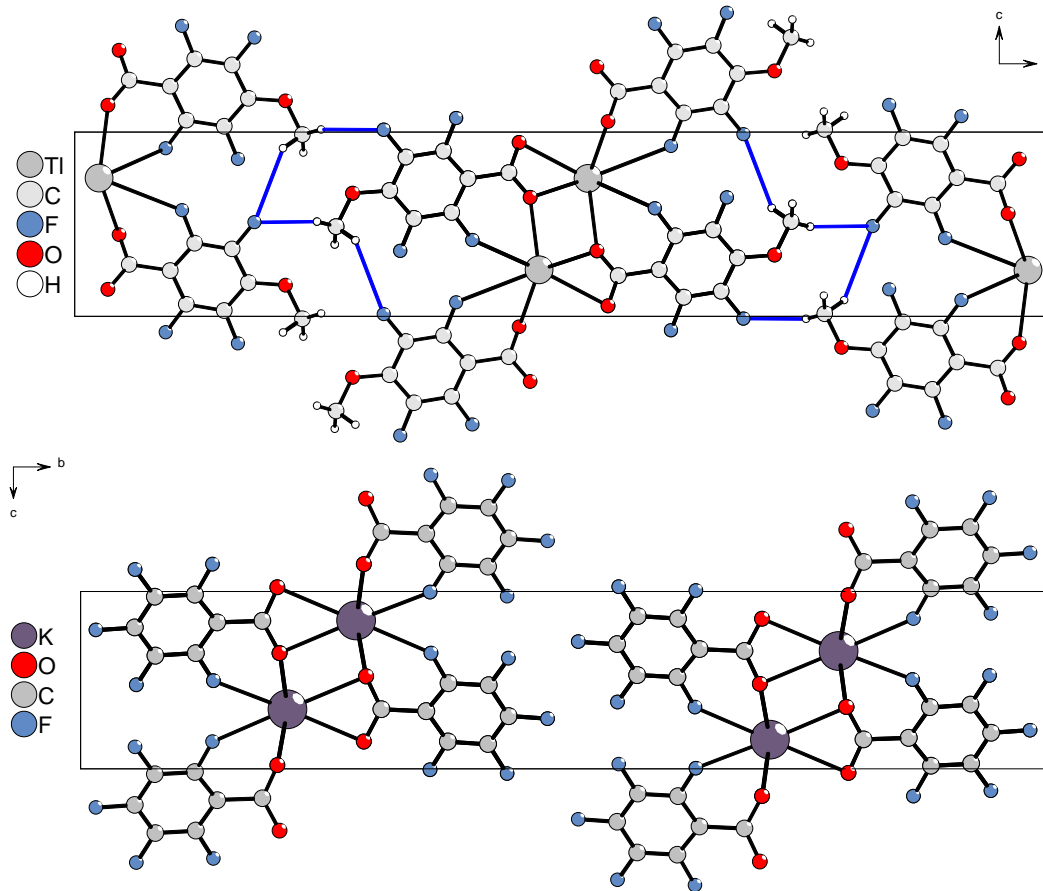


Abbildung 2.4.: Vergleich der Elementarzellen von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  und  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$ , Ansicht entlang  $[100]$  bzw.  $[-100]$ . Mögliche  $\text{C}\cdots\text{F}$ -Wechselwirkungen sind blau markiert.

# 3. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

## 3.1. Einleitung

Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe mit den zweizähligen phenylsubstituierten Phosphanliganden  $[MCl_2\{Ph_2P(CH_2)_nPPh_2\}]$  ( $M = Pd, Pt; n = 1-5$ ), die im Rahmen dieser Arbeit als Ausgangsstoffe hergestellt wurden, sind seit vielen Jahren bekannt. Dennoch tritt immer wieder die Fragestellung auf, ob und bei welcher Länge der verbrückenden Kette anstelle von chelatisierten Komplexen, verbrückte zwei- oder dreikernige Komplexe gebildet werden. So sollen Komplexe mit einer Kettenlänge von ein bis drei Kohlenstoffatomen chelatisieren. Wird die Kette jedoch verlängert, so dass der P-M-P-Winkel  $90^\circ$  überschreitet, sollen zwei- oder sogar dreikernige verbrückte Verbindungen entstehen [25, 26]. Diese Strukturaussagen wurden hauptsächlich aufgrund von infrarot- und raman-spektroskopischen als auch massenspektrometrischen Daten getroffen.

Die Komplexe, die meist über die Reaktion des Alkalihexachlorometallsalzes mit den Liganden in wässrig-organischer Lösung synthetisiert [26] werden, werden als äußerst schwer löslich beschrieben und sollen eine Zusammensetzung der Art  $[MCl_2\{Ph_2P(CH_2)_nPPh_2\}]_m$  haben. Diese mehrkernigen Verbindungen lassen sich jedoch durch Lösen in heißem N,N-Dimethylformamid und anschließender Zugabe von Diethylether in der Kälte in die chelatisierte Form überführen [27].

Darüber hinaus soll es bei der Reaktion zur Bildung von „Magnus“-Salzen kommen, die durch Rückfluss in einer Mischung aus konzentrierter Salzsäure und Ethanol in die gewünschten chelatisierten Komplexe umgewandelt werden können [28].

In den letzten Jahren wurden zahlreiche Untersuchungen der katalytischen und biologischen Eigenschaften dieser Dichloro-Komplexe angestellt. Dabei konnten gewisse Erfolge auf dem katalytischen Gebiet erzielt werden [29, 30]. Untersuchungen der biologischen Aktivität zeigten jedoch weder signifikante zellteilungshemmende Eigenschaften noch eine Toxizität in murinen Zellkulturen auf [31].

### 3.2. Diskussion zu den Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen

Die als Ausgangsverbindungen benötigten Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden konnten nach der Methode von Sanger [26] in hohen Ausbeuten synthetisiert werden.

Produkt	$n_{K_2MCl_4}$ [mmol]	$n_{Ligand}$ [mmol]	Wasser/Dichlormethan [ml]	Ausbeute [%]	Farbe
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppe)]	5,77	5,77	30/40	81	hellgelb
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppp)]	6,21	6,21	30/15	93	hellgelb
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppb)]	4,92	4,92	30/40	92	hellgelb
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppey)]	4,14	4,54	20/23	89	farblos
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppbe)]	3,98	3,98	20/20	77	beige
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	2,04*	2,04	0/20	72	farblos
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	2,04*	2,04	0/20	80	farblos
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)]	2,57	2,57	20/20	85	farblos
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)]	2,04	2,04	10/20	90	farblos
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)]	2,42	2,42	10/20	88	farblos
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppe)]	1,80	1,80	10/20	89	farblos
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppey)]	4,63	5,04	20/20	97	beige
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	2,53	2,53	10/20	72	gelblich
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)]	2,27	2,27	0/20	79	farblos
[Pt(dmpe) <sub>2</sub> ][PtCl <sub>4</sub> ]	1,23	1,23	0/20	75	rotbraun

M = Pd, bzw. Pt

\* PdCl<sub>2</sub>



Der von Westland [28] vorgeschlagene Aufarbeitungsschritt durch Rückfluss der Rohprodukt-Suspension in einer Mischung aus konzentrierter Salzsäure und Ethanol wurde bei den meisten Verbindungen dieser Substanzklasse durchgeführt. Ausnahmen bildeten die Verbindungen, bei denen eine Ethylen-Kohlenstoffkette bzw. Ethyl-Substituenten am Phosphor vorlagen.

Der Vergleich der IR-Daten und Farbbeschaffenheit der Roh- und Endprodukte zeigte meist keine oder nur eine leichte Verbesserung der Reinheit der Produkte. Fein verteilte, anhaftende Kontaminierungen von nicht abreagiertem Metallsalz konnten jedoch entfernt werden.

Da die Dichloro[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) bzw. -platin(II)-Rohprodukte eine - anstelle der sonst üblichen blassgelben respektive weißen Farbe - deutliche weiß-rot-braune Verfärbung aufwiesen, wurde trotz der Fragilität des Liganden der Aufarbeitungsschritt durchgeführt. Im Falle des Palladiumkomplexes löste sich dieser komplett auf und bildete in der Hitze eine dunkelrote Lösung, aus der beim Abkühlen blütenweiße, nadelförmige, zur Kristallstrukturanalyse geeignete Kristalle ausfielen.

Die röntgenographische Untersuchung zeigte, dass es sich um das gewünschte Produkt *cis*-Dichloro[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) (*cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]) handelte, welches in der monoklinen, innenzentrierten, azentrischen Raumgruppe I a (Nr. 9) kristallisiert (a = 1227,4(2) pm, b = 615,3(1) pm, c = 1674,0(2) pm,  $\beta$  = 109,47(2)°, ZV = 1192,0(3) 10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>, Z = 4) (vgl. Kap. 8.1.7). Abbildung 8.2 stellt hiervon die Molekülstruktur dar.

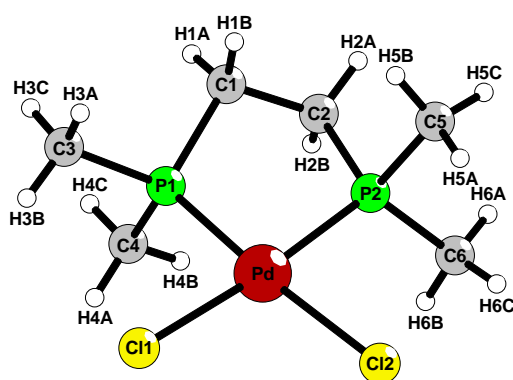


Abbildung 3.1.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Das zentrale Palladiumatom ist von zwei Chloratomen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar koordiniert und weist außerordentlich große Palladium-Chlor-Abstände auf. Diese betragen 238,8(2) (Pd-Cl1) und 238,4(2) (Pd-Cl2) pm und liegen somit deutlich über dem für analoge phenylsubstituierte zweizählige Palladiumphosphan-Komplexe geläufigen Bereich von 235,0 bis 236,2 pm. Der Austausch der Phenyl-Substituenten

durch die stark elektronenschiebenden Methyl-Substituenten am Phosphor steigert somit drastisch den *trans*-Einfluss der Phosphor- auf die Chlor-Liganden. Die Phosphor-Palladium-Abstände hingegen liegen mit 222,6(2) (Pd-P1) und 222,8(2) (Pd-P2) pm am unteren Rand des für Verbindungen dieser Art üblichen Bereiches.

In der Elementarzelle befinden sich vier Formeleinheiten *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)] (Abb. 3.2). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen. Zusätzliche intermolekulare C-H $\cdots$ Cl-Wechselwirkungen (gelb), die die Moleküle sowohl entlang [100] als auch entlang [010] verknüpfen, sind möglich (Abb. 3.2 und Tab. 8.7).

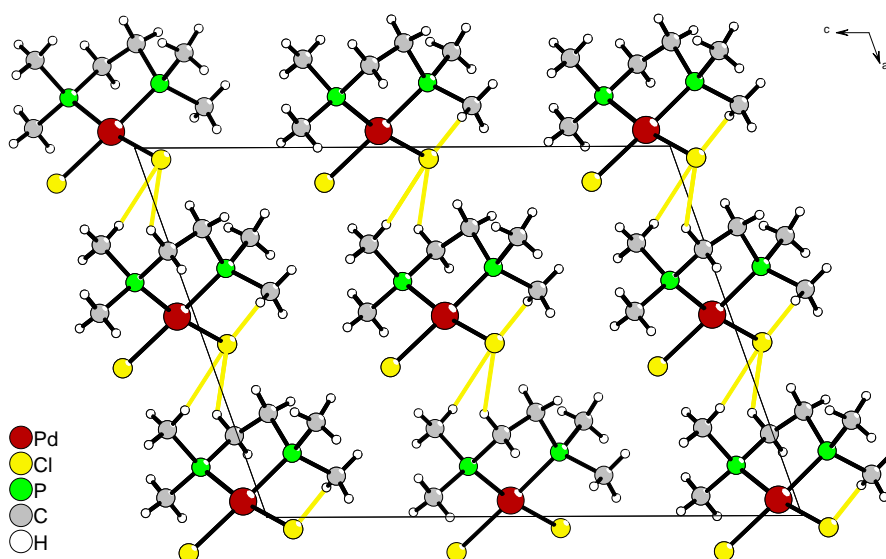
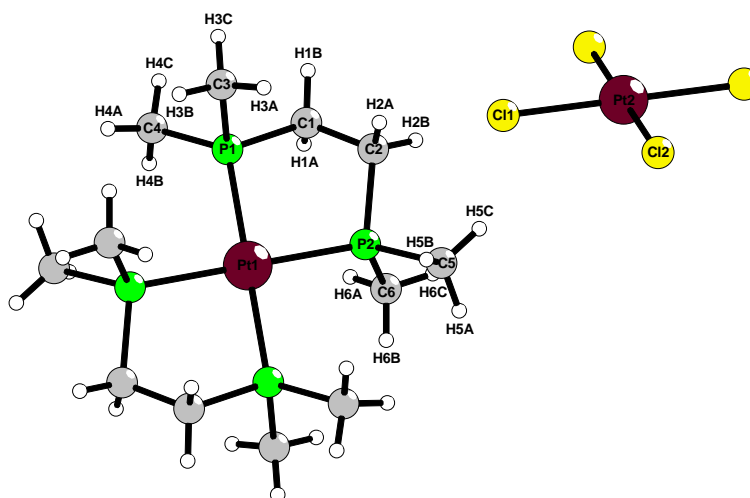


Abbildung 3.2.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)], Ansicht entlang [010]

Das Rohprodukt der analogen Platinverbindung ging während des Rückflusses in konzentrierter Salzsäure und Ethanol kaum in Lösung. Das beige Rohprodukt wandelte sich jedoch mit der Zeit in ein unlösliches rot-braunes kristallines Produkt um, dessen Kristallstruktur ebenfalls bestimmt werden konnte.

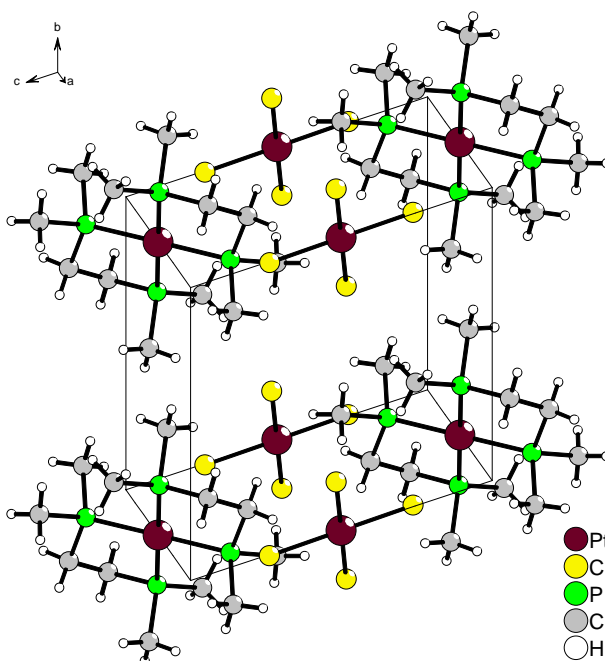
Bei der Verbindung handelt es sich um ein „Magnus“-Salz, welches in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) kristallisiert ( $a = 843,8(2)$  pm,  $b = 871,8(2)$  pm,  $c = 966,1(2)$  pm,  $\alpha = 108,03(2)^\circ$ ,  $\beta = 107,57(2)^\circ$ ,  $\gamma = 108,06(2)^\circ$ ,  $ZV = 576,9(3) \cdot 10^6$  pm<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ) (vgl. Kap. 8.1.15).

Das „Magnus“-Salz setzt sich aus einem zweifach positiv geladenen Komplex-Ion in Form eines zweifach von dem neutralen Phosphan-Liganden komplexierten Platinatoms 1 und einem als zweifach negativ geladenes Gegen-Ion fungierendes vierfach von Chloratomen koordinierten Platinatoms 2 zusammen (Abb. 3.3).

Abbildung 3.3.:  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ 

Die Platinatome Pt1 (1d) und Pt2 (1b) liegen dabei auf speziellen Wyckoff-Lagen. In der Elementarzelle besetzen acht Platinatome die Zellkanten; dies entspricht einer Formeleinheit des „Magnus“-Salzes pro Elementarzelle (Abb. 3.4).

Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch Coulomb-Wechselwirkungen. Zusätzliche van-der-Waals- und C-H $\cdots$ Cl-Wechselwirkungen steuern eher einen geringen Beitrag zur Packung der Komplexionen bei (Tab. 8.30).

Abbildung 3.4.: Elementarzelle von  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ , Ansicht entlang  $[100]$

Vermutlich handelte es sich bei dem Rohprodukt um die gewünschte verunreinigte chelatisierte Verbindung *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dmpe)]; dies konnte jedoch, da die komplette vorhandene Menge an Ligand bereits umgesetzt worden war, nicht durch einen zweiten Reaktionsansatz bestätigt werden.

Der Aufarbeitungsschritt von Westland erwies sich somit zwar in einigen Fällen zum Entfernen von überschüssigem Metallsalz als nützlich, rief jedoch im Fall des dmpe-Liganden die eben nicht erwünschte Umlagerung zum „Magnus“-Salz hervor.

Die ebenfalls in der Literatur zur Synthese der einkernigen chelatisierten Komplexe als notwendig beschriebene Umkristallisation aus N,N-Dimethylformamid durch Zugabe von Diethylether [27] wurde sowohl im Fall von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppey)] als auch *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppbe)] angewandt. Die Löslichkeit in kochendem N,N-Dimethylformamid erwies sich jedoch als äußerst gering (250 mg auf 100 ml) und führte zu hohen Ausbeuteverlusten. Ein Versuch, *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppbe)] in kochendem N,N-Dimethylformamid zu lösen, führte - nachdem nach vierstündigem Erhitzen immer noch kaum Produkt in Lösung gegangen war - zur Zersetzung des Komplexes. Des Weiteren änderte die Umkristallisation nichts am Löseverhalten und den IR-spektroskopischen Daten und wurde deswegen in allen folgenden Reaktionsansätzen nicht durchgeführt.

Dennoch gelang es mit dieser Methode, rautenförmige Kristallplättchen von *cis*-Dichloro[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)) zu erhalten. Ein Großteil der Kristalle zeigte stapelartige Verwachsungen der Kristallplättchen. Ein Kristall, der keine Verwachsungen aufwies, wurde zur Röntgenstrukturanalyse ausgewählt und mit diesem ein Intensitätsdatensatz erstellt. In der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14) konnte ein sinnvolles Strukturmodell abgeleitet werden; a = 981,55(2) pm, b = 1502,75(2) pm, c = 1958,45(3) pm,  $\beta$  = 112,742(1)°, ZV = 2664,17(8) 10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>, Z = 4) (vgl. Kap. 8.1.13 und Abb. 3.5).

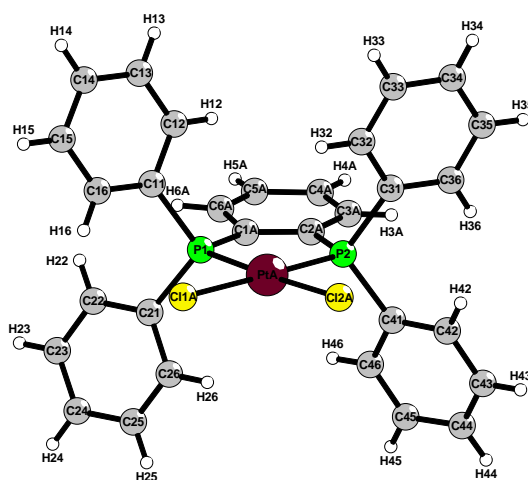


Abbildung 3.5.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

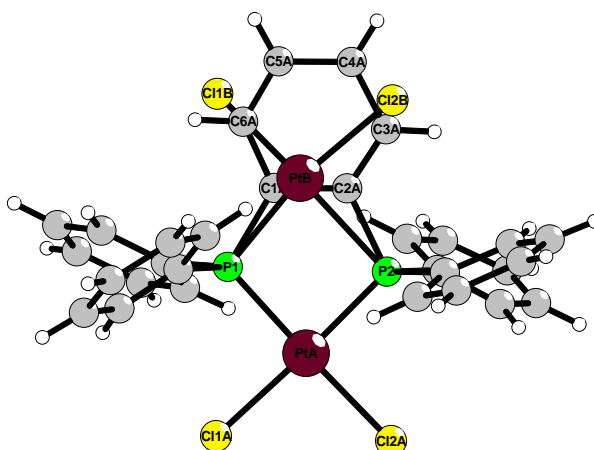


Abbildung 3.6.: Unterbesetzte Platinlage (Molekül B) in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Jedoch zeigte sich bei der Strukturaufklärung ein Zwei-Individuen-Problem (Abb. 3.6). So lag beim ersten vermessenen Kristall eine Verteilung von 83,5 zu 16,5 % von Molekül A zu B vor. Daraufhin wurde an einem zweiten Kristall ein Intensitätsdatensatz erstellt, der eine prozentuale Verteilung von 84,8 zu 15,2 % der beiden Individuen aufwies. Die unterbesetzten Kohlenstoffatome des verbrückenden Aromaten von Molekül B konnten in beiden Fällen aufgrund ihrer geringen Elektronendichte in der Nähe des elektronenreichen Platinatoms PtA nicht in die Berechnung mit aufgenommen werden. Dies erklärt die relativ hohe Restelektronendichte, die auch in der Differenzfourier-Karte (Abb. 3.7) zu erkennen ist.

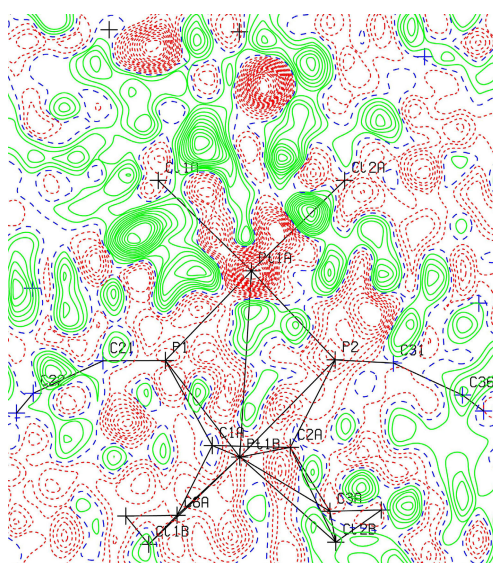
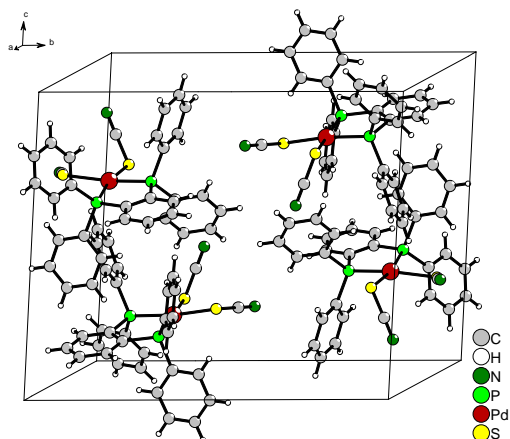
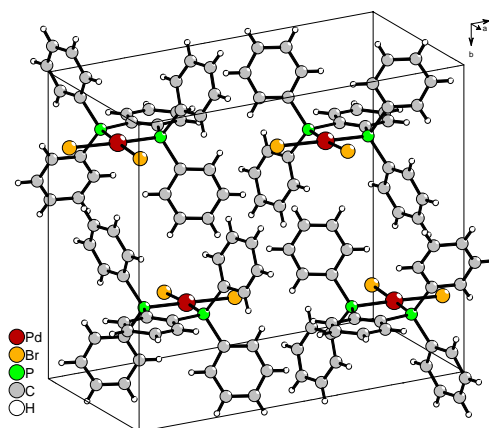
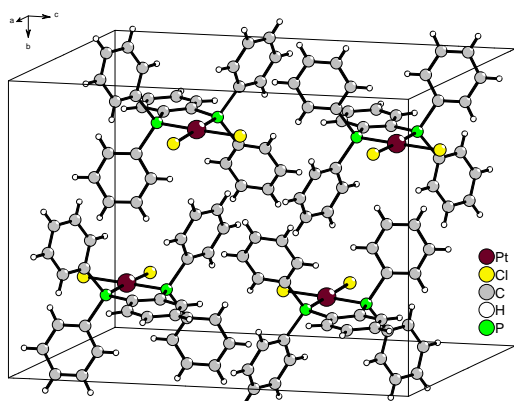
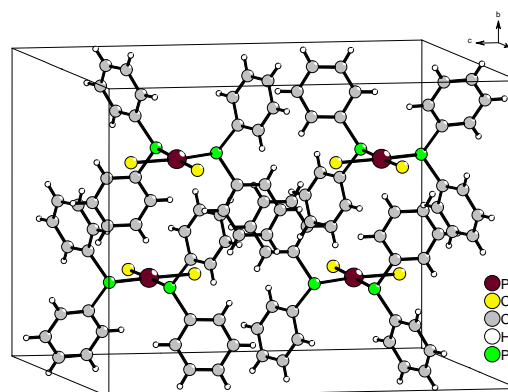


Abbildung 3.7.: Restelektronendichte der verbrückenden aromatischen Kohlenstoffatome von Molekül B in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Die Kristallstruktur von *cis*-Dichloro[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)) ist strukturell verwandt mit der von *cis*-[PdBr<sub>2</sub>(dppbe)] [32], jedoch nicht mit den Kristallstrukturen von *cis*-[Pd(SCN)<sub>2</sub>(dppbe)] und *cis*-[Pd(SCN)<sub>2</sub>(dppbe)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> [33] (Abb. 3.8 – 3.11).

Abbildung 3.8.: *cis*-[Pd(SCN)<sub>2</sub>(dppbe)]Abbildung 3.10.: *cis*-[PdBr<sub>2</sub>(dppbe)]Abbildung 3.9.: *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Molekül A

Abbildung 3.11.: *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Molekül B

	ZV	a	b	c	$\beta$
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)] P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)	2664,17(8)	981,55(2)	1502,75(2)	1958,45(3)	112,742(1)
<i>cis</i> -[PdBr <sub>2</sub> (dppbe)] [32] P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	2756,33	993,07(7)	1517,0(3)	1845,9(2)	97,611(7)
<i>cis</i> -[Pd(SCN) <sub>2</sub> (dppbe)] [33] P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	3008,70	1074,9(4)	1919,1(5)	1542,1(6)	108,95(3)
<i>cis</i> -[Pd(SCN) <sub>2</sub> (dppbe)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> [33] P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)	6692,60	2201,7(18)	1510,8(4)	2279,8(16)	118,05(5)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Das zentrale Platinatom bildet mit zwei Chloratomen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Phosphan-Liganden eine quadratisch-planare Ebene, in der ebenfalls die Kohlenstoffatome des verbrückenden Aromaten liegen (Abb. 8.7). Die Platin-Chlor-Abstände sind mit 235,1(2) (PtA-Cl1A) und 235,3(3) (PtA-Cl2A) pm eher kurz. Innerhalb der Elementarzelle, in der sich vier Formeleinheiten befinden, richten sich die Moleküle parallel zu der Ebene (010) aus (Abb. 3.12). Die Anordnung der Moleküle erfolgt hauptsächlich aufgrund von van-der-Waals- und sterischen Wechselwirkungen. Zusätzlich können auch C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen zu den für die Packungsart verantwortlichen ordnenden Kräften gezählt werden (Abb. 3.12 und Tab. 8.26).

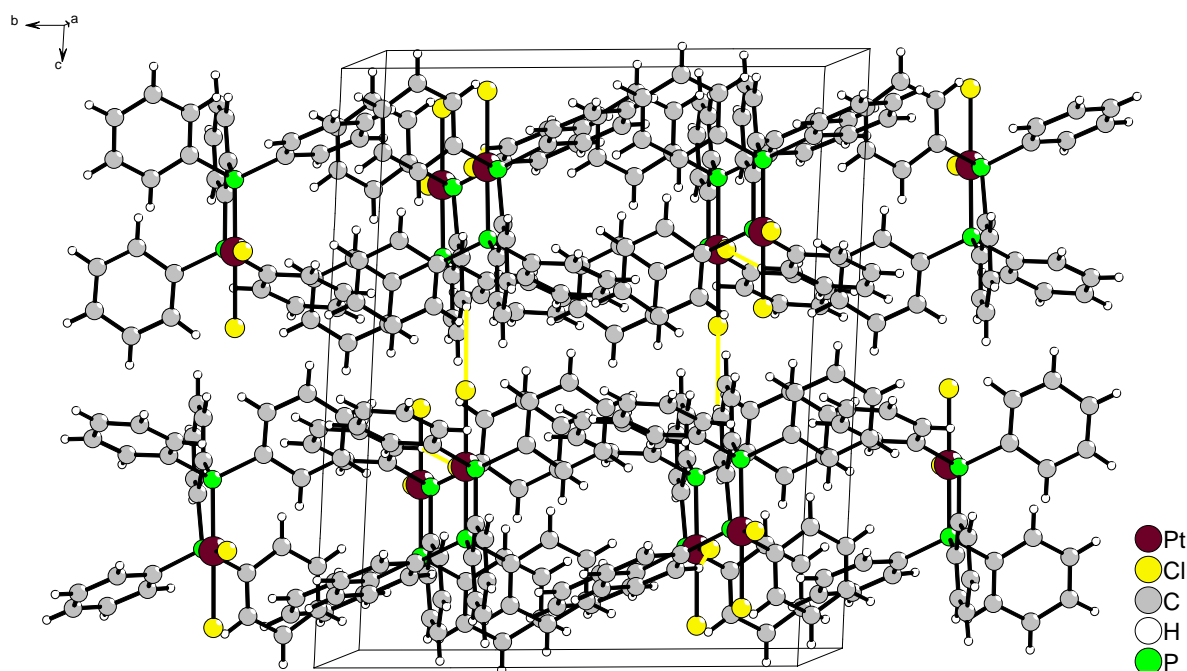


Abbildung 3.12.: C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in der Elementarzelle von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppbe)] (Molekül A), Ansicht entlang [010]

Eine weitere Reinigungs-Möglichkeit bot sich bei den gut in Dichlormethan löslichen *cis*-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) und -platin(II)-Komplexen an. Diese wurden aufgrund ihrer luft- und wasserempfindlichen Eigenschaften unter Argonatmosphäre durch Reaktion der stöchiometrischen Menge Palladium(II)-chlorid bzw. Kaliumtetrachloroplatinat(II) mit dem Liganden in trockenem Dichlormethan synthetisiert. Aufgrund der schlechten Löslichkeit der Metallsalze kam es zu Verunreinigungen durch nicht abreagiertes Edukt und entstandenes Kaliumchlorid im Falle der „Platinreaktion“. Diese konnten durch Filtration über eine Aluminiumoxid-Minisäule leicht entfernt werden, so dass die Produkte nach vorsichtigem Entfernen des Lösungsmittels in großen farblosen quaderförmigen Kristallen (1-4 mm Kantenlänge) erhalten werden konnten.

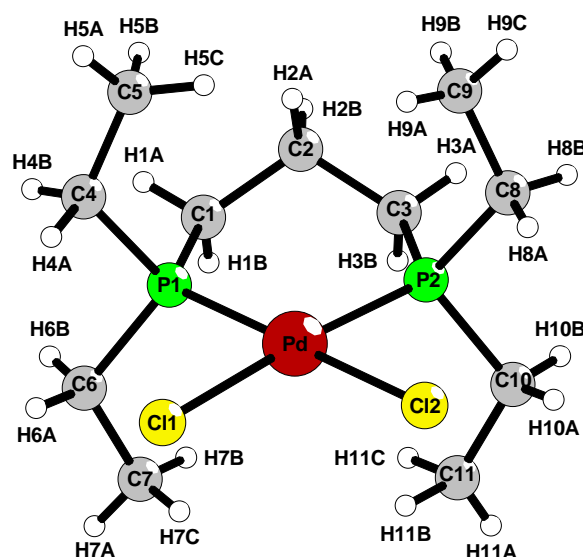


Abbildung 3.13.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Die isotypen Verbindungen *cis*-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) und -platin(II) (*cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)] und *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]) kristallisieren in der orthorhombischen, azentrischen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub> (Nr. 19) (vgl. Kap. 8.1.6).

	a	b	c	ZV	Z
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	898,3(1)	1335,4(2)	1371,5(2)	1645,2(4)	4
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)] [34]	898,9(1)	1345,4(1)	1375,0(2)	1663,0(3)	4

a, b und c in [pm], ZV in 10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>



Das Zentralatom ist von zwei Chloratomen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Phosphan-Liganden quadratisch-planar koordiniert. Auch in diesen Verbindungen liegen - in Analogie zu *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)] - lange Metall-Chlor-Abstände vor: 238,38(7) (Pd-Cl1), 238,97(8) (Pd-Cl2), 239,0(1) (Pt-Cl1) und 238,4(1) (Pt-Cl2) pm.

In beiden Strukturen sind die Ethyl-Gruppen des Phosphan-Liganden hochsymmetrisch ausgerichtet. Eine Erklärung hierfür könnten intramolekulare C-H...Cl-Wasserstoffbrückenbindungen geben (Abb. 3.14 und Tab. 8.2). Für die Anordnung der Moleküle zueinander sind hingegen maßgeblich van-der-Waals-Wechselwirkungen verantwortlich (Abb. 3.15).

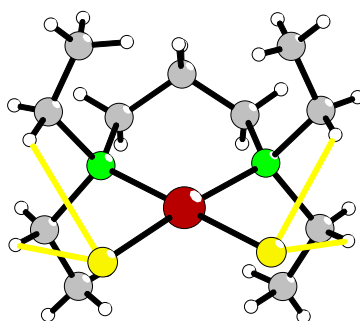


Abbildung 3.14.: Intramolekulare C-H...Cl-Wasserstoffbrückenbindungen (gelb) in der Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

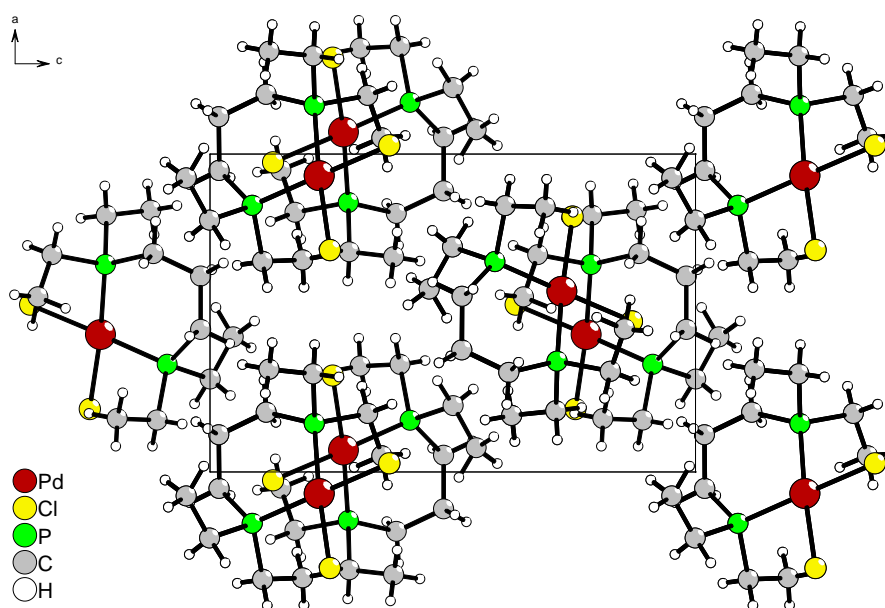


Abbildung 3.15.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)], Ansicht entlang [010]

Obwohl bei allen weiteren Dichloro-Komplexen die beschriebene Umkristallisation aus N,N-Dimethylformamid nicht durchgeführt wurde, handelt es sich bei allen im Rahmen dieser Arbeit aufgeklärten Kristallstrukturen um jene der monomeren chelatisierten Komplexe.

So war es möglich, aus Dichlormethan große quaderförmige Kristalle mit einer Kantenlänge von 2 bis 3 mm von *cis*-Dichloro[methan-1,1-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]) zu erhalten. Obwohl diese von ihrer Gestalt und dem Verhalten in polarisiertem Licht keine Zeichen einer Verzwilligung aufwiesen, mussten drei Kristalle vermessen werden, um einen brauchbaren Intensitätsdatensatz zu erhalten. Dies ist vermutlich auch der Grund, weshalb - obwohl die Substanz seit Jahrzehnten bekannt ist - bislang keine Kristallstruktur veröffentlicht wurde.

*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] kristallisiert in der monoklinen, C-zentrierten Raumgruppe C 2/c (Nr. 15) (vgl. Kap. 8.1.8).

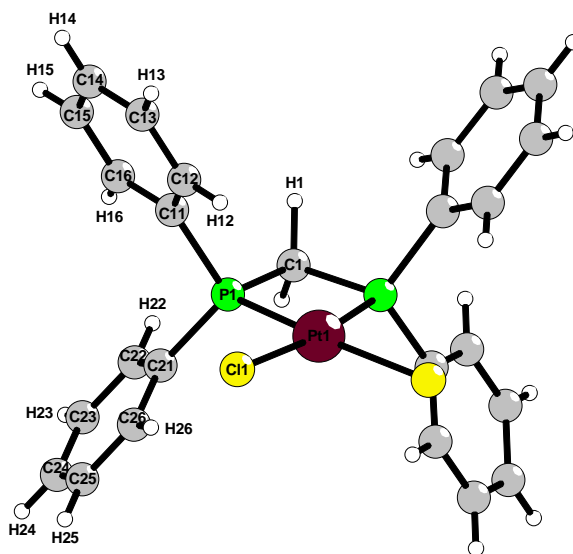


Abbildung 3.16.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Es besteht keine Strukturverwandtschaft zwischen *cis*-Dichloro[methan-1,1-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]) und dem analogen Iodo- [35] bzw. Palladium-Komplex [36] (Abb. 3.17).

	a	b	c	$\beta$	Raumgruppe
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)]	1632,2(2)	785,4(1)	1941,4(3)	98,54(2)	C 2/c (Nr. 15)
<i>cis</i> -[PtI <sub>2</sub> (dppm)] [35]	902,4(1)	1437,3(1)	1978,9(1)	92,90(1)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppm)] [36]	1137,2(3)	1227,3(3)	1749,8(8)	100,27(3)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°]

In *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] ist das zentrale Platinatom von zwei Chloratomen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 3.16). Das verbrückende Kohlenstoffatom C1 befindet sich - ähnlich wie bei *cis*-[PtI<sub>2</sub>(dppm)] - in der quadratisch-planaren Ebene. Des Weiteren besetzt sowohl das verbrückende Kohlenstoffatom C1 als auch das Platinatom die spezielle Wyckoff-Lage 4e.

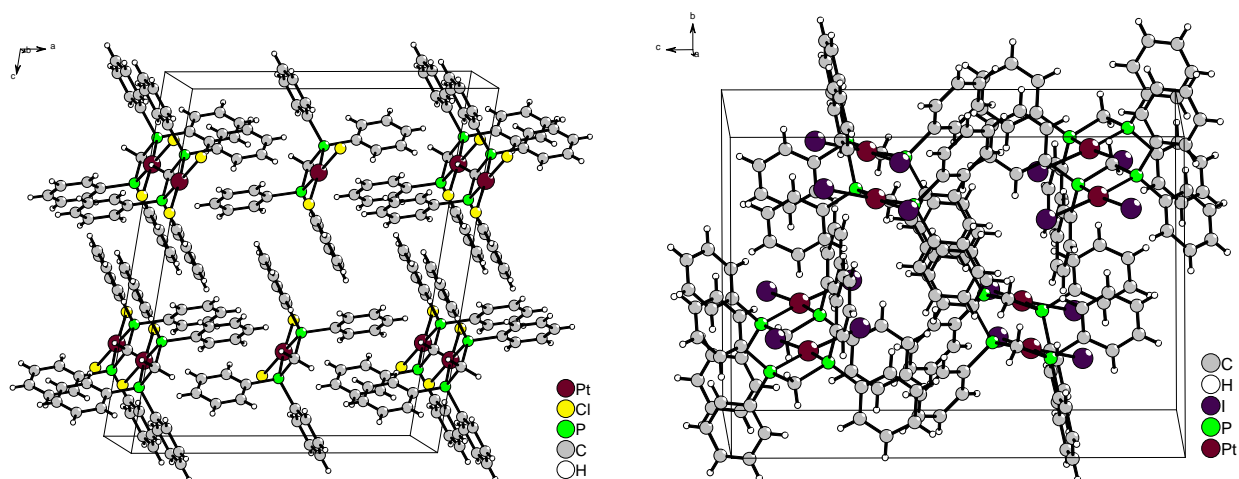


Abbildung 3.17.: Elementarzelle von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] und *cis*-[PtI<sub>2</sub>(dppm)]

In der Elementarzelle befinden sich zwei der vier Platinatome der Formeleinheit, vier weitere Platinatome besetzen Elementarzellenflächen (Abb. 3.2). Die *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]-Moleküle sind entlang [010] coplanar zu Strängen angeordnet, deren Richtung schichtweise alterniert. Die Anordnung der Moleküle erfolgt hauptsächlich aufgrund der minimalen sterischen Wechselwirkung der Phenylgruppen. Zusätzliche intermolekulare C-H...Cl-Wechselwirkungen könnten einen geringen Beitrag zur strangförmigen Anordnung der Moleküle leisten (Abb. 3.18 und Tab. 8.12).

Aufgrund der schwachen ordnenden Kräfte liegen 10 % der Moleküle fehlgeordnet vor (Abb. 3.19), deren Platin-, Phosphor- und Kohlenstoff-C1/C2-Lagen in die Berechnung mit einbezogen wurden. Für eine Fehlordnung spricht zum einen der geringe Prozentsatz der fehlgeordneten Moleküle, zum anderen die Abwesenheit eines Zwillingeffektes unter polarisiertem Licht. Die Lage der Chlor- und Phenylkohlenstoffatome entspricht in etwa der des nicht fehlgeordneten Moleküls 1. Die genaue Bestimmung dieser Atome ist aufgrund der starken Unterbesetzung und Nähe zu vollbesetzten Atom-Lagen nicht möglich. Die Abweichungen der Bindungslängen und -Winkel von Molekül 2 zu jenen von Molekül 1 lassen sich hierauf zurückführen.

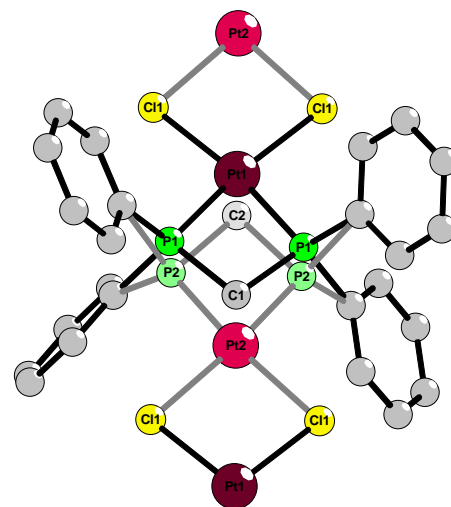
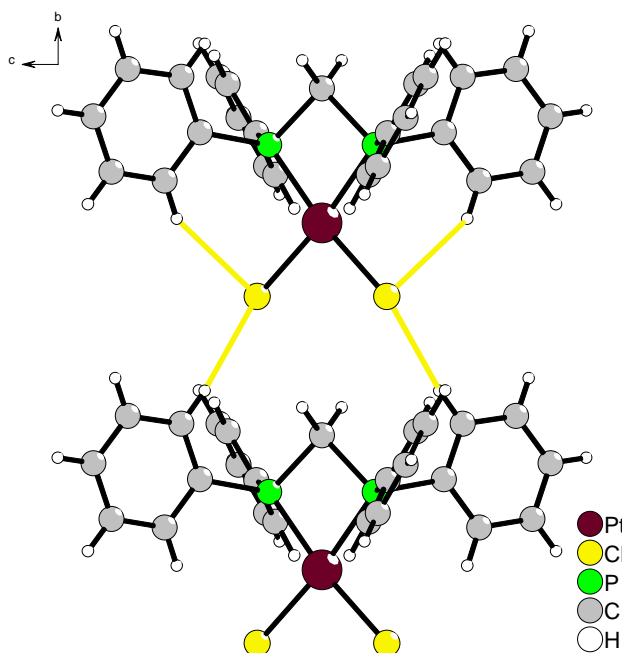


Abbildung 3.18.: Intra- und intermolekulare C-H...Cl- Wasserstoffbrückenbindungen in der Elementarzelle von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)], Ansicht entlang [010]

Abbildung 3.19.: Molekül 1 und Molekül 2 von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] in der ungeordneten Packung

Ebenfalls aus Dichlormethan kristallisierte *cis*-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)]) (Raumgruppe P nma, Nr. 62) (vgl. Kap. 8.1.9). Die Kristallstruktur unterscheidet sich sowohl in der Packungsart als auch in der Konformation der Molekülstruktur (Abb. 3.21) stark von der lösungsmittelfreien Kristallstruktur der Verbindung [37].

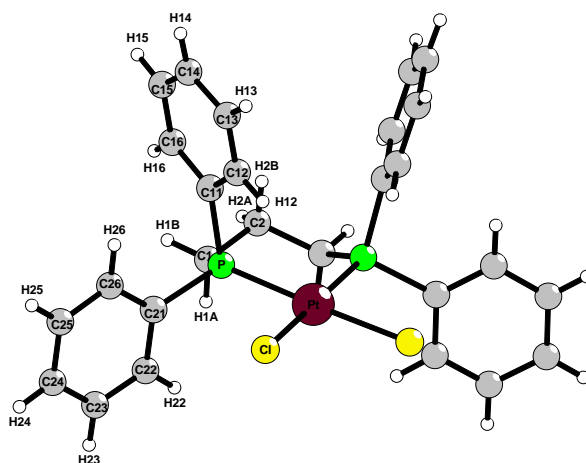


Abbildung 3.20.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

	a	b	c	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	Z
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> P nma (Nr. 62)	1215,11(8)	1535,8(1)	1588,9(2)	90	90	90	4
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] [37] P $\bar{1}$ (Nr. 2)	1442,4(1)	1068,6(1)	858,0(1)	72,61(1)	79,80(1)	88,31(1)	2

a, b und c in [pm];  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in [°]

Die Atome Pt, C2, H2A, H2B des quadratisch-planaren Komplexes und die Atome C1A, H1A1 und H1A2 des Lösungsmittelmoleküls besetzen die spezielle Wyckoff-Lage 4c (Abb. 3.20). Die Kohlenstoffatome C1 und C1' der verbrückenden Kette sind bezüglich der quadratisch-planaren Ebene stark ausgelenkt und bilden mit dem nur schwach ausgelenkten Kohlenstoffatom C2 und den in der Ebene liegenden Phosphoratomen P und P' eine W-förmige Anordnung. Im Gegensatz zu dieser W-förmigen Anordnung ist die verbrückende Kette der lösungsmittelfreien Kristallstruktur wellenförmig angeordnet (Abb. 3.21).

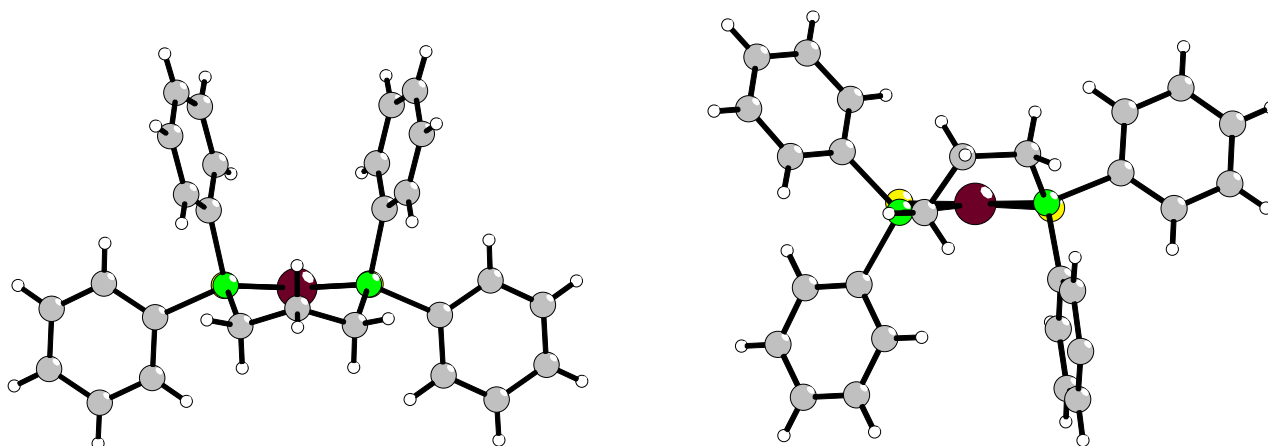


Abbildung 3.21.: Vergleich der Ketten-Torsion in den Kristallstrukturen von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> und *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] [37]

Die Ansicht entlang [010] der Elementarzelle zeigt die alternierende Ausrichtung der verbrückenden Kette der in Richtung von [010] benachbarten, jedoch nicht coplanaren Moleküle der vier Formeleinheiten (Abb. 3.22).

Neben van-der-Waals- und sterischen Wechselwirkungen können auch schwache C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen über die Dichlormethan-Moleküle zu den für die Packungsart verantwortlichen ordnenden Kräften gezählt werden (Abb. 3.22 und Tab. 8.17).

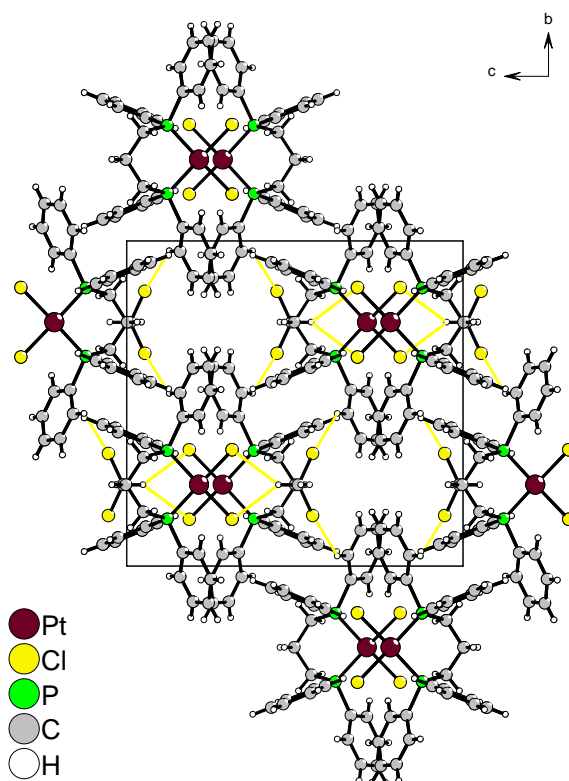


Abbildung 3.22.: Elementarzelle von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, Ansicht entlang [100]

Aus Aceton kristallisierte die bis dahin noch nicht kristallographisch aufgeklärte, monomere Verbindung *cis*-Dichloro[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]) (vgl. Kap. 8.1.10), von der in der Vergangenheit berichtet wurde, dass es sich um einen dreikernigen verbrückten Komplex handeln solle [26].

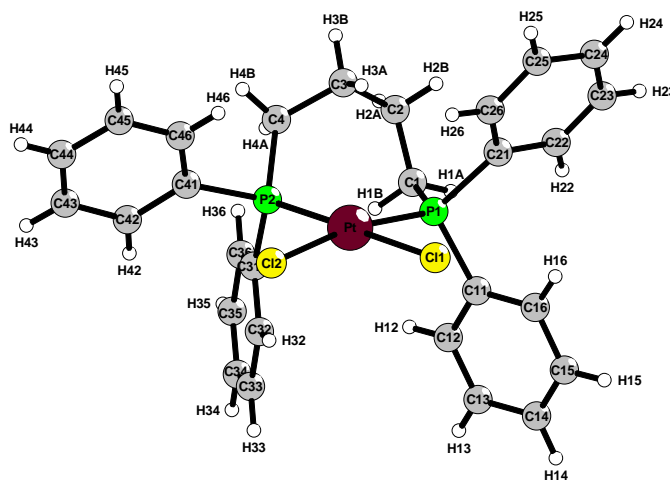


Abbildung 3.23.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Die Kristallstruktur von *cis*-Dichloro[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) (*cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]) in der triklinen Raumgruppe P  $\bar{1}$  (Nr. 2) ist strukturverwandt mit der analogen Nitrit- bzw. Difluorboryl-Verbindung [38] (Abb. 3.26 und 3.25).

	a	b	c	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)]	870,5(1)	1080,6(2)	1454,3(2)	87,01(2)	78,85(2)	72,65(2)
<i>cis</i> -[Pt(NO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)][38]	870,7(4)	1087,2(5)	1464,5(8)	85,32(3)	79,59(2)	72,21(4)
<i>cis</i> -[Pt(BF <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)][38]	892,4(4)	1118,5(7)	1467,8(12)	85,61(6)	80,07(5)	71,32(4)

a, b und c in [pm];  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in [°]

Das zentrale Platinatom ist von zwei Chloratomen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar koordiniert (Abb. 3.23). Die Kohlenstoffatome der verbrückenden Kette sind wie auch in der ähnlichen Verbindung *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] (a = 1442,4(1) pm, b = 1068,6(1) pm, c = 858,0(1) pm,  $\alpha = 72,61(1)^\circ$ ,  $\beta = 79,80(1)^\circ$ ,  $\gamma = 88,31(1)^\circ$ , Z = 2, P  $\bar{1}$  (Nr. 2)) wellenförmig mit einem in der quadratisch-planaren Ebene liegenden Kohlenstoffatom C1 angeordnet (Abb. 3.24).

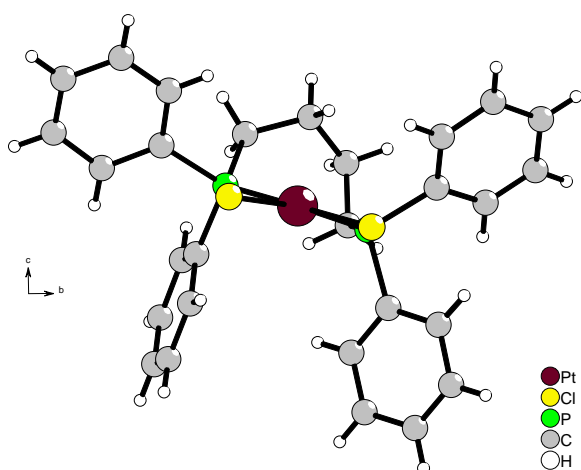


Abbildung 3.24.: *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

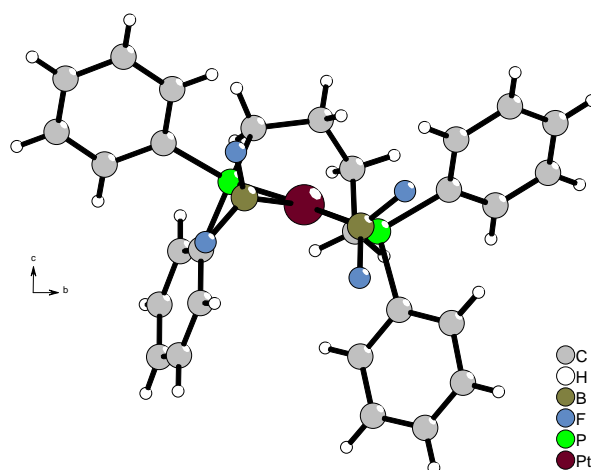


Abbildung 3.25.: *cis*-[Pt(BF<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

In der Elementarzelle befinden sich zwei Formeleinheiten (Abb. 3.26). Neben van-der-Waals- und sterischen Wechselwirkungen können auch schwache C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen zu den für die Packungsart verantwortlichen ordnenden Kräften gezählt werden (Abb. 3.26 und Tab. 8.20).

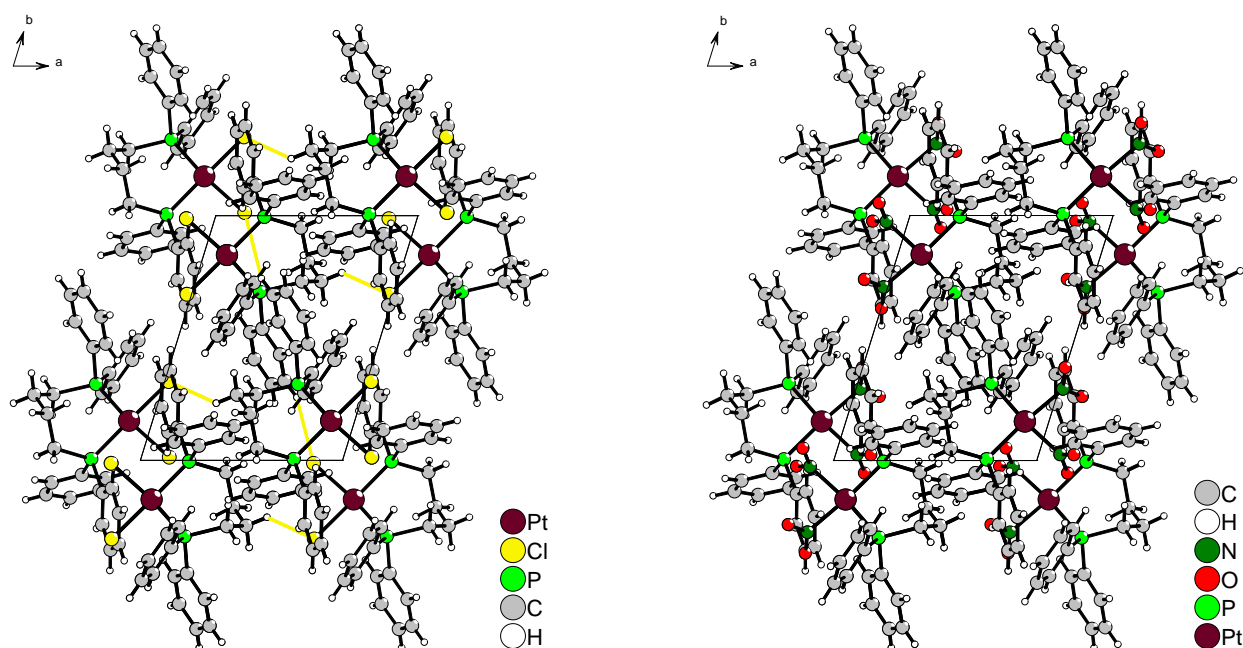


Abbildung 3.26.: Vergleich der Kristallstrukturen von  $cis\text{-[PtCl}_2(\text{dppb})]$  und  $cis\text{-[Pt(NO}_2)_2(\text{dppb})]$  [38], Ansicht entlang [001]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, unregelmäßig gewachsene Kristalle von  $cis\text{-Dichloro[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan)-}\kappa^2\text{P]}platin(II)$  ( $cis\text{-[PtCl}_2(\text{dpppe})]$ ) wurden durch Umkristallisation aus N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) erhalten und damit ein Intensitätsdatensatz erstellt. Die Ergebnisse der Kristallstrukturbestimmung in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) zeigen, dass  $cis\text{-[PtCl}_2(\text{dpppe})]$  mit einem NMP-Molekül pro Formeleinheit kristallisiert (vgl. Kap. 8.1.11).

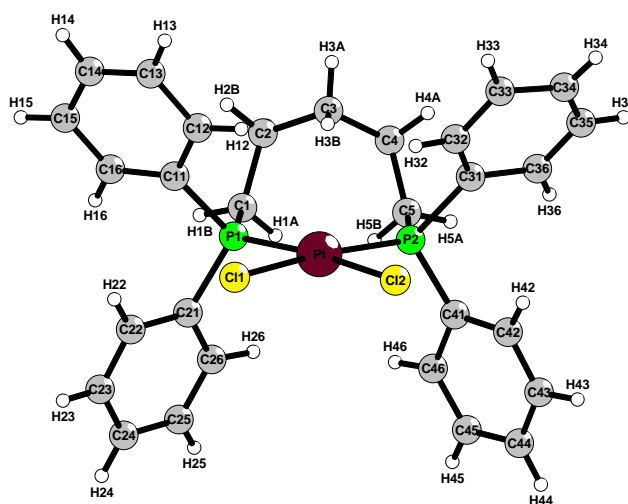
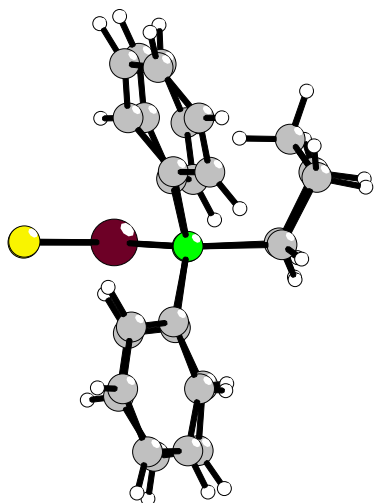
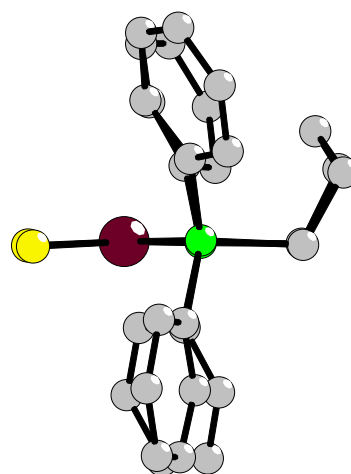


Abbildung 3.27.: Molekülstruktur von  $cis\text{-[PtCl}_2(\text{dpppe})]$  · NMP



Obwohl die Packungsart keine strukturelle Verwandtschaft zu der analogen lösungsmittelfreien Kristallstruktur [25] aufweist, besteht doch eine große Ähnlichkeit der Molekülstruktur (Abb. 3.28 und 3.29).

	a	b	c	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	Z
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] · NMP P $\bar{1}$ (Nr. 2)	921,8(2)	1032,2(3)	1936,7(5)	77,19(2)	85,50(2)	67,09(2)	2
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] [25] P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)	1173,3(3)	1722,9(5)	1374,3(4)	90	92,37(3)	90	4

Abbildung 3.28.: PtdpppeCl<sub>2</sub>·NMPAbbildung 3.29.: PtdpppeCl<sub>2</sub> [25]

Trotz der langen verbrückenden Kette ist das zentrale Platinatom von den zwei Phosphoratomen chelatisierend quadratisch-planar umgeben (Abb. 3.27). Die Kohlenstoffatome C1 und C5 der Kette befinden sich in der quadratisch-planaren Ebene und werden henkelförmig von den außerhalb der Ebene liegenden Kohlenstoffatomen C2, C3 und C4 verbrückt.

Die zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle gehören zu gegenläufig ausgerichteten Schichten von Molekülen, deren Platin-Koordinations-Ebenen coplanar ausgerichtet sind (Abb. 3.30). Zusätzliche intermolekulare C-H $\cdots$ O- und C-H $\cdots$ Cl-Wechselwirkungen verbrücken die Moleküle der Schichten miteinander (Tab. 8.23). Die zwischen den PtdpppeCl<sub>2</sub>-Doppelschichten liegenden NMP-Moleküle (blau) und die die Schichten verbindenden C-H $\cdots$ O- und C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen (rot bzw. gelb) sind in Abbildung 3.30 dargestellt.

Die NMP-Moleküle erscheinen unerwarteter Weise planar. Das Auftreten eines solchen auf statistischer Fehlordnung beruhenden Effektes ist von THF-Molekülen in einer Vielzahl von Kristallstrukturen bekannt.

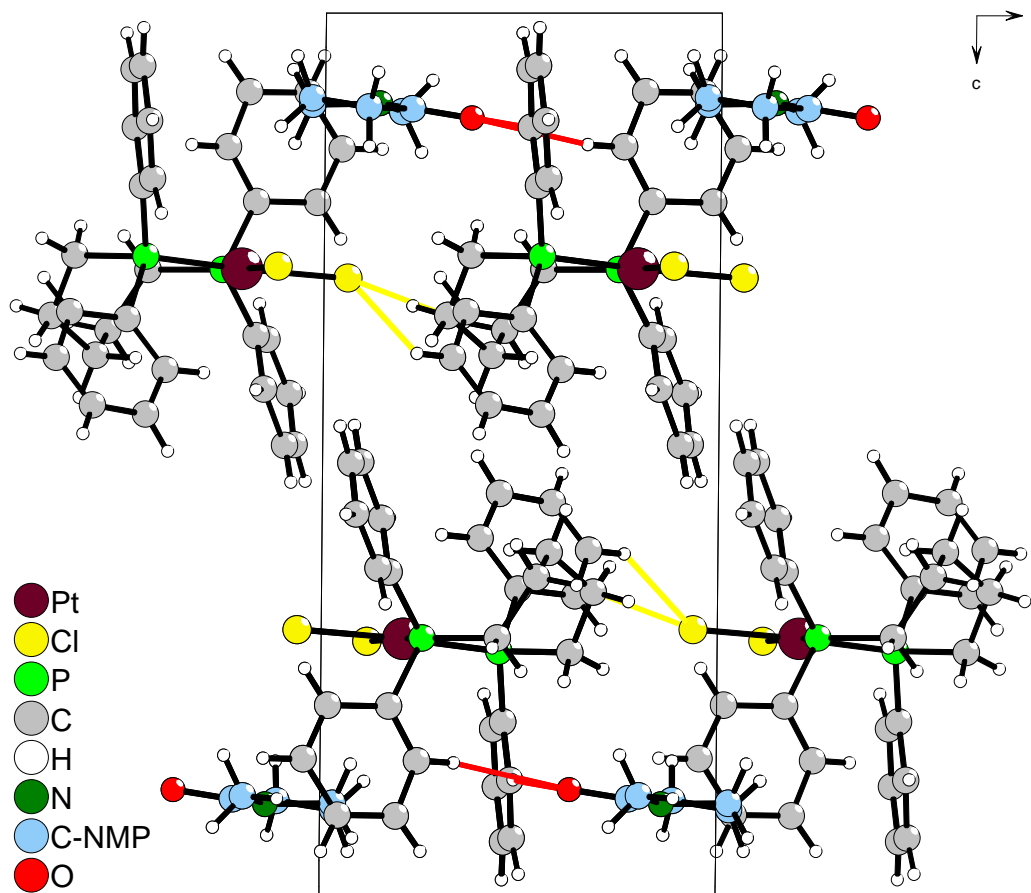


Abbildung 3.30.: Elementarzelle von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP, Ansicht entlang [010]

Ordnet man die hier vorgestellten Kristallstrukturen der Dichloro-Komplexe in die Reihe der im Cambridge-Structure-Database veröffentlichten ein (Tab. 3.8), so lässt sich zusammenfassend sagen, dass verbrückte Dichloro-Komplexe bislang nur zahlreich von dem Liganden dppm mit einer extrem kurzen Brücke und ein einziges Beispiel mit dem Liganden dpph [39] (Abb. 3.31) mit einer sehr langen Kohlenstoffkette bekannt sind.

Es läßt sich natürlich nicht ausschließen, das z. B. ein verbrückter dppb-Komplex ( $n = 4$ ) in gewissen Ausnahmefällen entstehen könnte. Ansonsten konnte jedoch weder die Aussage, dass bei P-M-P-Winkeln, die in der chelatisierten Form größer als  $90^\circ$  wären, zwangsläufig die verbrückten Verbindungen entstünden, noch dass das Auslassen des DMF-Umkristallisationsschrittes einen Einfluß auf die Kristallstruktur hat, bestätigt werden.

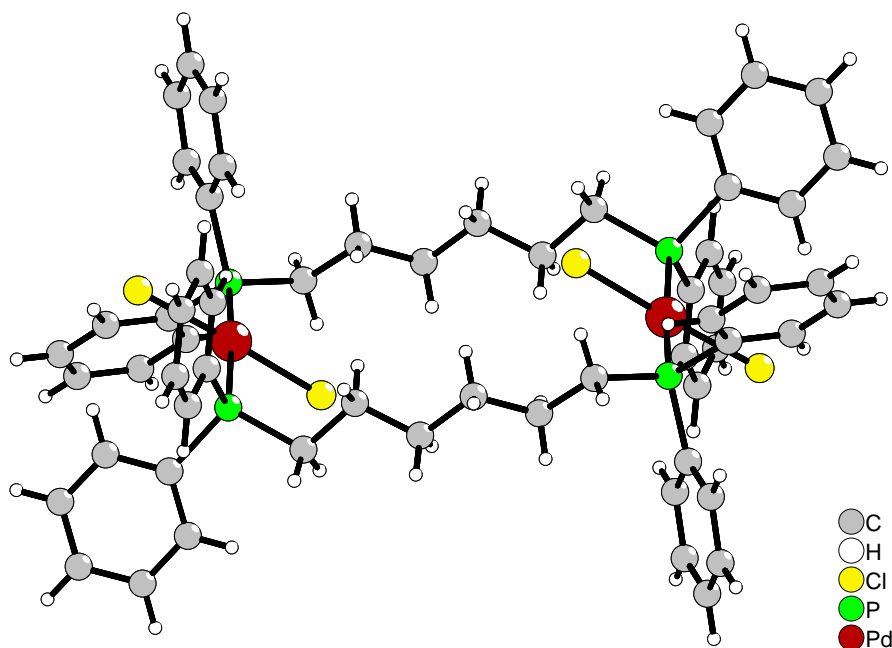


Abbildung 3.31.:  $trans$ -[PdCl<sub>2</sub>(μ-(dpppe))<sub>2</sub>Pd<sub>2</sub>] [39]

Tabelle 3.8.: Vergleich der ersten Koordinationssphäre der kristallographisch aufgeklärten chelatstabilisierten Dichloro-Palladium(II)- und -Platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden

	Pd-ClI	Pd-Cl2	Pd-P1	Pd-P2	ClI-Pd-P1	P1-Pd-P2	P2-Pd-Cl2	ClI-Pd-Cl2
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppm)] [40]	235,2(1)	236,2(1)	223,4(1)	225,0(1)	94,39(3)	72,68(3)	99,78(3)	93,63(3)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppe)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> [40]	235,7(2)	236,1(2)	223,3(2)	222,6(2)	90,33(7)	85,82(7)	89,73(7)	94,19(7)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppe)] [41]	241,5(3)	239,4(3)	226,4(3)	228,4(3)	88,5(1)	88,3(1)	87,6(1)	95,8(1)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppp)] [40]	235,1(1)	235,8(2)	224,9(2)	224,4(1)	91,10(5)	90,58(5)	87,74(5)	90,78(5)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppb)] [42]	235	235	227	225	90,93	94,36	85,15	89,61
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppey)] · CHCl <sub>3</sub> [43]	236,17(8)	236,17(8)	222,91(8)	222,91(8)	90,43	86,10(4)	90,43	93,05
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	238,8(2)	238,4(2)	222,6(2)	222,8(2)	91,25(7)	84,80(7)	88,45(7)	95,65(8)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	238,38(7)	238,97(8)	224,88(8)	224,67(7)	87,64(3)	95,32(3)	86,15(3)	90,93(3)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)]	235,8(1)	235,8(1)	221,2(1)	221,2(1)	97,62(4)	74,17(7)	97,62(4)	90,67(6)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppe)] [44]	234	236	221	221	91,26	86,24	92,37	90,24
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppe)] [45]	236	235,0	221,5	222	91,95	86,73	90,96	90,48
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppe)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> [46]	235,5	235,6	223,0	222,4	93,30	86,85	91,03	89,09
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	235,9(2)	235,9(2)	223,9(2)	223,9(2)	90,05(7)	91,91(9)	90,05(7)	87,8(1)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] [47]	235,59(8)	236,87(8)	223,25(8)	223,17(8)	91,73(3)	91,63(3)	88,34(3)	88,41(3)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)]	236,5(3)	235,5(3)	225,0(3)	226,0(3)	85,7(1)	95,1(1)	91,5(1)	87,6(1)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] · NMP	236,4(7)	235,5(8)	226,4(8)	225,2(7)	85,3(3)	103,0(2)	85,8(3)	85,8(3)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] [25]	234,4(4)	235,8(4)	225,6(3)	223,7(3)	85,6(1)	103,7(1)	82,6(1)	88,1(1)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppey)] [48]	237	236	222	221	91,47	87,08	90,64	91,00
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppey)]	236,0	236,0	221,1	221,1	91,30	86,66	91,30	90,73
· CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /CHCl <sub>3</sub> [49]								
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	235,1(2)	235,3(3)	225,0(2)	221,4(2)	90,35(9)	87,08(9)	90,93(9)	91,7(1)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)] [34]	239,0(1)	238,4(1)	223,2(1)	223,9(1)	86,38(4)	96,78(4)	87,96(4)	88,92(4)

# 4. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

## 4.1. Einleitung

Decarboxylierungsreaktionen von Metallcarboxylaten stellen neben Grignard-, Organolithium- und Ligandenaustausch-Reaktionen eine weitere Möglichkeit zur Synthese von Organometallverbindungen dar [22, 50, 51, 52]. Im Prinzip können sie als Umkehrreaktion der Synthese von Carbonsäuren mit Grignard- respektive Organolithium-Verbindungen betrachtet werden (Abb. 4.1).

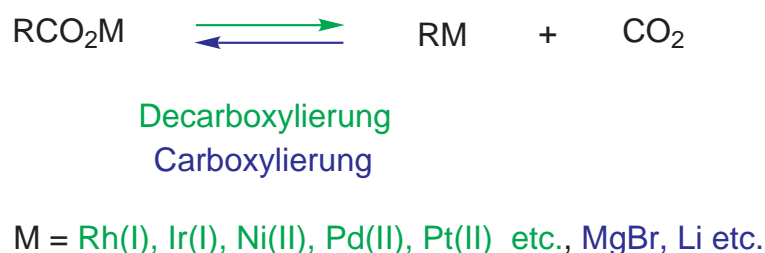


Abbildung 4.1.: Decarboxylierung/Carboxylierung

Thermische Decarboxylierungsreaktionen werden häufig zur Synthese von Polyhalogenarylorganometallischen Verbindungen, z. B. mit  $d^8$ - und  $d^{10}$ -Übergangsmetallen [Rh(I), Ir(I), Ni(II), Pd(II), Pt(II), Cu(I), Ag(I) und Au(I)] eingesetzt.

So können sowohl einfach- als auch zweifach polyfluorphenylsubstituierte Palladium(II)- und Platin(II)-Komplexe durch Reaktion eines Halogen-Palladium(II)- bzw. -Platin(II)-Komplexes mit einem Polyfluorphenylthallium(I)-carboxylat erhalten werden (Abb. 4.2).

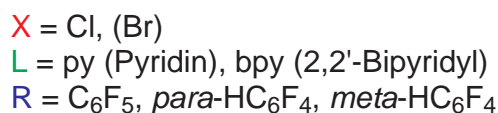
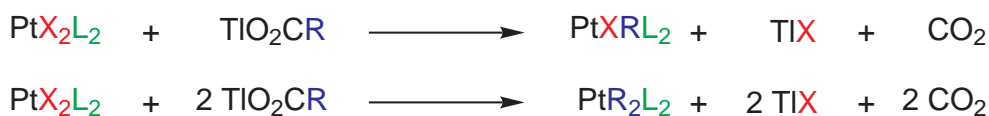


Abbildung 4.2.: Decarboxylierungsreaktionen an Platin(II)-Komplexen mit Stickstoffliganden

Es wird davon ausgegangen, dass sich - nach einem einführenden Halogenid-Pyridin-Austausch - während der Reaktion ein Übergangszustand bildet (Abb. 4.3), in dem das ursprünglich quadratisch-planar umgebene Zentralatom fünffach koordiniert ist und das C1-Atom der Polyfluorphenylgruppe sich unter Kohlendioxid-Eliminierung und Austausch des Pyridin-Liganden an das Zentralatom bindet [50].

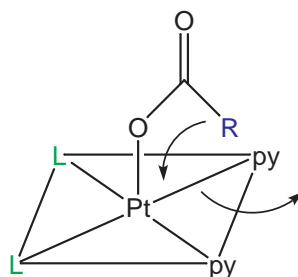


Abbildung 4.3.: Fünffach koordinierter Übergangszustand

Für einen Reaktionsmechanismus dieser Art sprechen die Ergebnisse der Reaktion von *trans*-[PtCl<sub>2</sub>(py)<sub>2</sub>] mit TlO<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>5</sub> in Pyridin, bei der sich bei Raumtemperatur das Intermediat [Pt(py)<sub>4</sub>](O<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) bildet, welches bei Erhöhung der Temperatur auf 119 °C zu *trans*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(py)<sub>2</sub>] decarboxyliert. Der in Abbildung 4.4 dargestellte Reaktionsmechanismus erscheint aufgrund der Existenz des Intermediates plausibel.

Da die Fluor-Substituenten der Polyfluorphenylgruppe eine stark elektronenziehende Wirkung ausüben, wird der im Übergangszustand notwendige partiell carbanionische Zustand des C1-Atoms der Polyfluorphenylgruppe stabilisiert.

Für das Vorliegen des carbanionischen Charakters des C1-Kohlenstoffatoms während der Austauschreaktion spricht, dass beim Umsetzen von Thallium(I)-2,3,4,5-tetrafluorbenzoat mit [PtCl<sub>2</sub>L<sub>2</sub>] - aufgrund des fehlenden Fluoratoms in *ortho*-Stellung und der daraus resultierenden geringeren elektronenziehenden Eigenschaften - lediglich die Substitutionsprodukte entstehen und kaum Decarboxylierung beobachtet wird.

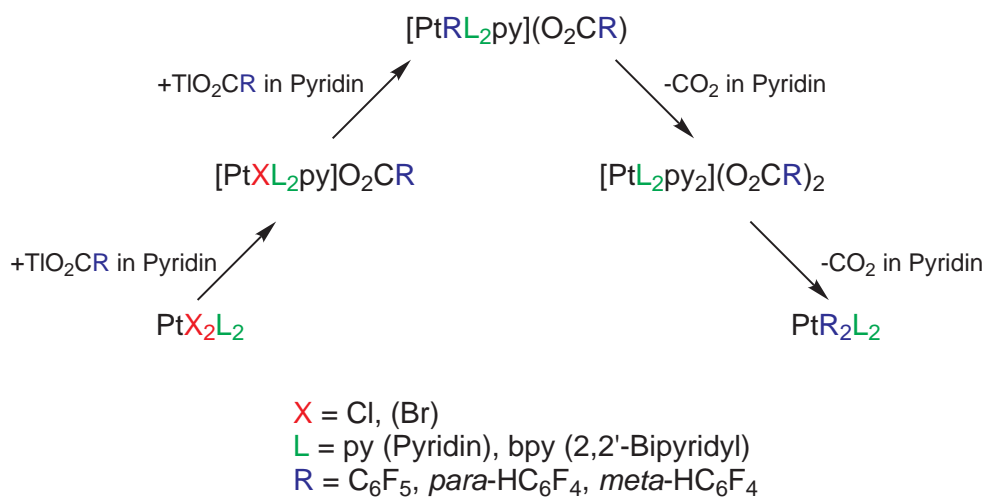


Abbildung 4.4.: Reaktionsmechanismus

Die Vergangenheit hat gezeigt, dass die Synthese von Pentafluorphenyl-Platin(II)-Komplexen mit zweizähligen phenylsubstituierten Phosphan-Liganden über die Decarboxylierungsreaktion mit Thallium(I)-pentafluorbenzoat in Pyridin mit wenigen Nebenprodukten und in hohen Ausbeuten möglich ist [53].

Dennoch hat dieser Syntheseweg seine Schwächen. So sind sowohl die Toxizität als auch die Herstellungs- bzw. Entsorgungskosten des eingesetzten Pyridins und des Thallium(I)-benzoates nicht zu unterschätzen. Des Weiteren führt die Reaktion von Pentafluorphenyl-Platin(II)-Komplexen mit fragilen zweizähligen Phosphan-Liganden wie [Propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ] (depp) [34] nur zu den einfach pentafluorphenylsubstituierten Produkten mit äußerst geringen Ausbeuten und einem hohen Anteil an Verunreinigungen.

Daher ist es sinnvoll, die Decarboxylierungsreaktion so zu modifizieren, dass sowohl Umweltfreundlichkeit und Kosten der eingesetzten Reaktionspartner als auch das Anwendungsspektrum der Reaktion optimiert werden.

## 4.2. Diskussion zu den Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen

### 4.2.1. Decarboxylierungsreaktionen in N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP)

Erste Versuche, Pyridin durch das umweltfreundliche N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) zu ersetzen, fanden im Rahmen meiner Diplomarbeit statt [53].

So stellte sich heraus, dass *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)], welches durch Decarboxylierungsreaktion mit Thallium(I)-pentafluorbenzoat in Pyridin in hohen Ausbeuten herzustellen ist, ebenfalls bei Reaktion in N-Methyl-2-pyrrolidinon entsteht. Im Gegensatz zu der Reaktion in Pyridin sanken jedoch die Ausbeuten von neunzig auf achtzig Prozent. Des Weiteren lagen trotz 3,5-fachem Überschuss an Thallium(I)-pentafluorbenzoat zehn Prozent einfach pentafluorphenylsubstituiertes Nebenprodukt vor, welches durch Säulenchromatographie abgetrennt werden musste.

Bei dem Versuch zur Synthese von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)] mit einer analogen Reaktionsdurchführung bildete sich nicht nur das gewünschte chelatisierte Produkt, sondern mindestens drei weitere Nebenprodukte, die zwar durch analytische Dünnschichtchromatographie nachgewiesen, jedoch nicht durch Säulenchromatographie voneinander getrennt und charakterisiert werden konnten [53].

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit gelang es jedoch, mithilfe von präparativer Dünnschichtchromatographie (Aluminiumoxid 60, F<sub>254</sub>, 1,5 mm, Merck; Laufmittel Hexan/Acteon 5:1) die Kristallstrukturen zweier Nebenprodukte aufzuklären. Aufgrund der minimalen Unterschiede der R<sub>f</sub>-Werte der Produkte (vgl. Tab. 4.1) wurden die präparativen Dünnschichtchromatographie-Platten einer fünf- bis sechsmaligen Mehrfachentwicklung unterzogen.

Tabelle 4.1.: R<sub>f</sub>-Werte

A	0,63	<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]
B	0,58	
	0,54	<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ){μ-(dpppe)} <sub>2</sub> Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]
C	0,52	
	0,48	
D	0,45	<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ){μ-(dpppe)} <sub>2</sub> PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )]



So gelang es, vier Fraktionen A-D zu gewinnen, von denen sich die beiden mittleren (B und C) jedoch wiederum als Produktgemische herausstellten ( $R_F$ -Werte: B = 0,58 und 0,54, C = 0,52 und 0,48). Dennoch kristallisierte sowohl das Nebenprodukt aus Fraktion D als auch eins der Nebenprodukte von Fraktion B aus. Hierbei handelte es sich in beiden Fällen um zweikernige dpppe-verbrückte Komplexe mit *trans*-Konfiguration (vgl. Kap. 9.1.26).

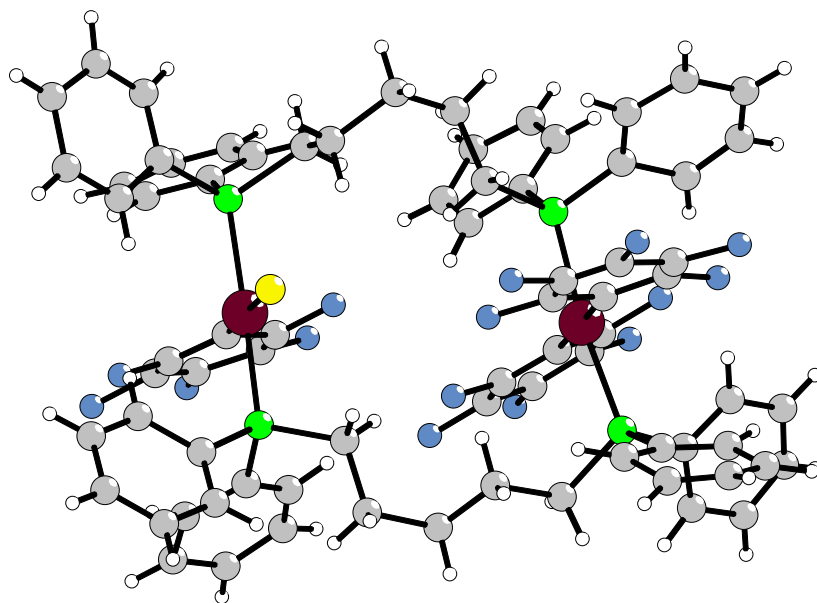


Abbildung 4.5.: Molekülstruktur von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

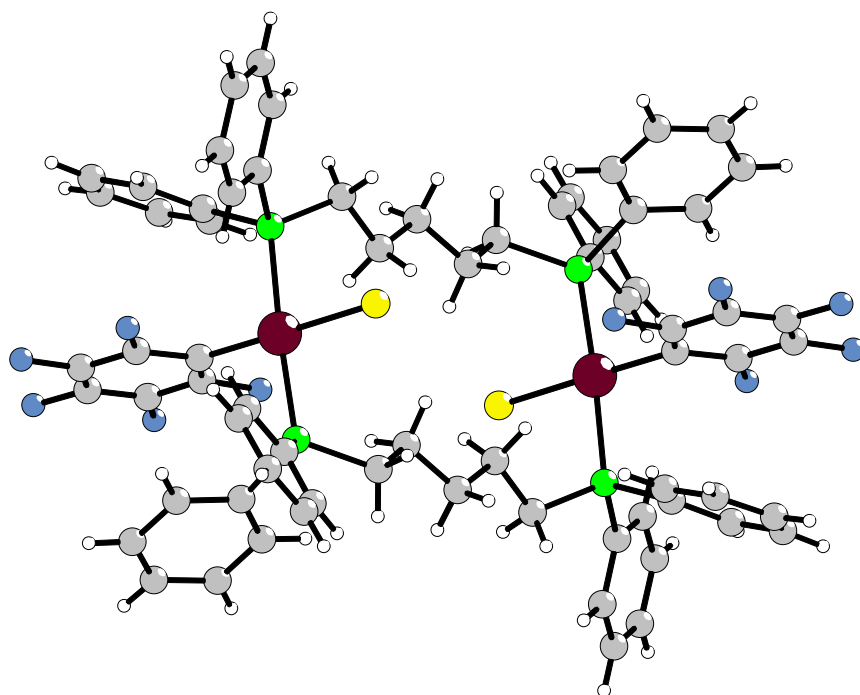


Abbildung 4.6.: Molekülstruktur von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Dies ist zum einen überraschend, da bislang nur die chelatisierende Koordination des Liganden im Dichloro-Komplex röntgenographisch aufgeklärt wurde, zum anderen ist die Frage, ob und ab welcher Kettenlänge es zu verbrückten Di- oder Trimeren kommt, schon seit vielen Jahren ein Diskussionspunkt, da sich ein Monomer - außer durch eine Kristallstrukturanalyse - nur schwer von dem Dimer unterscheiden läßt. So würde sich das *cis*-Monomer im  $^{31}\text{P}$ -,  $^{19}\text{F}$ - und  $^{195}\text{Pt}$ -NMR Spektrum kaum von dem des *cis*-Dimers unterscheiden, da für den Nachweis des Dimers aufgrund der langen verbrückenden Kohlenstoff-Kette  $^7\text{J}(\text{Pt-P})$ -Kopplungen nachgewiesen werden müssten.

Als Diskussionsgrundlage fungieren häufig massenspektrometrische Daten, in denen Molekül-Ionen der Dimere mit geringen relativen Intensitäten auftreten; diese können jedoch auch durch Cluster-Effekte während der Messung entstehen. Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit gemessenen Elektronen-Spray-Massenspektren wiesen häufig Signale mit relativen Intensitäten von bis zu zwanzig Prozent auf, die Dimeren zugeordnet werden können auf, obwohl für die Verbindungen - zumindest im Festkörper - eine dimere Struktur ausgeschlossen werden kann. Hingegen beträgt die relative Intensität des Molekül-Ions der eindeutig verbrückten Verbindungen *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$  100 % (vgl. Kap. 9.1.26) und die des über Wasserstoffbrückenbindungen verknüpften 2,4-(iPrO) $_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$ -Dimers 70 % (vgl. Kap. 6.2.5).

In den beiden Verbindungen *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$  und *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$  sind beide Platinatome quadratisch-planar umgeben und werden *trans*-ständig von den Phosphoratomen des Phosphan-Liganden verbrückt. Die beiden Platinebenen sind zueinander vollkommen parallel ausgerichtet.

In dem asymmetrischen Platinkomplex *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$  wird das Platinatom A zusätzlich von einem Chloratom und einer Pentafluorphenyl-Gruppe koordiniert. Platinatom B ist hingegen zweifach von Pentafluorphenyl-Gruppen umgeben.

Die Platinatome des symmetrischen Komplexes *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$  koordinieren beide jeweils ein Chloratom und eine Pentafluorphenyl-Gruppe. Zwischen den zwei Platinatomen des Moleküls liegt ein Inversionszentrum, so dass jeweils die Chloratome bzw. Pentafluorphenyl-Gruppen der beiden Platinatome zueinander ebenfalls *trans*-ständig sind. In beiden Molekülstrukturen richten sich zwei Phenylringe mit einer Pentafluorphenyl-Gruppe annähernd parallel mit Abständen von 310,8 bis 418,8 pm aus (Abb. 4.7). Diese Art der Stapelung kann sowohl durch sterische Effekte als auch durch  $\pi$ -Wechselwirkungen hervorgerufen worden sein.

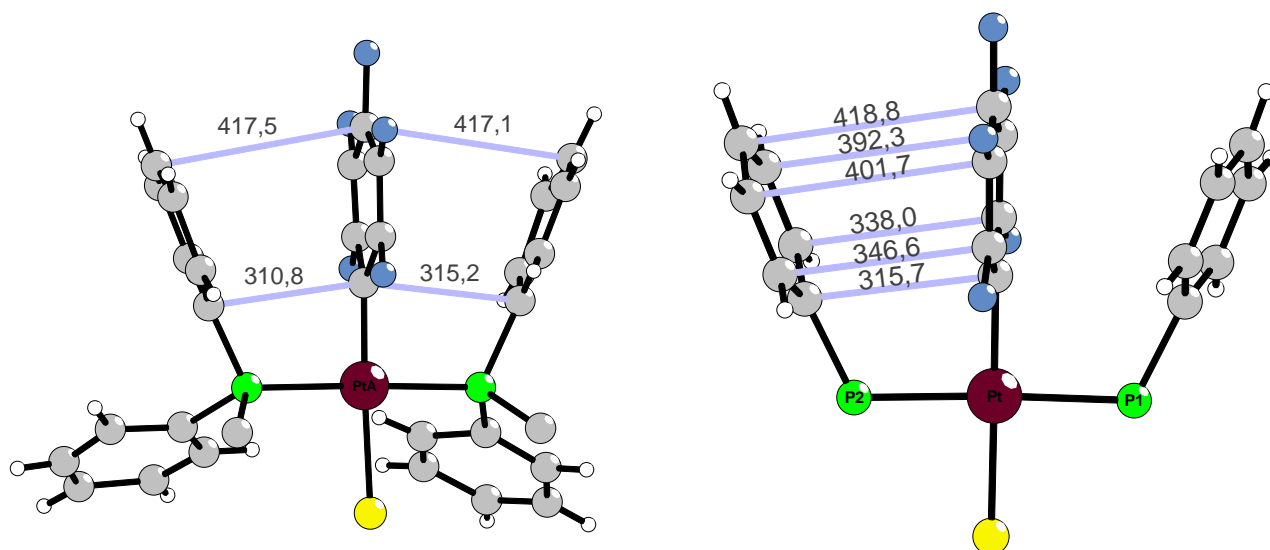


Abbildung 4.7.: Ausrichtung der Phenylringe in  $trans-[PtCl(C_6F_5)\{\mu-(dpppe)\}_2Pt(C_6F_5)_2]$  und  $trans-[PtCl(C_6F_5)\{\mu-(dpppe)\}_2PtCl(C_6F_5)] \cdot 2 \text{ Aceton}$

In den Elementarzellen von beiden Verbindungen befinden sich zwei Formeleinheiten (Abb. 4.8). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Abb. 4.8 und Tab. 9.101).

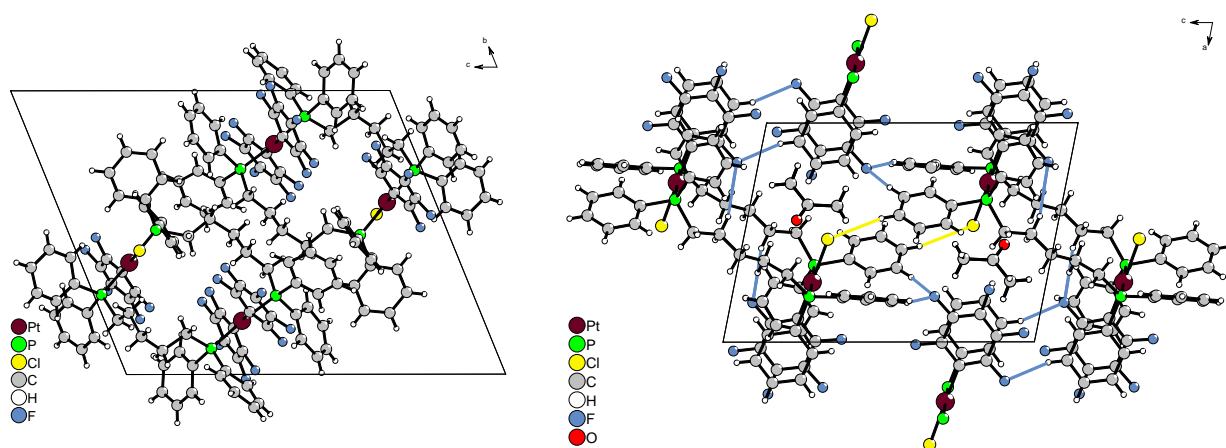


Abbildung 4.8.: Elementarzelle von  $trans-[PtCl(C_6F_5)\{\mu-(dpppe)\}_2Pt(C_6F_5)_2]$  und  $trans-[PtCl(C_6F_5)\{\mu-(dpppe)\}_2PtCl(C_6F_5)]$ , Ansicht entlang [100] bzw. [010]

Aufgrund der vorliegenden Verbrückung der Moleküle ist es nun auch nicht mehr erstaunlich, dass die Reaktion so viele ähnliche Nebenprodukte aufweist. So könnten neben den monomeren einfach und zweifach substituierten zusätzlich jeweils sechs *trans*- und sechs *cis*-verbrückte („A-frame“) Komplexe gebildet werden (Abb. 4.9). Des Weiteren sind sowohl Verbindungen, in denen

das eine Platinatom *trans*- und das andere *cis*-verbrückt wird, als auch höherkernige Komplexe möglich.

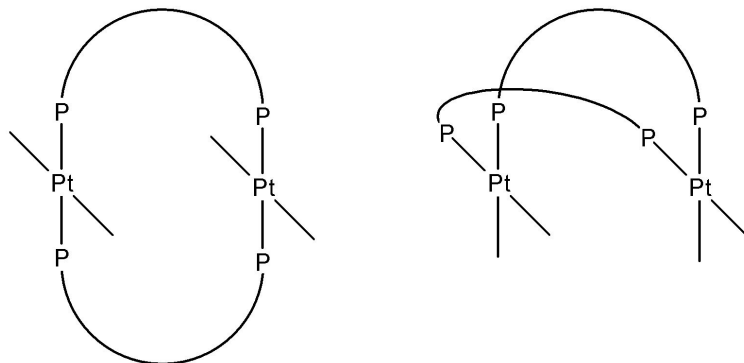


Abbildung 4.9.: Mögliche *trans*- und *cis*-Konfiguration von zweifach verbrückten zweikernigen Komplexen

Neben den beiden eben beschriebenen Kristallstrukturen bildete sich in einem Kristallisationsansatz, der das Rohprodukt in acetoniger Lösung enthielt und durch langsame Diffusion von destilliertem Wasser zu Kristallisation gebracht werden sollte, unerwarteter Weise *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)], welches in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe P 2<sub>1</sub> (Nr. 4) kristallisiert (Abb. 4.10, vgl. Kap. 9.1.26).

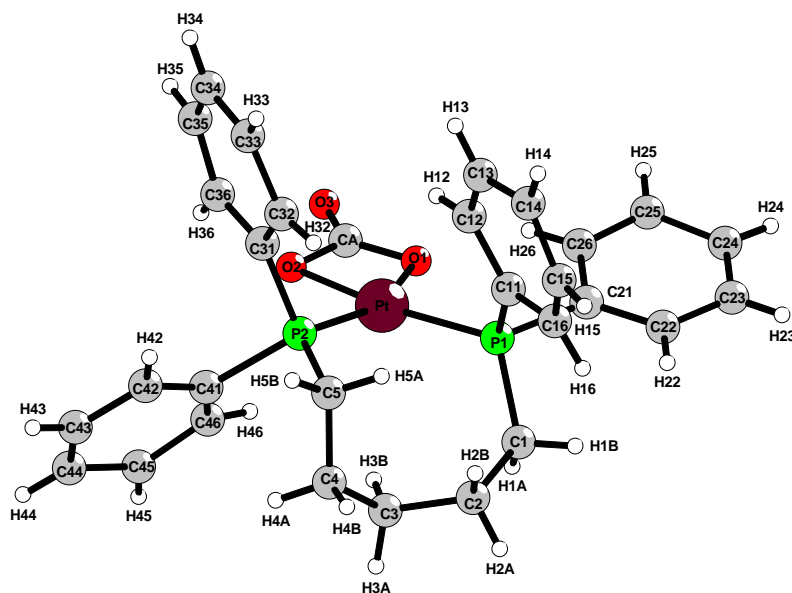


Abbildung 4.10.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Für die Azentrität der Verbindung spricht zum einen der Flack-x-Parameter von -0,04(3), zum anderen konnte durch Überprüfung mit dem Programm Platon [54] keine höhere Symmetrie gefunden werden.

Das zentrale Platinatom ist verzerrt quadratisch-planar von den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Phosphan-Liganden und zwei Sauerstoffatomen des ebenfalls chelatisierenden Carbonat-Ions koordiniert. Der von den Sauerstoffatomen und dem Platinatom eingeschlossene Winkel ist mit  $65,5(7)^\circ$  aufgrund der Carbonat-Geometrie deutlich kleiner als für eine quadratisch-planare Koordination erwartet, entspricht jedoch dem O-Pt-O-Winkel in den ähnlichen Verbindungen *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dppp)] ( $65,4(5)^\circ$ ) und *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> ( $66,5(5)^\circ$ ) [55]. Die vorliegenden Sauerstoff-Platin-Bindungen sind jedoch mit 200(2) und 203(2) pm deutlich kürzer als die in der Literatur bekannten Verbindungen (205(1) bis 208(4) pm).

Sowohl das Kohlenstoffatom C5 der verbrückenden Kette als auch der C21-C26-Phenylring liegen annähernd in der Ebene der Platin-Liganden.

In der Elementarzelle von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)] befinden sich zwei Formeleinheiten (Abb. 4.11). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen.

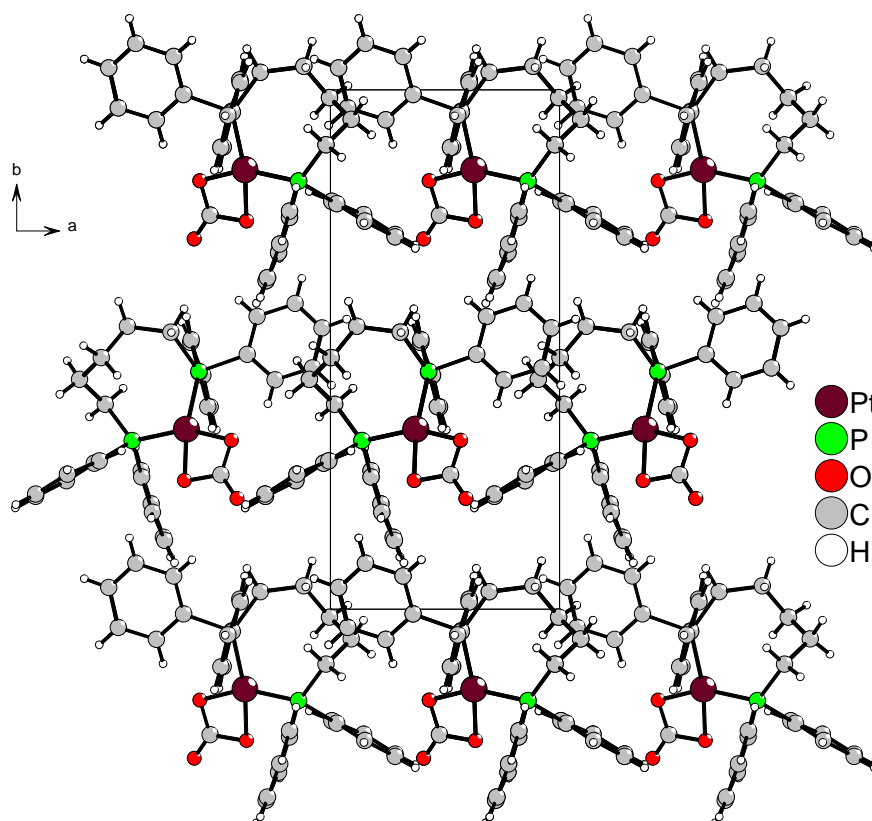


Abbildung 4.11.: Elementarzelle von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)], Ansicht entlang [001]

Die 1:1-Reaktion von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] mit Thallium(I)-pentafluorbenzoat in N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) bei 140 °C ergab ein zähflüssiges, rotbraunes Öl, aus dem ein einziger Kristall kristallisierte, an dem die Kristallstruktur von Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP aufgeklärt werden konnte (vgl. Abb. 4.12 und Kap. 9.1.19). Da die Platinatome des Clusters eine Oxidationszahl von fünfviertel besitzen, muss bei der Reaktion eine Reduktion des zweiwertigen Platins stattgefunden haben. Als Reduktionsmittel kann hierbei sowohl der Phosphan-Ligand als auch Thallium(I) fungiert haben. Trotz mehrerer analoger Reaktionsansätze konnte die Verbindung jedoch nicht reproduziert werden.

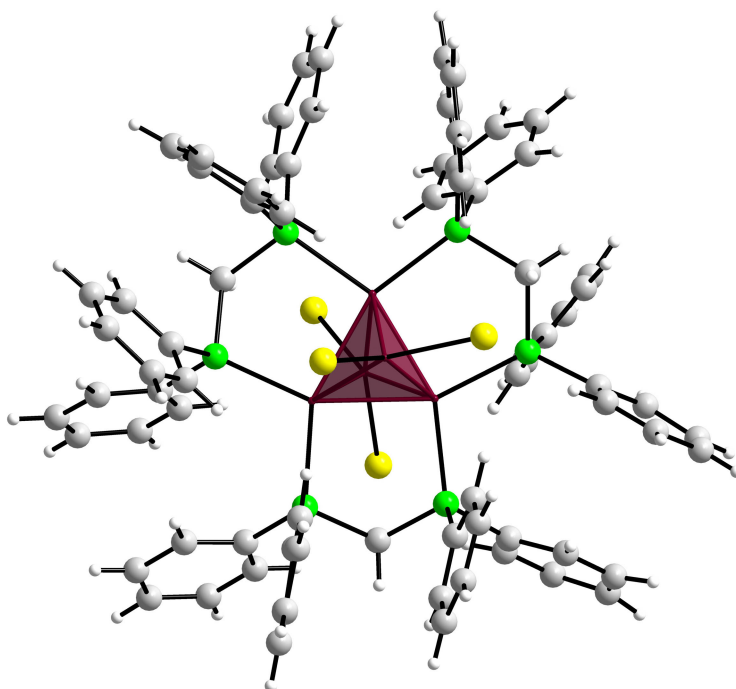


Abbildung 4.12.: Molekülstruktur von Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP

Bei der Verbindung handelt es sich um einen trigonal-bipyramidalen Platincluster, der in äquatorialer Ebene dreifach von dem neutralen zweizähligen Phosphan-Liganden dppm chelatisiert wird und in den axialen Positionen jeweils zwei Chloratome koordiniert. Die Pt-Pt-Abstände der äquatorialen Atome liegen zwischen 262,52(8) und 265,35(9) pm und sind somit deutlich kürzer als die axialen Abstände 276,76(9) bis 291,13(8) pm (Abb. 4.13 und Tab. 9.65).

Die Platin-Chlor-Abstände liegen mit 249,2(4) bis 261,1(4) pm deutlich über der Summe der Kovalenzradien. Die Phosphor-Platin-Abstände hingegen (228,6(4) - 230,4(4) pm) sind im Vergleich mit chelatisierten Komplexen leicht erhöht, liegen jedoch in einem üblichen Bereich für Phosphor-Platincluster-Abstände.

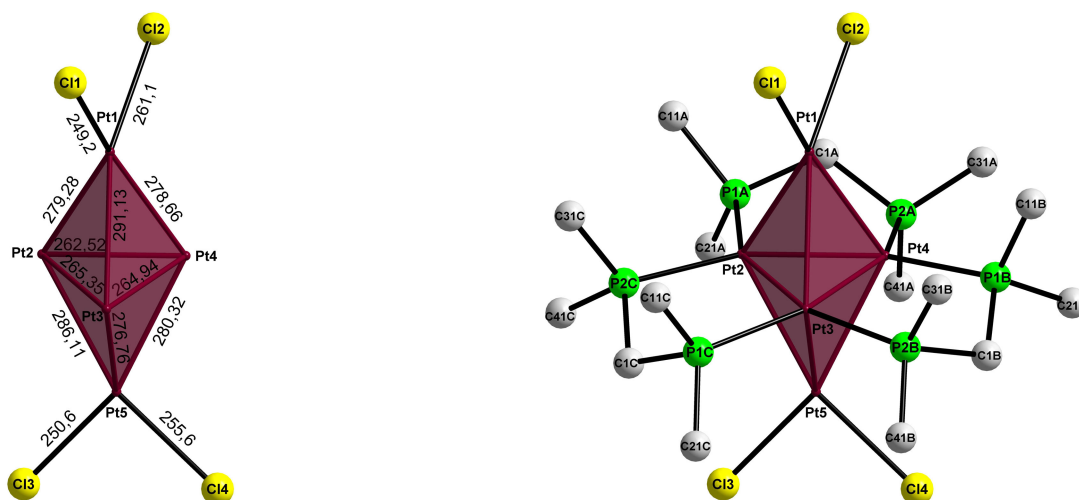


Abbildung 4.13.: Aufbau der zentralen Einheit von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$  (Abstände in [pm])

Diese Abstände und die Ausrichtung des verbrückenden Kohlenstoffatoms korrelieren mit jenen eines heteroatomaren  $[\text{Pt}_3\text{Hg}_2(\text{Ru}^+\text{Cp}(\text{CO})_2)_2(\text{dppm})_3][\text{PF}_6]^-_2$ -Clusters [56] (Abb. 4.14 und 4.15).

Durch den Vergleich mit dem heteroatomaren  $\text{Pt}_3\text{Hg}_2$ -Cluster stellte sich die Frage, ob es sich bei den axialen Atomen wirklich um Platin- und nicht vielleicht um Thallium-Atome handelt. Dies wurde durch eine neue Berechnung mit axialen Thallium-Atomen überprüft, bei der sich die isotropen Temperaturfaktoren und R-Werte deutlich verschlechterten.

Bei  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3$  handelt es sich nicht um einen 18-Elektronen-Cluster, sondern um eine Elektronenmangel-Verbindung ( $58 e^-$ ). Die trigonal-bipyramidale Anordnung der Platinaatome von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3$  entspricht jedoch dem durch „Extended-Hückel“-Molekül-Orbital-Berechnungen für  $\text{Pt}_5$ -Cluster mit 66 Elektronen berechneten Strukturmodell [57].

Komplexe mit weniger als 66 Elektronen können jedoch durch verbrückende Hydrid-Liganden stabilisiert werden.

Dies könnte auch im Fall von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3$  vorliegen, da an zwei Stellen Restelektronendichte über den axialen Pt1-Pt2- bzw. Pt5-Pt3-Bindungen mit Abständen zu den Metallatomen von 151,3 bis 194,0 pm und weitere über den Cluster-Flächen lokalisiert ist. Es gelang jedoch nicht, diese als Wasserstoffatome in die Berechnung mit aufzunehmen. Aufgrund von fehlender Substanz konnten weitere Analysemethoden zur Charakterisierung und zum Nachweis eines Hydrid-Clusters nicht durchgeführt werden.

In der Elementarzelle befinden sich zwei Formeleinheiten. Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen. Die in der Struktur befindlichen N-Methyl-2-pyrrolidinon-Moleküle (NMP) befinden sich in Kanälen entlang [001] (Abb. 4.16).

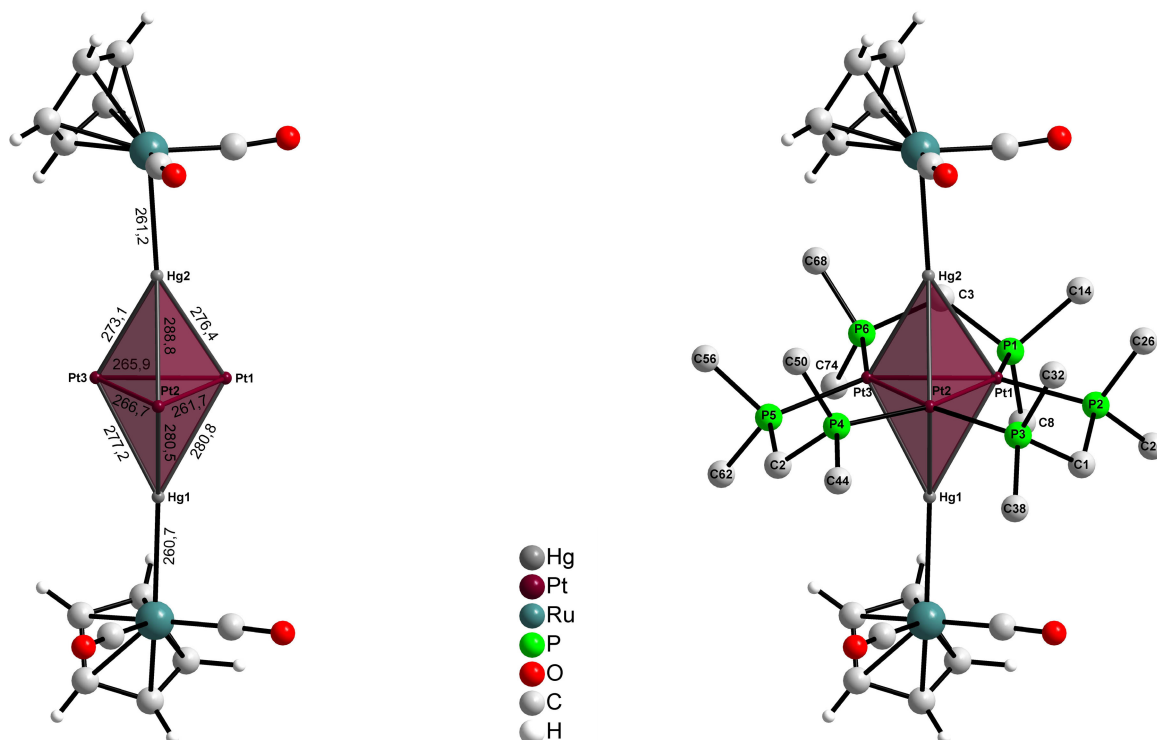


Abbildung 4.14.: Aufbau der zentralen Einheit von  $[\text{Pt}_3\text{Hg}_2(\text{Ru}^+\text{Cp}(\text{CO})_2)_2(\text{dppm})_3][\text{PF}_6]_2 \cdot 1,75 \text{ Aceton}$  (Abstände in [pm])

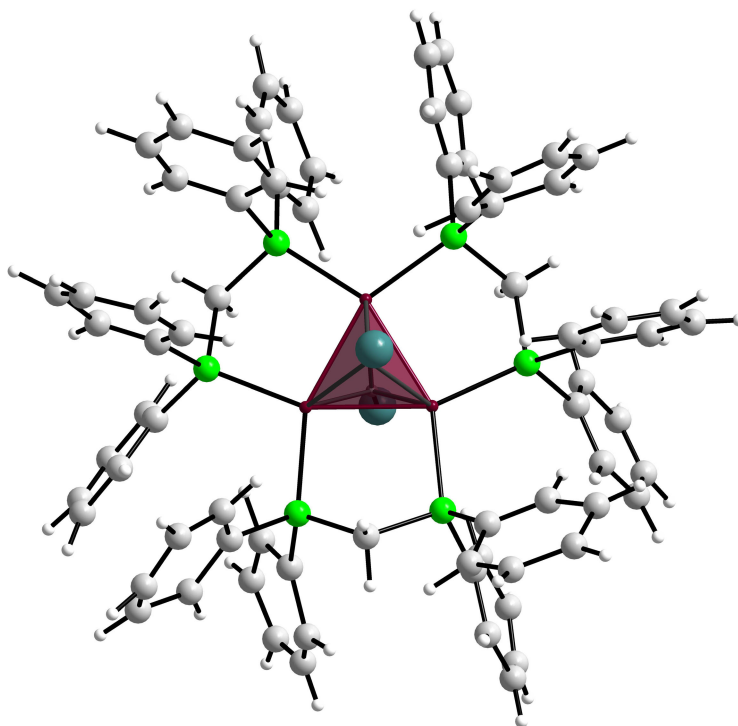


Abbildung 4.15.: Molekülstruktur von  $[\text{Pt}_3\text{Hg}_2(\text{Ru}^+\text{Cp}(\text{CO})_2)_2(\text{dppm})_3][\text{PF}_6]_2 \cdot 1,75 \text{ Aceton}$



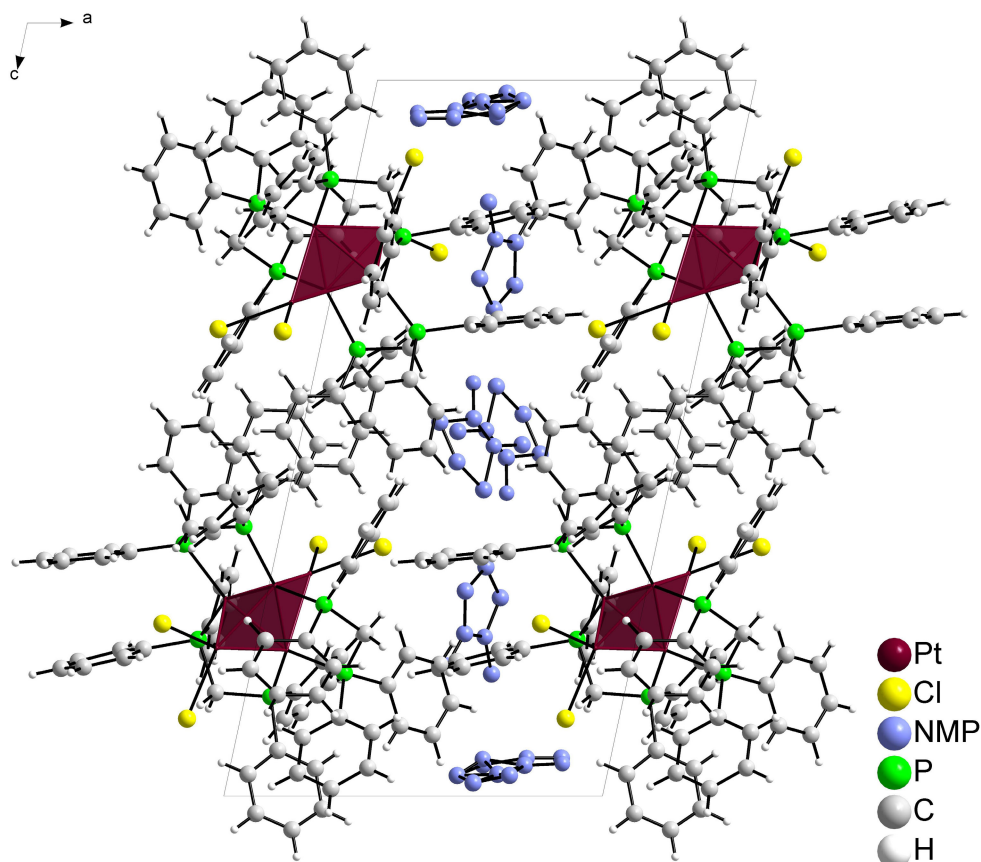


Abbildung 4.16.: Elementarzelle von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$ , Ansicht entlang [010]

NMP-Molekül C ist - wie in Abbildung 4.17 mit schwarzen und grauen Bindungen dargestellt - stark fehlgeordnet. Auch NMP-Molekül B weist leichte Fehlordnung auf und ist somit wie auch Molekül C nicht anisotrop und nur mit hohen isotropen Temperaturfaktoren bestimmbar. Des Weiteren erscheinen die Moleküle - wie auch häufig THF-Moleküle in Kristallstrukturen - annähernd planar.

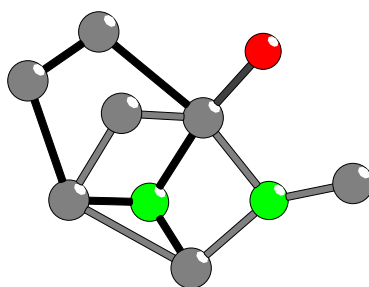


Abbildung 4.17.: Fehlordnung von NMP-Molekül C

Aufgrund der Ergebnisse der in NMP durchgeführten Reaktionen lassen sich folgende Nachteile im Gegensatz zur Synthese in Pyridin zusammenfassen:

- geringere Ausbeuten
- langwierige Aufarbeitung aufgrund des hohen Siedepunktes (90 min Zentrifugation, vs. 30 min Entfernen des Pyridins im Vakuum)
- geringere Reaktivität (Verunreinigungen mit einfach substituierten Verbindungen bei der Synthese von ansonsten gut zugänglichen zweifach pentafluorphenylsubstituierten Verbindungen [53])

Obwohl die hier vorgestellten Reaktionen zu äußerst interessanten Verbindungen führten, wurde die Synthese in NMP, da sie außer der geringeren Toxizität keine Vorteile gegenüber der in Pyridin aufwies, zur Herstellung der eigentlichen Zielverbindungen verworfen.

#### 4.2.2. Decarboxylierungsreaktionen in Pyridin

Erste Versuche, Thallium(I)-pentafluorbenzoat in der Synthese von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] durch das entsprechende Kalium-Salz zu substituieren, wurden im Rahmen der Staatsexamensarbeit von C. Croonenbroeck [23] durchgeführt. Es stellte sich heraus, dass die Reaktion - wenn auch unter geringeren Ausbeuten - zu den gewünschten Verbindungen führt.

Zeitgleich wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit erste Reaktionen des Kalium-pentafluorbenzoates mit Palladium(II)-Komplexen durchgeführt. Hierbei stellte sich heraus, dass im Gegensatz zu den Reaktionen mit Thallium(I)-pentafluorbenzoat, die auch bei mittleren Temperaturen und relativ stabilen eingesetzten Komplexen (*cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dppb)]) zur Zersetzung derselben führten, die Synthese von Polyfluorphenyl-Palladium(II)-Komplexen in hohen Ausbeuten möglich war (Tab. 9.1).

Ebenso stellte sich Kalium-pentafluorbenzoat als besonders vorteilhaft zur Synthese von Pentafluorphenyl-Platin(II)-Komplexen mit fragilen zweizähligen Phosphan-Liganden wie [Propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P] (depp) heraus. So war es - im Gegensatz zu der Reaktion mit Thallium(I)-pentafluorbenzoat - möglich, sowohl das einfach- als auch das zweifach pentafluorphenylsubstituierte Produkt in hoher Ausbeute und großer Reinheit zu erhalten.

Der Vorteil des Kalium- gegenüber dem Thallium(I)-benzoat liegt vermutlich in der fehlenden Fähigkeit des Kalium-Salzes, Redox-Nebenreaktionen einzugehen, und in der geringeren Reaktivität.

An den Reaktionen von Kalium- und Thallium(I)-pentafluorbenzoat mit dem *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppbe)]-Komplex ließ sich zum einen zeigen, dass die Decarboxylierungsreaktion von einer rigiden, verbrückenden Kette gehemmt wird, zum anderen, dass die Umsetzung mit Thallium(I)-benzoat eine höhere Reaktivität als die des Kalium-Salzes aufweist.

In beiden Fällen wurde das Edukt nur zu einem sehr geringen Prozentsatz umgesetzt. Es entstand jedoch eine geringe Menge eines Produktgemisches aus den gewünschten einfach- und zweifach-substituierten Komplexen mit dem zweizähligen Phosphan-Liganden und pentafluorphenylsubstituierten Pyridin-Komplexen. Dieses Verhalten kann als Bestätigung des fünfach koordinierten Übergangszustandes der Reaktion aufgefasst werden, auf den sich der rigide Ligand negativ auswirkt, und somit eine Reaktion unter Ligandenaustausch mit Pyridin favorisiert wird. Die höhere Ausbeute und das günstigere Verhältnis der Phosphan- zu den Pyridin-Komplexen im Falle des Thallium(I)-Salzes lässt auf eine höhere Reaktivität des Thallium(I)-Benzoates schließen, die durch eine stärkere Gleichgewichtsverschiebung auf die Produktseite durch das entstehende schwerer lösliche Thallium(I)-chlorid hervorgerufen wird.

Die richtige Wahl der Reaktionstemperatur ist von Ligand zu Ligand äußerst verschieden. Die Decarboxylierungsreaktion läuft zwar auch schon bei Raumtemperatur ab, jedoch sind häufig höhere Temperaturen zur kompletten Umsetzung nötig.

Ein Beispiel für die Notwendigkeit höherer Temperaturen sind die Reaktionen mit dem Liganden [Ethylen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P] (dppey), dessen verbrückende Kette aufgrund von  $\pi$ -Wechselwirkungen [48, 49] in den Dichloro-Komplexen coplanar mit der quadratisch-planaren Ebene vorliegt. Die Umsetzung dieser Komplexe in der Decarboxylierungsreaktion findet nur bei hohen Temperaturen und mit mäßigen Ausbeuten statt. Dies liegt wahrscheinlich daran, dass die favorisierte Coplanarität beim Durchlaufen des Übergangszustandes aufgehoben wird. Da Palladium(II)- jedoch stärker als Platin(II)-Komplexe dazu neigen, sich bei hohen Temperaturen zu zersetzen, was zu einem Überschuss an Thallium(I)-pentafluorbenzoat führt; die hohen Temperaturen jedoch aus den oben geschilderten Gründen notwendig für die Decarboxylierung sind, ist eine saubere Synthese der Verbindungen über die Decarboxylierungsreaktion kaum möglich (vgl. Tab. 4.2 und 9.1).

Tabelle 4.2.:

Reaktion	Verhältnis D-K:C	T [°C]	Aus- beute	Besonder- heiten	Haupt- Produkte	Neben- Produkte
13	1,0	90	65	*	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)]	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)]
14	3,5	119	51	*	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)]	
27	1,0	119	49		<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)]	
28	3,5	75	25		<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)]	<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)]

\* teilweise Zersetzung

Auch unter Verwendung des Kalium-pentafluorbenzoates kann es bei zu hohen Temperaturen zur Zersetzung des Komplexes unter Reduktion zum Metall kommen. Der Phosphan-Ligand fungiert hier eindeutig als Reduktionsmittel. Erstaunlicherweise kann der Temperaturunterschied zwischen einer optimal ablaufenden Reaktion und der Zersetzung des Komplexes - wie in den in Tabelle 4.3 aufgeführten Reaktionen - äußerst gering sein.

Tabelle 4.3.:

Produkt	Dichloro-Komplex	Verhältnis D-K:C	T [°C]	Aus- beute	Besonder- heiten
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	1,0	115	69	teilweise Zersetzung
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	4,6	110	83	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)]	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	1,0	119	71	teilweise Zersetzung
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	5,0	110	85	

Die durchgeführten Decarboxylierungsreaktionen mit den Kalium- bzw. Thallium(I)-4-Alkoxy-2,3,5,6-tetrafluorphenyl-benzoaten und den Dichloro[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II)- bzw. -platin(II)-Komplexen verhielten sich analog zu jenen der Pentafluorphenylbenzoate.

Das bei der Aufarbeitung von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dmpe)] entstandene „Magnus“-Salz [Pt(dmpe)<sub>2</sub>][PtCl<sub>4</sub>] führte unerwarteterweise zu dem gewünschten Produkt *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]. Anscheinend fand während der Decarboxylierungsreaktion ein Ligandenaustausch statt.

Der Versuch einer Decarboxylierungsreaktion mit dem zweifach ethoxysubstituierten Thallium(I)-3,5,6-trifluor-2,4-bisethoxy-benzoat wies trotz Kohlenstoffdioxid-Entwicklung keine Polyfluorphenyl-Platin-Komplexe auf. Da - wie in der Einleitung beschrieben - der carbanionische Übergangszustand des C1-Kohlenstoffatoms der Polyfluorphenylgruppe stabilisiert werden muss, und dies schon beim Fehlen des elektronenziehenden Effektes eines *ortho*-Fluoratoms -

wie in Thallium(I)-2,3,4,5-tetrafluorbenzoat - nicht mehr gewährleistet werden kann, verwundert dieses Ergebnis mit einer sogar elektronenschiebenden Gruppe in *ortho*-Position kaum.

### 4.2.3. Zusammenfassung der Ergebnisse der Decarboxylierungsreaktionen in Pyridin

Tabelle 4.4 gibt die Reaktionsbedingungen für die erfolgreiche Synthese von Polyfluorphenyl-Phosphan-Palladium(II)- und -Platin(II)-Komplexen durch Decarboxylierungsreaktion wieder, die sich im Rahmen der vorliegenden Arbeit als optimal erwiesen haben.

Tabelle 4.4.:

	PtCl <sub>2</sub> L	PdCl <sub>2</sub> L	T [°C]
Kalium-polyfluorbenzoat	depp, dmpe	depp, dmpe	60-80
		dppe, dppp, dppb	80-90
Thallium(I)-polyfluorbenzoat	dppe, dppp, dppb		80-100
	dppeth, dppbe	(dppey, dppbe)	100-119

Kalium-polyfluorbenzoate haben sich sowohl bei der Synthese der Palladium(II)-Komplexe als auch der der Platin(II)-Komplexe mit fragilen Liganden bewährt. Aufgrund der geringeren Reaktivität bietet sie sich zudem auch für die Synthese von einfach polyfluorphenylsubstituierten Platin(II)-Komplexen an, da unter Verwendung der Thallium(I)-Salze häufig zweifach substituierte Nebenprodukte entstehen. Zur Synthese von zweifach polyfluorphenylsubstituierten Platin(II)-Komplexen hingegen bieten sich die reaktiveren Thallium(I)-polyfluorbenzoate an.

Die Decarboxylierungsreaktionen zur Synthese von Polyfluorphenyl-Palladium(II)-Komplexen erwiesen sich im Gegensatz zu jenen der analogen Platin(II)-Komplexe als stark temperatur-empfindlich, so dass diese zur Vermeidung der Reduktion des Palladium(II)-Komplexes bei tieferen Temperaturen durchgeführt werden sollten.

Als schwierig erwies sich die Synthese der Polyfluorphenyl-Palladium(II)- und -Platin(II)-Komplexe mit rigiden zweizähligen Phosphan-Liganden wie dppey und dppbe - von denen letztere nur in Spuren erhalten werden konnten - durch Decarboxylierungsreaktion. Zur Synthese dieser Verbindungen sollte auf Liganden-Austausch-Reaktionen zurückgegriffen werden.

#### 4.2.4. Strukturbeschreibungen der röntgenographisch charakterisierten Verbindungen

Tabelle 4.6 gibt eine Übersicht über die im Rahmen der vorliegenden Arbeit aufgeklärten Polyfluorphenyl-Phosphan-Platin(II)- und -Palladium(II)-Kristallstrukturen. Zusätzlich sind die Daten von zwei isotypen Verbindungen angegeben, deren Kristallstrukturen im Rahmen meiner Diplomarbeit aufgeklärt werden. Die isotypen und strukturverwandten Verbindungen wurden in Tabelle 4.6 farblich hervorgehoben.

In allen hier angegebenen Kristallstrukturen liegt ein monomerer, meist leicht verzerrt quadratisch-planarer Platin(II)- bzw. Palladium(II)-Komplex vor, in dem das Zentralatom chelatisierend von den zwei Phosphoratomen des zweizähligen Phosphan-Liganden umgeben ist.

Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen. Zusätzliche C-H $\cdots$ Cl- und C-H $\cdots$ F-Wechselwirkungen tragen möglicherweise einen geringen Teil zur Anordnung der Moleküle zueinander bei. Bindungsabstände, -winkel und Torsionswinkel sind im Experimentellen Teil angegeben. Im Folgenden werden die Strukturen vorgestellt und im Anschluss durch einen Vergleich aller Strukturen diskutiert.

#### *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

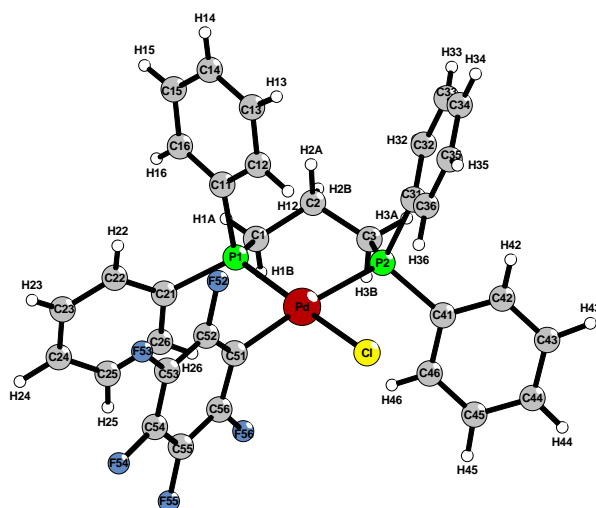


Abbildung 4.18.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Die Kristallstruktur von *cis*-Chloropentafluorphenyl[propan-1,3-diybis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II) (*cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]) (Abb. 4.18) ist isotyp zu der der analogen Platin-Verbindung, jedoch nicht zur lösungsmittelhaltigen Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

· 1,5 Aceton, in der zwei kristallographisch unterschiedliche Moleküle A und B vorliegen (Abb. 4.19 und Tab. 4.5).

Tabelle 4.5.: Vergleich der Parameter der Verbindungen  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

	a	b	c	$\beta$	ZV	Z
$cis$ -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	1351,5(2)	1541,6(2)	1541,1(2)	106,57 (2)	3077,5 (7)	4
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	1348,86(1)	1506,24(1)	1533,34(2)	106,593(1)	2985,57(5)	4
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton	1449,4(1)	1327,2(8)	3721,1(3)	95,053(6)	7130,1(9)	8

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Die Raumgruppe aller angegebener Strukturen ist P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14)

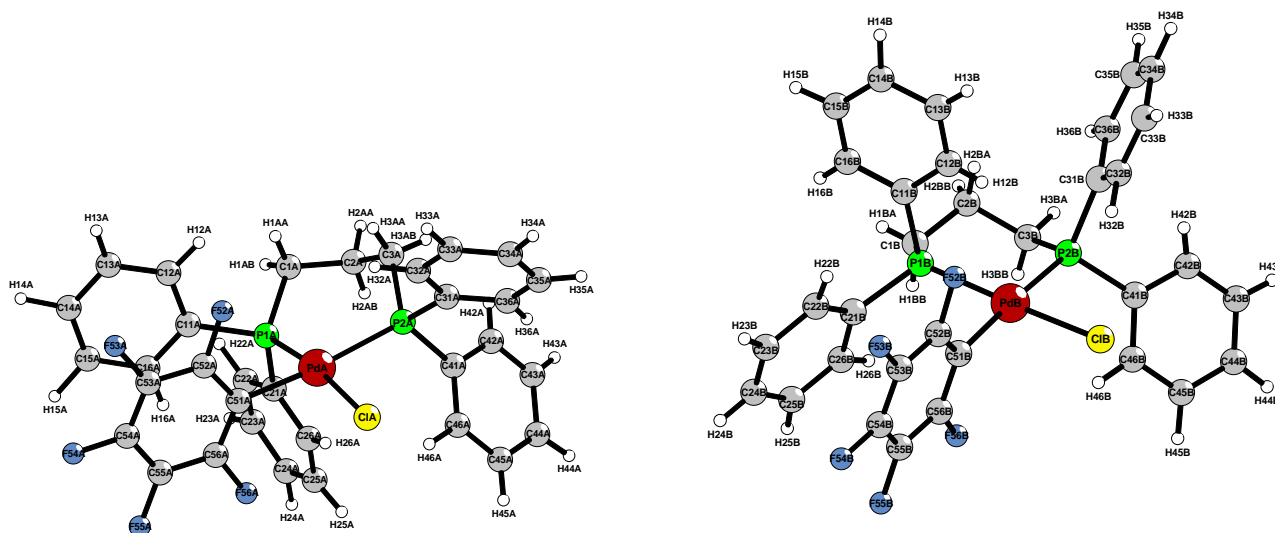


Abbildung 4.19.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen Moleküle A und B in der Kristallstruktur von  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Das zentrale Palladiumatom ist in beiden Kristallstrukturen von einer Pentafluorphenylgruppe einem Chlor- und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden verzerrt quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.18 und 4.19). Die verbrückende Kohlenstoffkette bildet ein M-, bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen. Das Kohlenstoffatom C2 liegt im Fall von Molekül B und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] näher zur Platin-Ebene als in Molekül A (Abb. 4.20). In allen drei Molekülstrukturen weicht das Chloratom mit 41,7(3) bis 48,0(4) pm stark von der C51-P1-P2-Pd-Ebene ab (Abb. 4.20 und Tab. 4.7).

Tabelle 4.6.: Übersicht der Kristallstrukturen der Polyfluorphenyl-Phosphan-Platin(II)- und -Palladium(II)-Komplexe

Substanz	Gitterkonstanten [pm, °]	ZV [ $10^6$ pm <sup>3</sup> ]	Raumgruppe	Substanz	Gitterkonstanten [pm, °]	ZV [ $10^6$ pm <sup>3</sup> ]	Raumgruppe
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )] [53]	a = 1351,5(2) b = 1541,6(2) c = 1541,1(2) β = 106,57(2)	3077,5(7)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppe)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1358,1(1) b = 1646,7(1) c = 1554,7(1) β = 98,871(7)	3435,2(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )] [53]	a = 1351,5(2) b = 1541,6(2) c = 1541,1(2) β = 106,57(2)	3077,5(7)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )]	a = 1348,86(1) b = 1506,24(1) c = 1533,34(2) β = 106,593(1)	2985,57(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ] · 2 Aceton	a = 1211,90(2) b = 3032,29(2) c = 1287,07(3) β = 117,979(2)	4177,0(1)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ] · 2 Aceton	a = 1210,02(8) b = 3028,0(2) c = 1286,29(9) β = 117,992(5)	4161,5(5)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dpppb)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ] [53]	a = 1680,8(2) b = 1011,5(2) c = 1108,6(1) β = 109,02(1)	1781,8(4)	C 2 (Nr. 5)	<i>cis</i> -[Pd(dpppb)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1686,6(6) b = 1004,5(1) c = 1109,0(3) β = 109,24(3)	1774,0(8)	C 2 (Nr. 5)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)]	a = 1282,10(1) b = 1163,93(1) c = 2112,44(2) β = 102,412(1)	3078,66(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)]	a = 1289,80(2) b = 1173,86(2) c = 2108,54(5) β = 102,545(1)	3116,2(1)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OBt)] · 2 Aceton	a = 1416,88(1) b = 1033,83(1) c = 2782,47(2) β = 103,9144(4)	3956,20(6)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OBt)]	a = 1487,07(2) b = 1547,46(1) c = 1411,10(1) β = 103,727(1)	3154,45(5)	P c (Nr. 7)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)] · 2 Aceton	a = 1426,39(2) b = 1037,79(1) c = 2796,68(4) β = 104,105(1)	4015,09(9)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)]	a = 1501,35(4) b = 1564,53(2) c = 1413,35(1) β = 103,613(1)	3226,6(1)	P c (Nr. 7)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)] <sub>2</sub> · 1 Aceton	a = 1980,77(2) b = 2044,36(2) c = 1026,27(1) β = 102,578(1)	4155,79(7)	P nma (Nr. 62)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OBt)] <sub>2</sub> · 1 Aceton	a = 979,57(1) b = 3594,10(4) c = 2160,06(2) β = 102,529(1)	4330,61(9)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OBt)] <sub>2</sub> · 1 Aceton	a = 983,97(1) b = 3557,27(5) c = 1241,15(2) β = 102,842(2)	4240,1(1)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OBt)] <sub>2</sub> · 1 Aceton	a = 975,05(1) b = 3657,72(3) c = 1309,67(1) β = 102,384(1)	4562,20(7)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )]	a = 956,20(2) b = 1022,28(3) c = 1789,47(7) γ = 117,570(2) α = 91,149(1) β = 92,311(1) γ = 117,570(2)	1547,84(8)	P 1 (Nr. 2)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)Cl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1332,90(1) b = 1876,02(2) c = 1019,63(1) β = 1286,44(2) β = 1184,24(1) β = 2370,04(3)	2549,44(4)	P bcn (Nr. 60)
<i>cis</i> -[Pt(dppbe)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1500,21(3) b = 1477,38(3) c = 1635,45(4) β = 103,631(1)	3522,7(1)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	<i>cis</i> -[Pd(dppbe)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1286,44(2) b = 1184,24(1) c = 2370,04(3) β = 1983,35(4) β = 110,108(1)	3610,65(8)	P bca (Nr. 61)
<i>cis</i> -[Pt(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1329,1(1) b = 1883,7(2) c = 1025,9(1) β = 102,5(1)	2568,4(5)	P bcn (Nr. 60)	<i>cis</i> -[Pd(dppp)(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	a = 1983,35(4) b = 858,90(2) c = 1310,63(3) β = 110,108(1)	2096,57(8)	C 2/c (Nr. 15)



Tabelle 4.7.: Auslenkung des Chloratoms aus der C51-P1-P2-Pd-Ebene in [pm]

$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	41,7(3)
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	48,0(4)
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	43,3(4)

Des Weiteren treten außergewöhnlich kurze Pd-H-Abstände auf, die in Abbildung 4.20 rot eingezeichnet sind. Die C-H-Pd-P-Abstände, -Winkel und Torsionswinkel sind in Tabelle 4.8 angegeben. Molekül A weist hierbei deutlich kürzere Palladium-Wasserstoff und -Kohlenstoff-Abstände als Molekül B und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] auf. Hierbei könnte es sich um schwache agostische Wechselwirkungen eines *ortho*-ständigen Wasserstoffatoms eines Phenyl-Substituenten des zum Chloratom *trans*-ständigen Phosphan-Liganden handeln. In allen drei Fällen ist das Chloratom in Richtung dieser Phenylgruppe ausgelenkt.

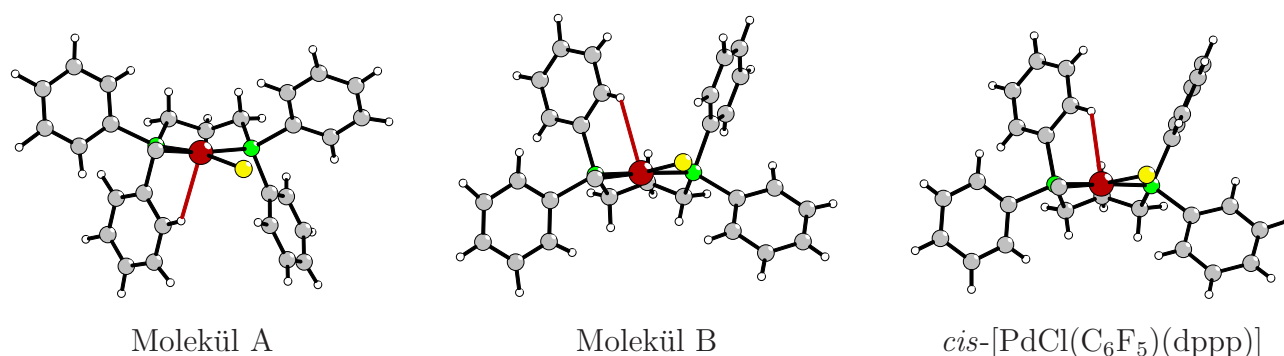


Abbildung 4.20.: Vergleich der agostischen Wasserstoffbrückenbindungen und Auslenkung des Chlor-Liganden in den Molekülstrukturen von  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A und B

Der Vergleich der Konformation der Kohlenstoff-Substituenten zeigt bei gleicher Ausrichtung der Pentafluorphenylgruppe eine große Übereinstimmung zwischen der von Molekül B und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] auf. In beiden Molekülstrukturen bildet die unter der Platinebene befindliche Kohlenstoffkette mit den Phosphoraten eine W-förmige Anordnung mit einem fast in der Palladiumebene liegenden mittleren Kohlenstoffatome C2. Der einzige größere Unterschied ist eine leichte Torsion einer der Phenylgruppen.

Die Konformation von Molekül A weist hingegen deutliche Unterschiede auf. So liegt zum einen die verbrückende Kohlenstoffkette einschließlich des mittleren Kohlenstoffatoms C2 oberhalb der Palladiumebene und bildet ein M-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoraten, zum anderen liegt ein kurzer Palladium-Wasserstoff-Abstand unterhalb der Ebene vor. Daraus resultierend weicht die Konformation der Phenylsubstituenten stark von der in Molekül B und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] ab.

Tabelle 4.8.: C-H-Pd-P-Abstände, -Winkel und Torsionswinkel in [pm] und [°]

	beteiligte Atome	Pd-H	Pd-C	C-H-Pd	H-Pd-P	C-H-Pd-P
Molekül A*	C26A-H26A-Pd1A-P1A	268(6)	335,1(6)	127(4)	69(1)	2(4)
Molekül B*	C12B-H12B-Pd1B-P1B	288(5)	343,5(6)	127(3)	65,1(9)	9(4)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	C12-H12-Pd1-P1	278(3)	340,4(3)	123(2)	68,0(7)	7(2)

\* *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

In der Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] befinden sich vier, in der von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton hingegen acht Formeleinheiten (Abb. 4.21). Acht der zwölf Aceton-Moleküle befinden sich in Kanälen entlang [010].

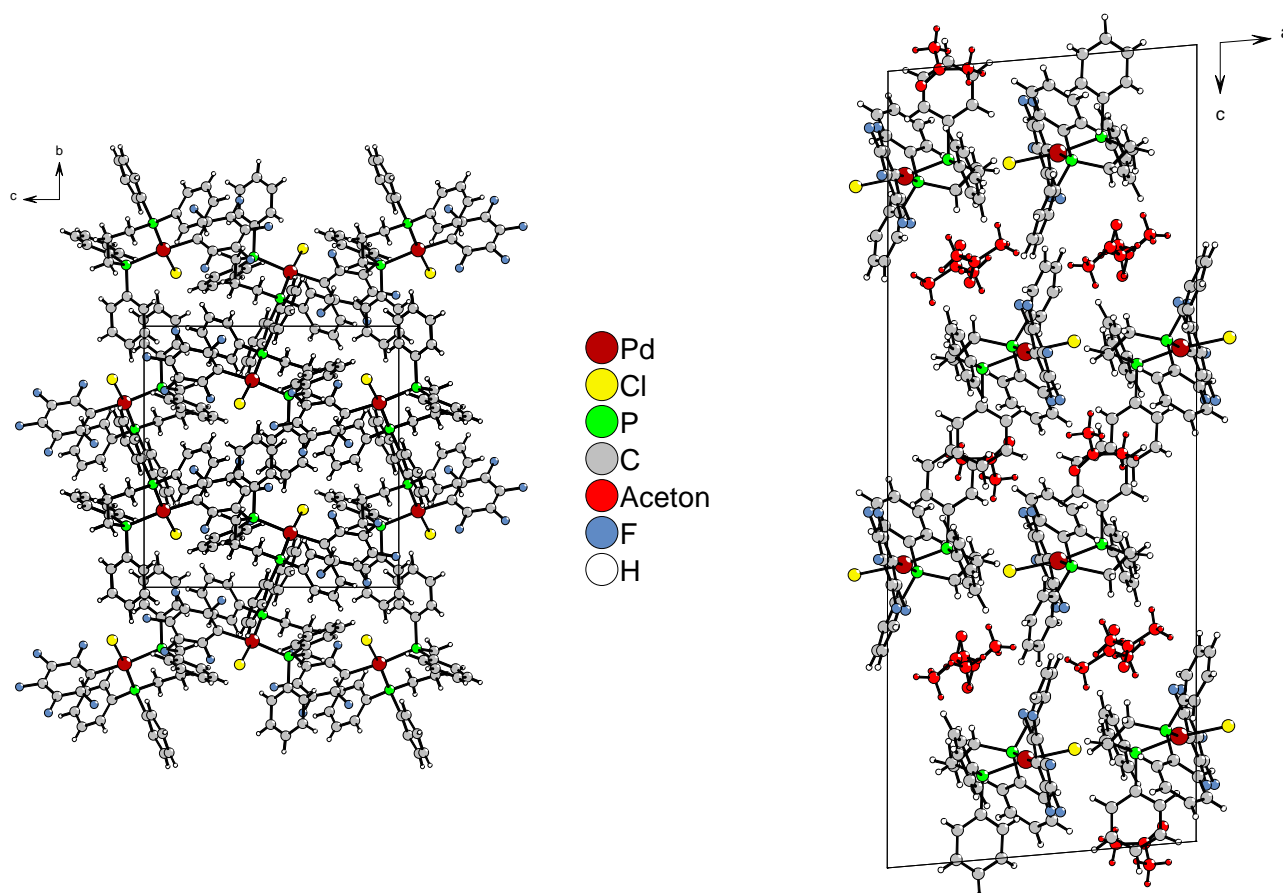


Abbildung 4.21.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] (Ansicht entlang [100]) und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton (Ansicht entlang [010])

Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl in beiden Strukturen zusätzliche C-H $\cdots$ Cl- und C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.10). In der Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton liegt des Weiteren eine Stapelung von Pentafluorphenyl- und Phenyl-Aromaten mit Abständen von 305,4 bis 416,4 pm vor (Abb. 4.22), die sowohl durch sterische Effekte als auch durch  $\pi$ -Wechselwirkungen hervorgerufen worden sein kann.

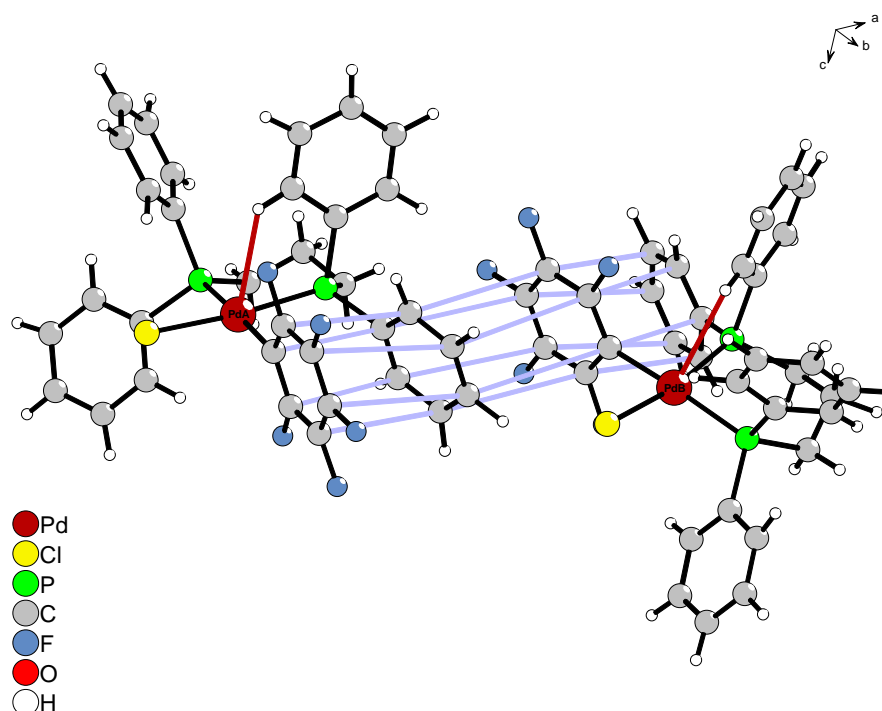


Abbildung 4.22.: Stapelung von Pentafluorphenyl- und Phenyl-Aromaten

**cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton**

Die Kristallstruktur von *cis*-Bispentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II) Aceton (1/2) (*cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton) ist isotyp zu der - auch im Rahmen dieser Arbeit aufgeklärten - analogen Platin-Verbindung, auf die auf Grund von schlechten R-Werten nicht weiter eingegangen wird (Tab. 4.9).

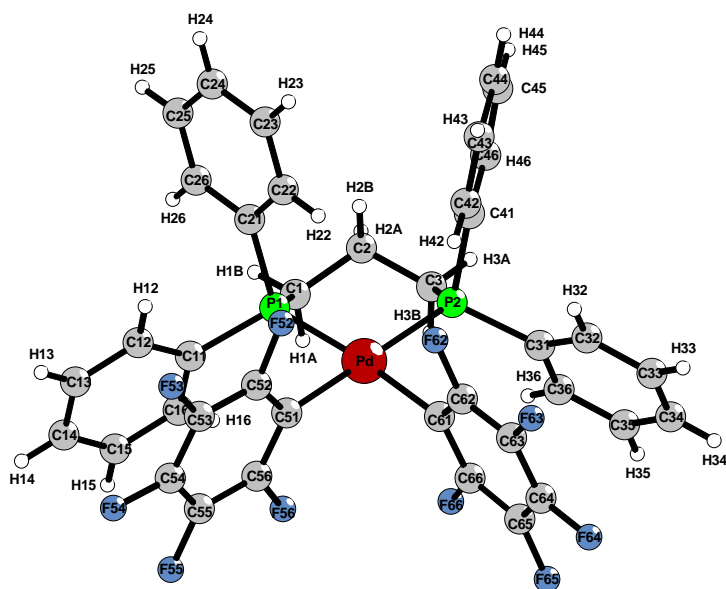
Tabelle 4.9.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

	a	b	c	$\beta$	ZV	Z
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	1210,02(8)	3028,0(2)	1286,29(9)	117,992(5)	4161,5(5)	4
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	1211,90(2)	3032,29(2)	1287,07(3)	117,979(2)	4177,0(1)	4

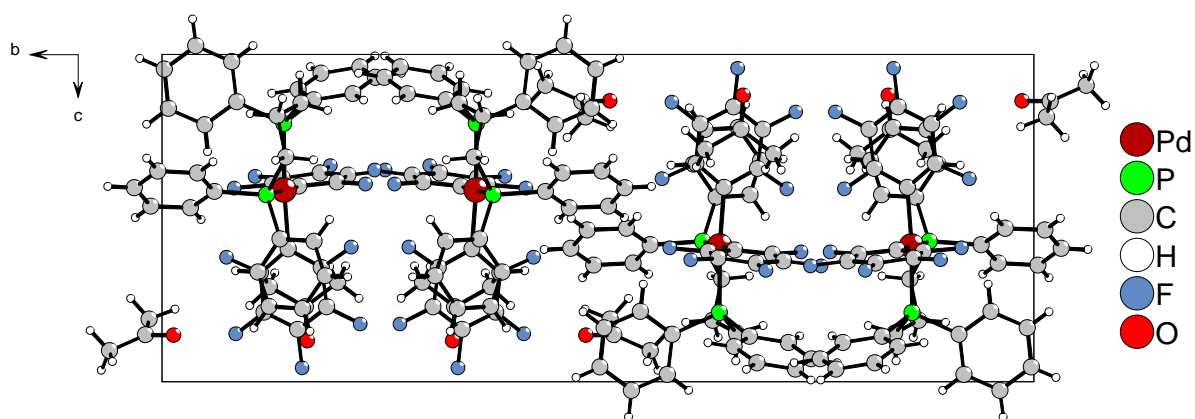
a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

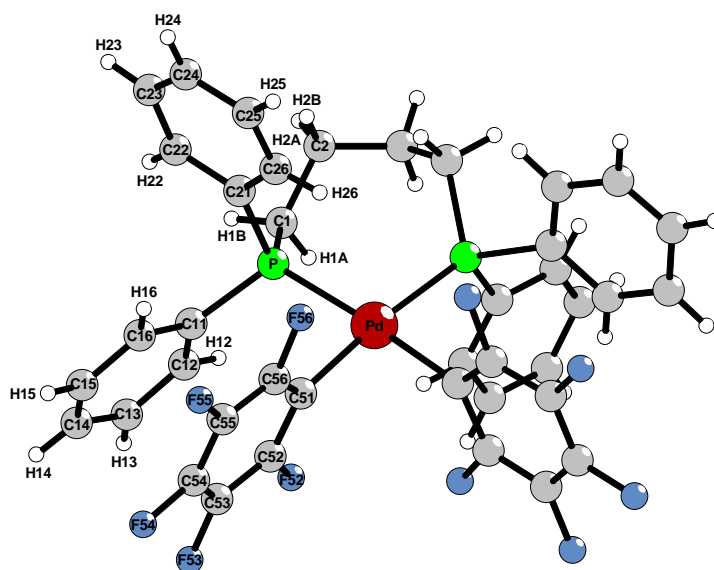
Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/a (Nr. 14)

Das zentrale Palladiumatom ist von zwei Pentafluorphenylgruppen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.23). Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt einschließlich des mittleren Kohlenstoffatoms C2 auf einer Seite der Palladiumebene und bildet ein M- bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen.

Abbildung 4.23.: Molekülstruktur von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

In der Elementarzelle von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.24). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.16).

Abbildung 4.24.: Elementarzelle von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton, Ansicht entlang [100]

**cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]**Abbildung 4.25.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Die Kristallstruktur von *cis*-Bis(pentafluorphenyl)[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) (*cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]) ist isotyp zu der im Rahmen meiner Diplomarbeit aufklärten analogen Platin-Verbindung [53] (Tab. 4.16).

Bei der Integration des Datensatzes zeigte sich ein interessantes und ungewöhnliches Zahlen-spiel: Die Zelle konnte sowohl C-zentriert (blau) als auch innen-zentriert (rot) aufgestellt werden, jedoch blieben die Zellparameter bis auf eine Vertauschung der Gitterkonstanten a und c annähernd gleich (Abb. 4.26 und Tab. 4.16).

Tabelle 4.10.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)] und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

	a	b	c	$\beta$	ZV	Raumgruppe	Flack-x
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	1686,6(6)	1004,5(1)	1109,0(3)	109,24(3)	1774,0(8)	C 2 (Nr. 5)	-0,11(5)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	1109,0(3)	1004,6(1)	1685,8(4)	109,16(3)	1774,0(6)	I 2 (Nr. 5)	-0,11(5)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	1680,8(2)	1011,5(2)	1108,6(1)	109,02(1)	1781,8(4)	C 2 (Nr. 5)	-0,007(7)

[53]

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Das zentrale Palladiumatom ist von zwei Pentafluorphenylgruppe und den zwei Phosphorato-men des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.25) und besetzt die

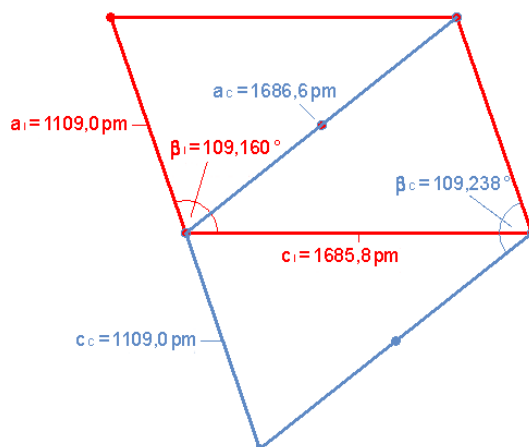


Abbildung 4.26.: C-flächenzentrierte und innenzentrierte Elementarzelle von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)], Projektion auf a,c-Ebene

spezielle Wyckoff-Lage 2a. Die Kohlenstoffatome C2 und C2\* der verbrückenden Kohlenstoffkette liegen innerhalb der Palladiumebene, hingegen befinden sich die Kohlenstoffatome C1 und C1\* jeweils darunter bzw. darüber. In der Elementarzelle von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)] liegen zwei Formeleinheiten vor (Abb. 4.27). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.21).

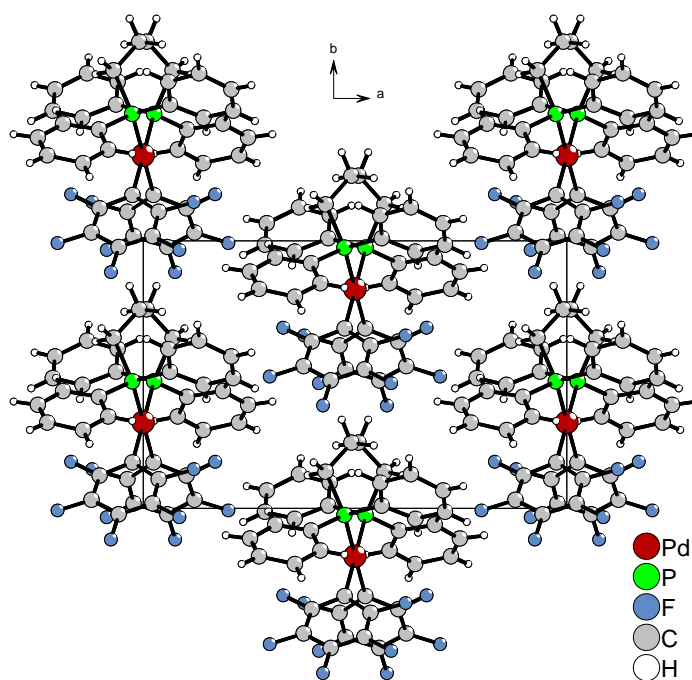


Abbildung 4.27.: Elementarzelle von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)], Ansicht entlang [001]

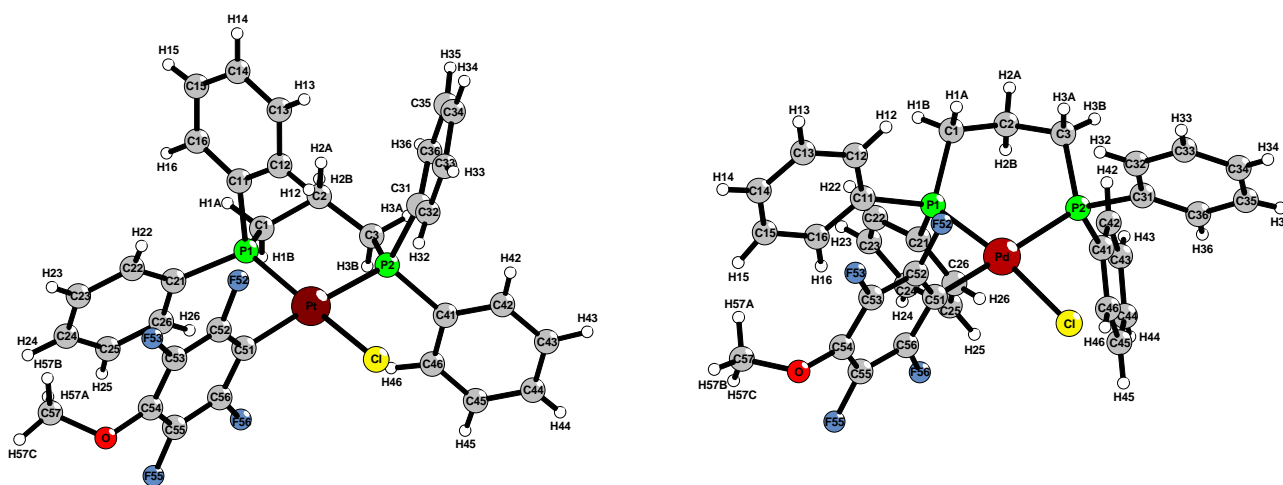
**cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)] und cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]**

Abbildung 4.28.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Die Kristallstrukturen von *cis*-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-phenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) und -palladium(II) sind zueinander isotyp.

Tabelle 4.11.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)] und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

	a	b	c	$\beta$	ZV
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	1289,80(2)	1173,86(2)	2108,54(5)	102,545(1)	3116,2(1)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	1282,10(1)	1163,93(1)	2112,44(2)	102,412(1)	3078,66(5)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14)

Das zentrale Metallatom ist von einer 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-phenyl-Gruppe, einem Chlor- und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden verzerrt quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.28). Das Chloratom weicht jedoch mit 36,1(4) (Pt) bzw. 40,0(4) (Pd) pm stark von der C51-P1-P2-M-Ebene ab. Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt einschließlich des mittleren Kohlenstoffatoms C2 auf einer Seite der quadratisch-planaren Ebene und bildet ein M- bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen. In der Elementarzelle befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.29). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H $\cdots$ Cl- und C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.25 und 9.67).

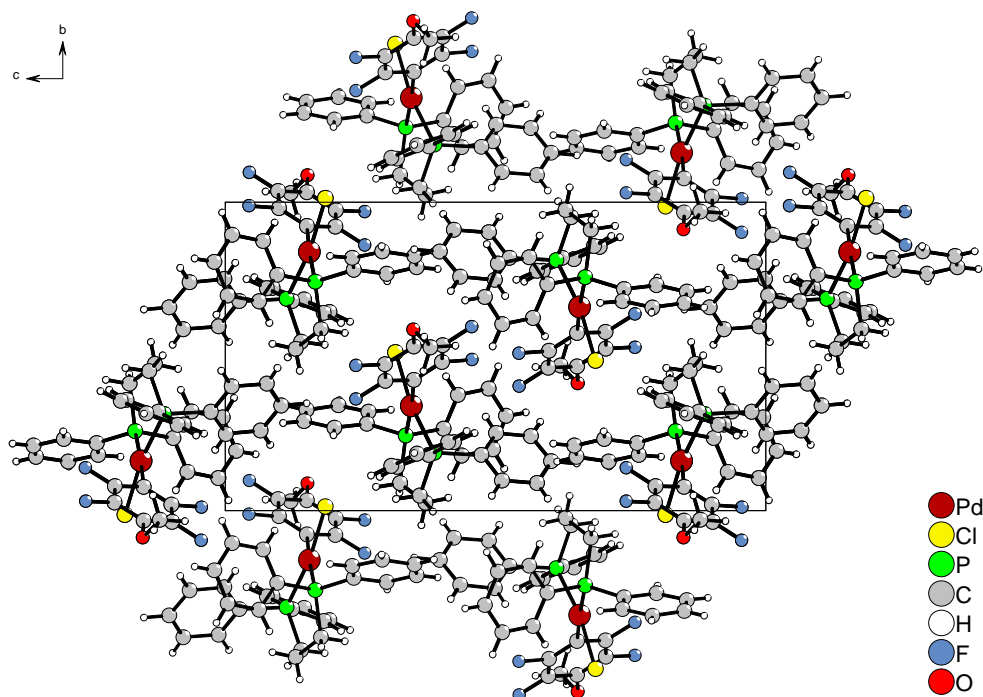


Abbildung 4.29.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)], Ansicht entlang [100]

***cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton**

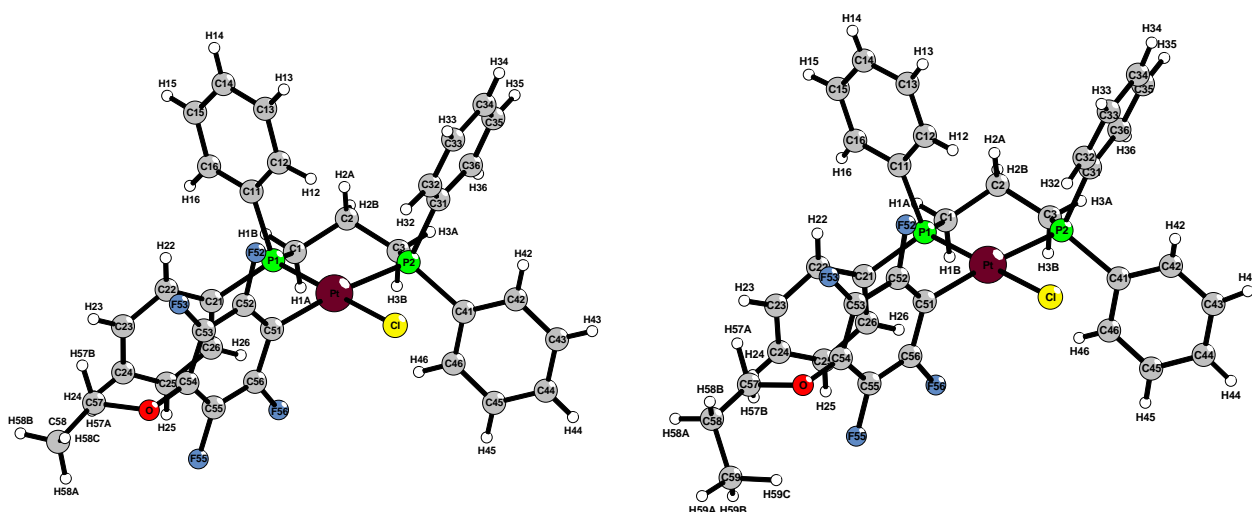


Abbildung 4.30.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Zwischen den Kristallstrukturen von *cis*-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) Aceton (1/2) und *cis*-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) Aceton (1/2) besteht eine strukturelle Verwandtschaft (Tab. 4.12).



Tabelle 4.12.: Vergleich der Parameter der strukturverwandten Verbindungen *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

	a	b	c	$\beta$	ZV
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	1416,88(1)	1033,83(1)	2782,47(2)	103,9144(4)	3956,20
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	1426,39(2)	1037,79(1)	2796,68(4)	104,105(1)	4015,09

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14)

Das zentrale Platinatom ist von einer 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl- bzw. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Gruppe, einem Chlor- und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden verzerrt quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.30).

Das Chloratom weicht jedoch mit 24,8(5), bzw. 19,0(4) pm von der C51-P1-P2-Pt-Ebene ab. Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt auf einer Seite der Platinebene und bildet ein M- bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen, bei dem das mittlere Kohlenstoffatom der Kette recht nah an der Platinebene liegt.

Das Aceton-Molekül B - in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton ist, wie in Abbildung 4.31 dargestellt, fehlgeordnet. Das Verhältnis der Fehlordnung der Atome B1 zu B2 beträgt 54 zu 46 %.

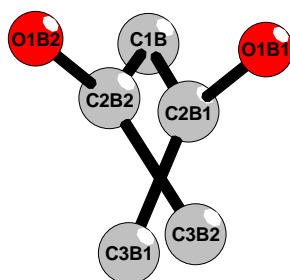


Abbildung 4.31.: Fehlgeordnetes Aceton-Molekül

In den Elementarzellen befinden sich vier Formeleinheiten. Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H $\cdots$ Cl (gelb) und C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen (blau) möglich sind, die in Abbildung 4.32 eingezeichnet sind.

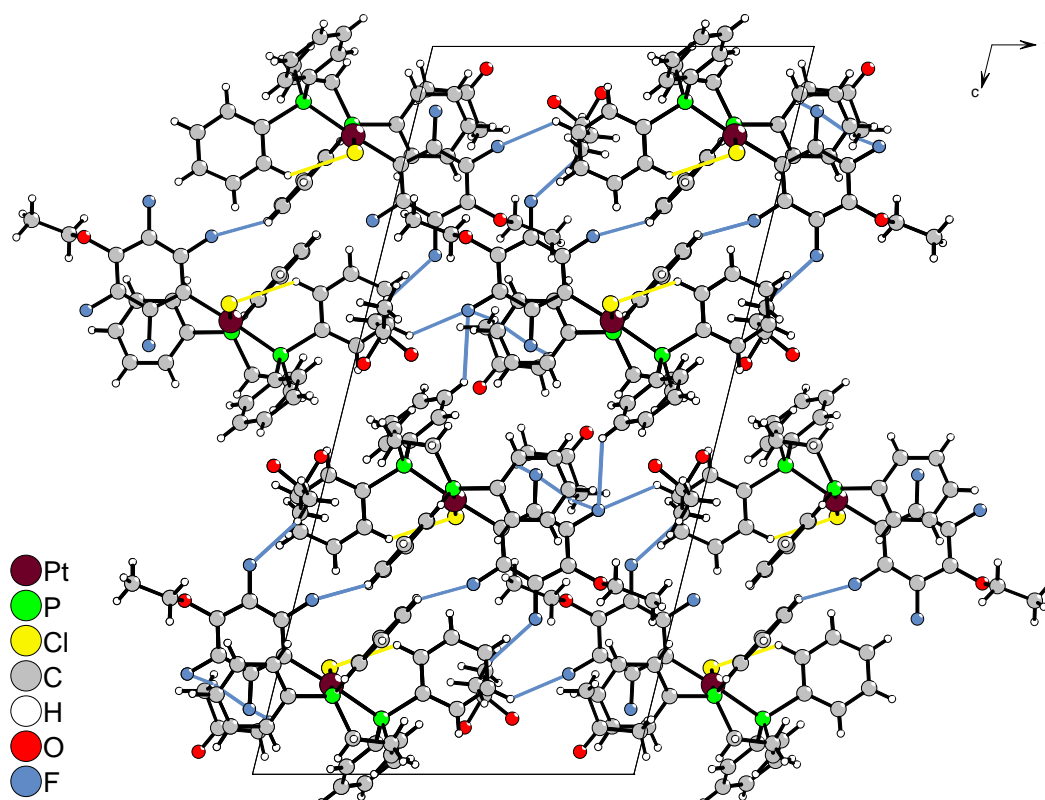


Abbildung 4.32.: Elementarzelle von  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton, Ansicht entlang [010]

### $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] und $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Es besteht eine Struktur-Verwandtschaft zwischen den Kristallstrukturen von  $cis$ -Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) und  $cis$ -Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II).

Tabelle 4.13.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] und  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

	a	b	c	$\beta$	ZV	Flack-x
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	1487,07(2)	1547,46(1)	1411,10(1)	103,727(1)	3154,45(5)	-0,01(3)
$cis$ -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	1501,35(4)	1564,53(2)	1413,35(1)	103,613(1)	3226,6(1)	-0,01(3)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P c (Nr. 7), Z = 4

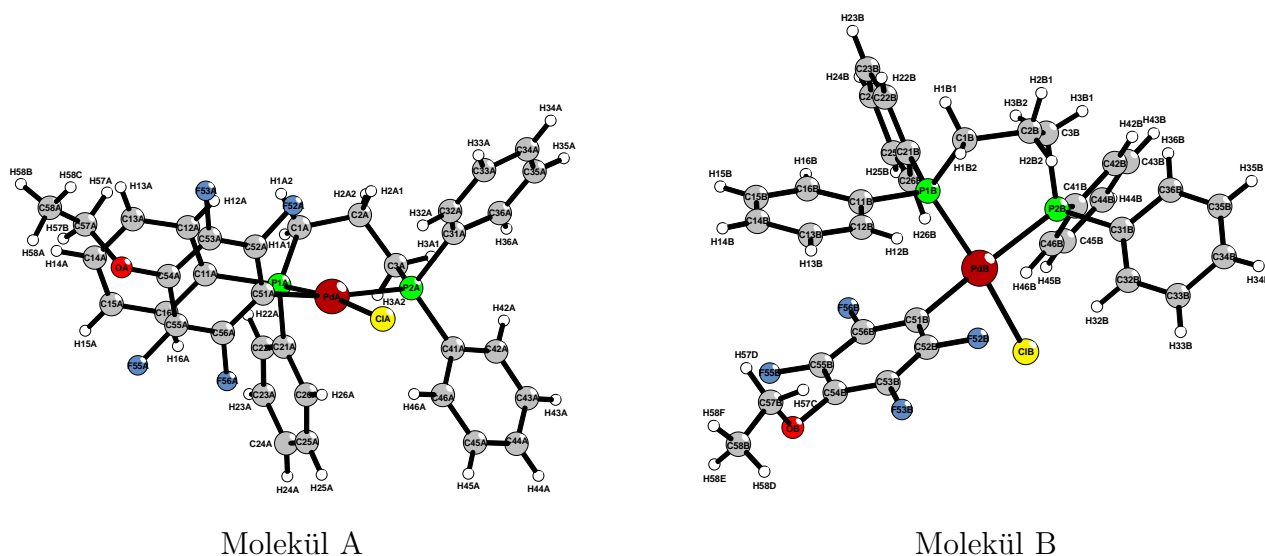


Abbildung 4.33.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]-Moleküle A und B

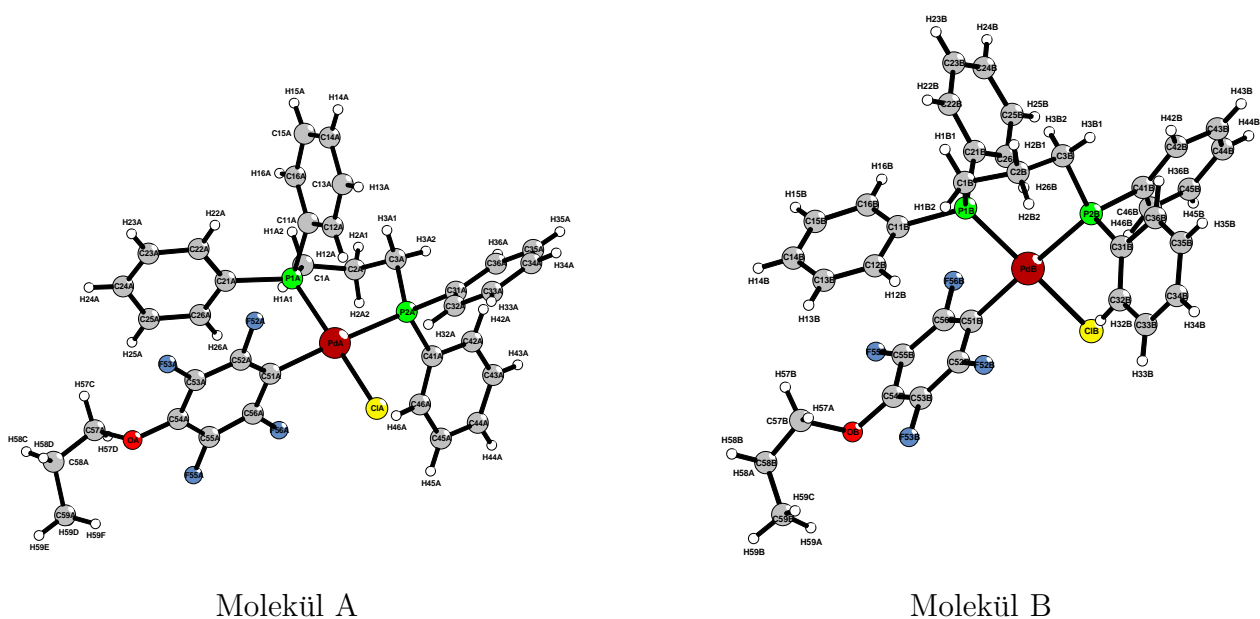


Abbildung 4.34.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]-Moleküle A und B

Beide Verbindungen kristallisieren in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe  $Pc$  (Nr. 7) und besitzen je zwei kristallographisch unterschiedliche Moleküle A und B. In beiden Strukturen tritt jedoch ein Zwei-Individuen-Problem auf. In *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] liegt eine Verteilung von 88 % zu 12 % und in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] von 90 % zu 10 % der beiden Individuen (A, B zu C, D) vor.

Für die Azentrität der Raumgruppe spricht zum einen der Flack-x-Parameter und die Überprüfung bezüglich höherer Symmetrie mit dem Programm Platon [54]. Zum anderen konnte im Fall von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] ein SHG-Effekt (Second Harmonic Generation) beim Einbringen der phasenreinen Pulverprobe in die fundamentale Strahlung eines Nd:YAG Lasers (GCR 11, Spectra Physics, 1064 nm, 8 ns Pulslänge 100 mJ/Puls) als grüne Strahlung beobachtet werden.

Das zentrale Palladiumatom ist von einer 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl- bzw. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Gruppe, einem Chlor- und den beiden Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden verzerrt quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.33 und 4.34). Die Chloratome weichen mit 44,5(5) (Molekül A), 46,6(6) (Molekül B), 42(4) (Molekül C) und 32(4) (Molekül D) pm *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] und 41,3(6) (Molekül A) und 47,7(7) (Molekül B) pm *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] stark von der C51-P1-P2-Pd-Ebene ab (Abb. 4.35). Die verbrückende Kohlenstoffkette bildet ein unsymmetrisches Wellen-Motiv.

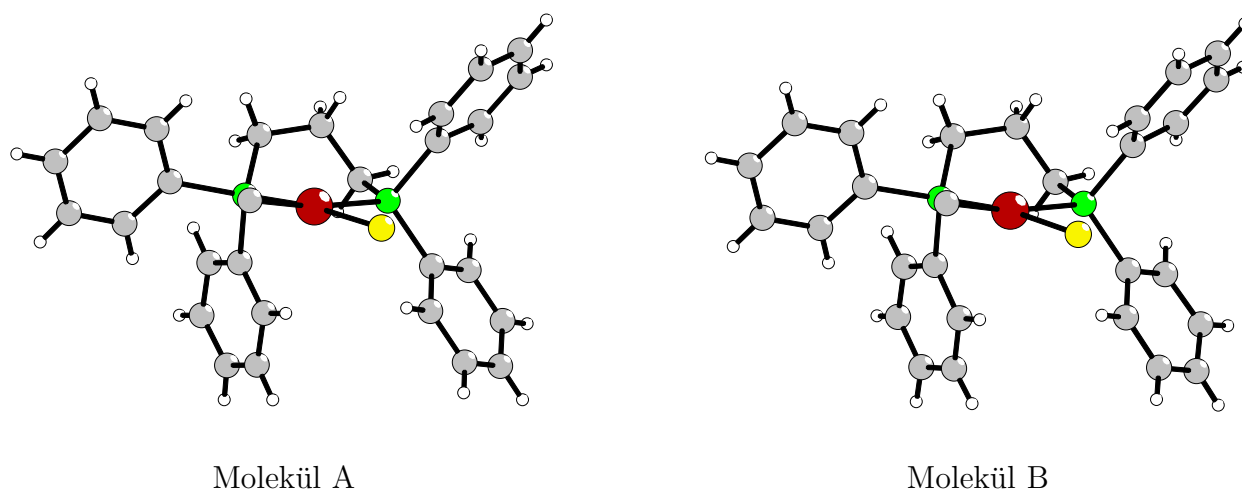


Abbildung 4.35.: Auslenkung der Chloratome aus der C51-P1-P2-Pd-Ebene in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

In der Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] befinden sich vier Formeleinheiten. Die kristallographisch unterschiedlichen Moleküle A und B sind in Abbildung 4.36 farblich markiert. Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen.

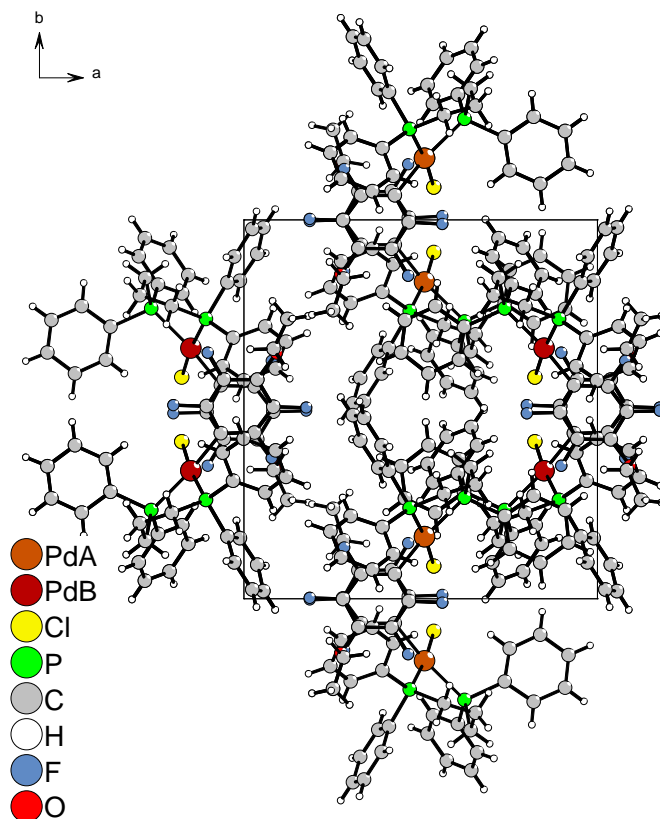


Abbildung 4.36.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)], Ansicht entlang [001] PdB ist orange eingefärbt

***cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

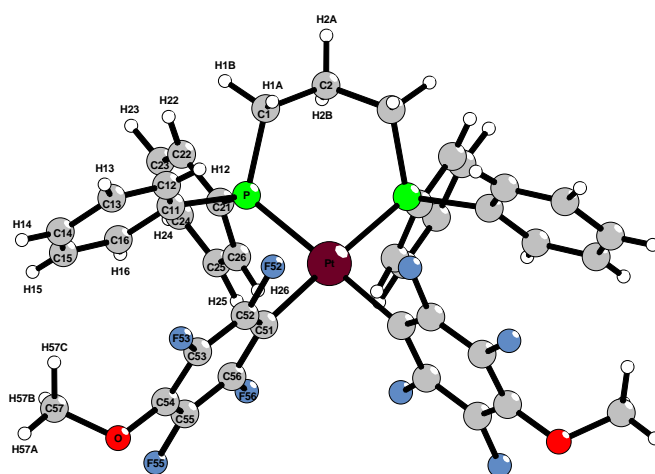


Abbildung 4.37.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

*cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe P nma (Nr. 62) mit einem Aceton-Molekül pro Formeleinheit.

Das zentrale Platinatom ist von zwei Tetrafluor-4-methoxy-phenyl-Gruppen und den beiden Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.37). Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt einschließlich des mittleren Kohlenstoffatoms C2 auf einer Seite der Platinebene und bildet ein M-, bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen. Die Atome Pt, C2, H2A, H2B, OA, C1A, C2A und C3A besetzen die spezielle Wyckoff-Lage 4c. Aufgrund der speziellen Lage der Kohlenstoffatome des Aceton-Moleküls sind die Wasserstoffatome systematisch fehlgeordnet und halb besetzt (Abb. 4.38).

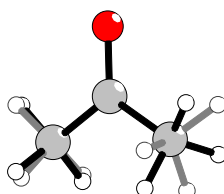


Abbildung 4.38.: Systematisch fehlgeordnete Wasserstoffatome des Aceton-Moleküls

In der Elementarzelle von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.39). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H···F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.72).

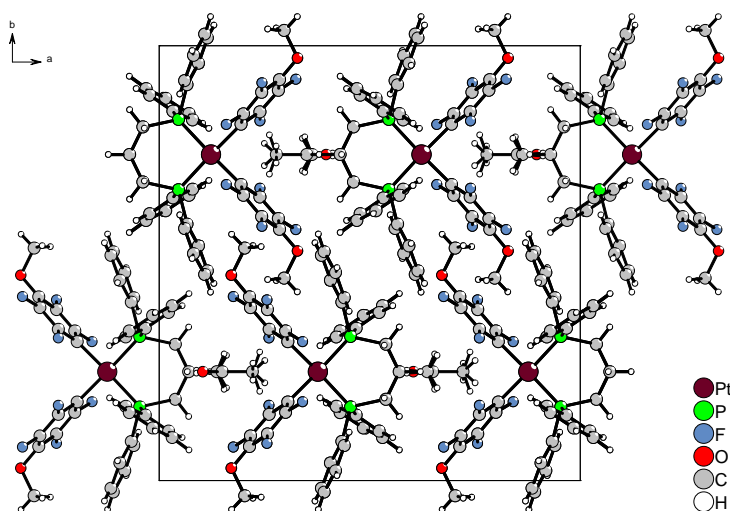


Abbildung 4.39.: Elementarzelle von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton, Ansicht entlang [001]

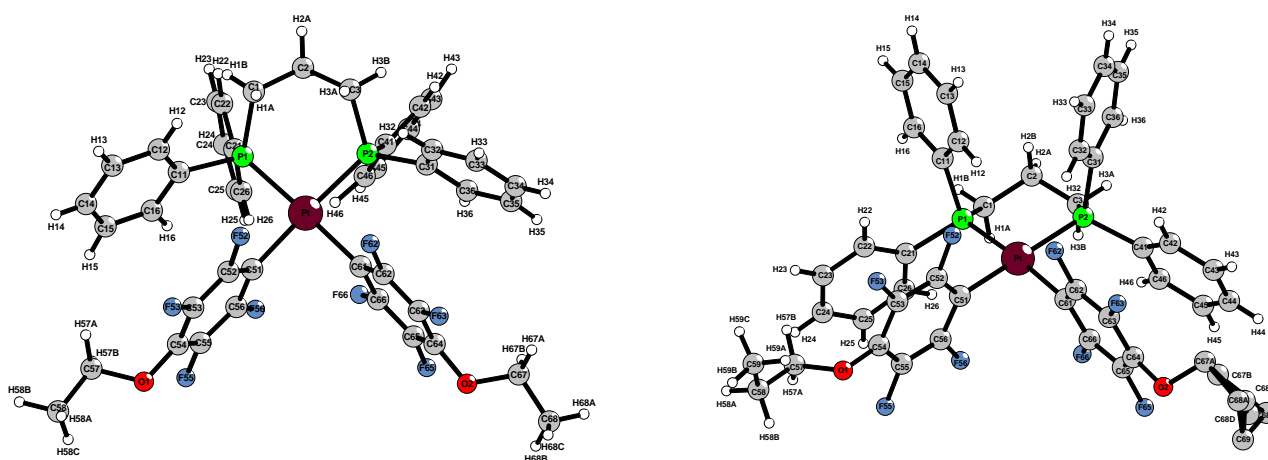
**cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton** und **cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Abbildung 4.40.: Molekülstrukturen von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Zwischen der Kristallstruktur von *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) Aceton (1/1) und *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II) Aceton (1/1) besteht eine strukturelle Verwandtschaft (Tab. 4.14).

Tabelle 4.14.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

	a	b	c	$\beta$	ZV
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	983,97(1)	3557,27(5)	1241,15(2)	102,578(1)	4240,1(1)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	977,39(1)	3630,95(7)	1284,51(3)	102,842(2)	4444,5(1)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14), Z = 4

Das zentrale Platinatom ist von zwei Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl- bzw. Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Gruppen und den beiden Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.40). Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt einschließlic des mittleren Kohlenstoffatoms C2 auf einer Seite der Platinebene und bildet ein M- bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen.

Die 1-Propoxy-Gruppe C67-C69 liegt stark fehlgeordnet vor. Abbildung 4.41 gibt die vier verschiedenen Konformationen der Propoxy-Kette und deren prozentuale Verteilung wieder.

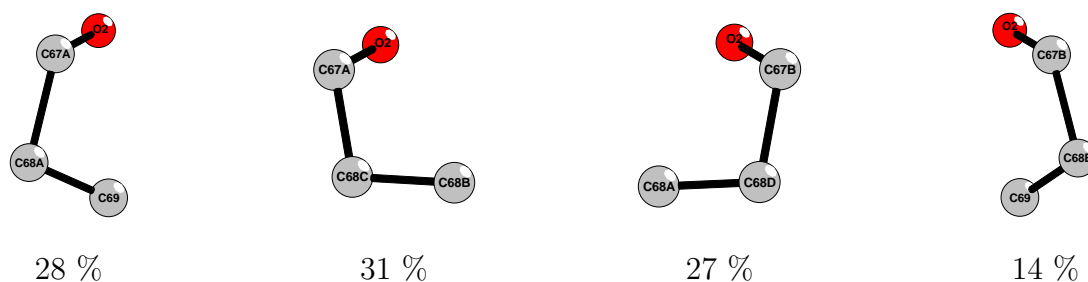


Abbildung 4.41.: Prozentuale Verteilung der vier Konformationen der fehlgeordnete 1-Propoxy-Gruppe

In der Elementarzelle befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.42). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.82 und 9.91).

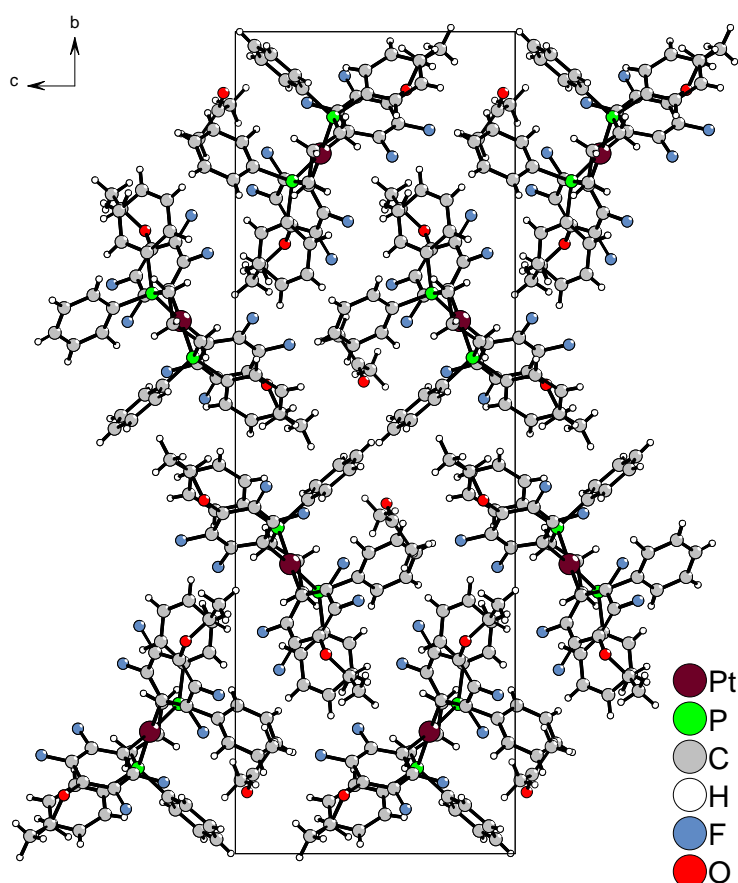


Abbildung 4.42.: Elementarzelle von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton, Ansicht entlang [100]



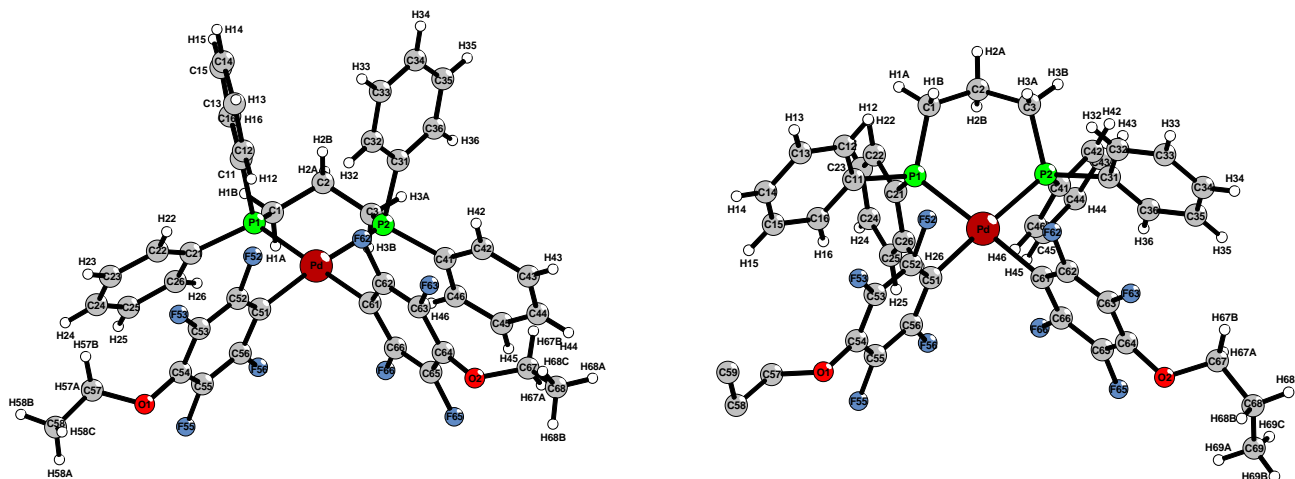
**cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton** und **cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Abbildung 4.43.: Molekülstrukturen von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton  
und *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Es besteht eine strukturelle Verwandtschaft zwischen der Kristallstruktur von *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) Aceton (1/1) und jener von *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) Aceton (1/1).

Tabelle 4.15.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton und *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

	a	b	c	$\beta$	ZV
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	979,57(1)	3594,10(4)	2160,06(2)	102,529(1)	4330,61(9)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	975,05(1)	3657,72(3)	1309,67(1)	102,384(1)	4562,20(7)

a, b und c in [pm],  $\beta$  in [°], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14), Z = 4

Das zentrale Palladiumatom ist von zwei Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl- bzw. Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Gruppen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.43). Die verbrückende Kohlenstoffkette liegt einschließlich des mittleren Kohlenstoffatoms C2 auf einer Seite der Palladiumebene und bildet ein M- bzw. W-förmiges Motiv mit den beiden Phosphoratomen.

Die 1-Propoxy-Gruppe C57-C59 in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] weist ebenfalls wie in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] eine starke Fehlordnung auf (Abb. 4.44).

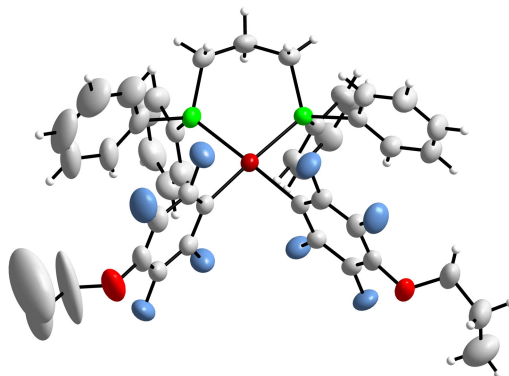


Abbildung 4.44.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

In der Elementarzelle von befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.45). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.35 und 9.44).

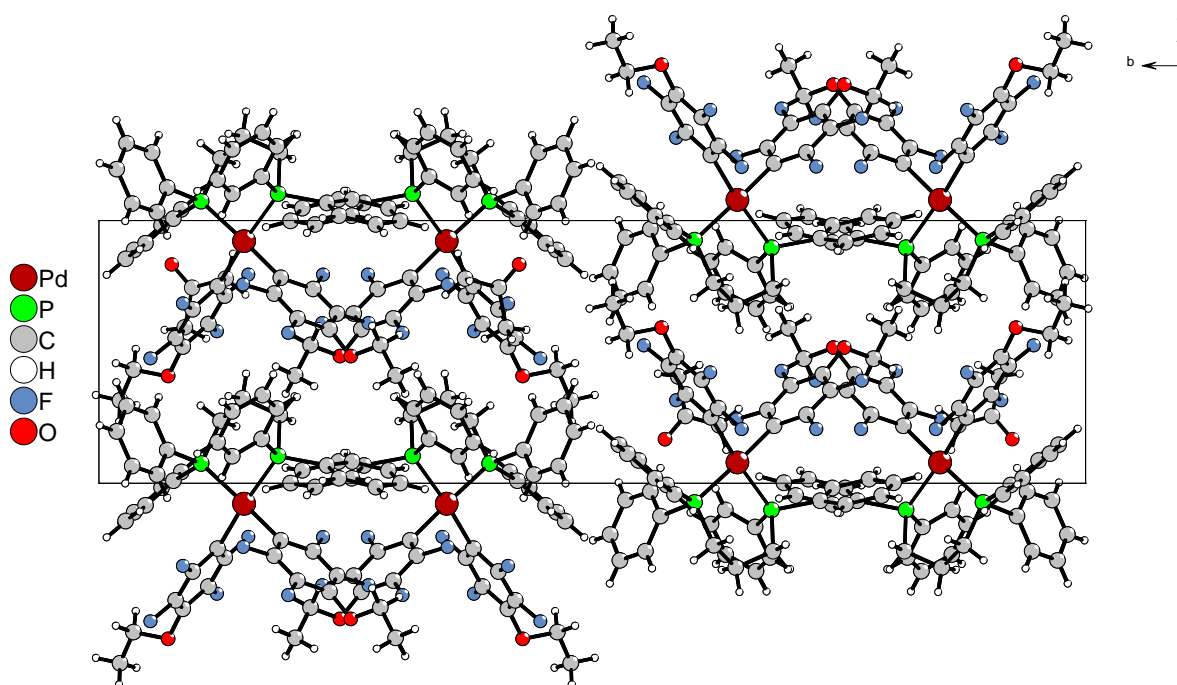


Abbildung 4.45.: Elementarzelle von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton, Ansicht entlang [001]

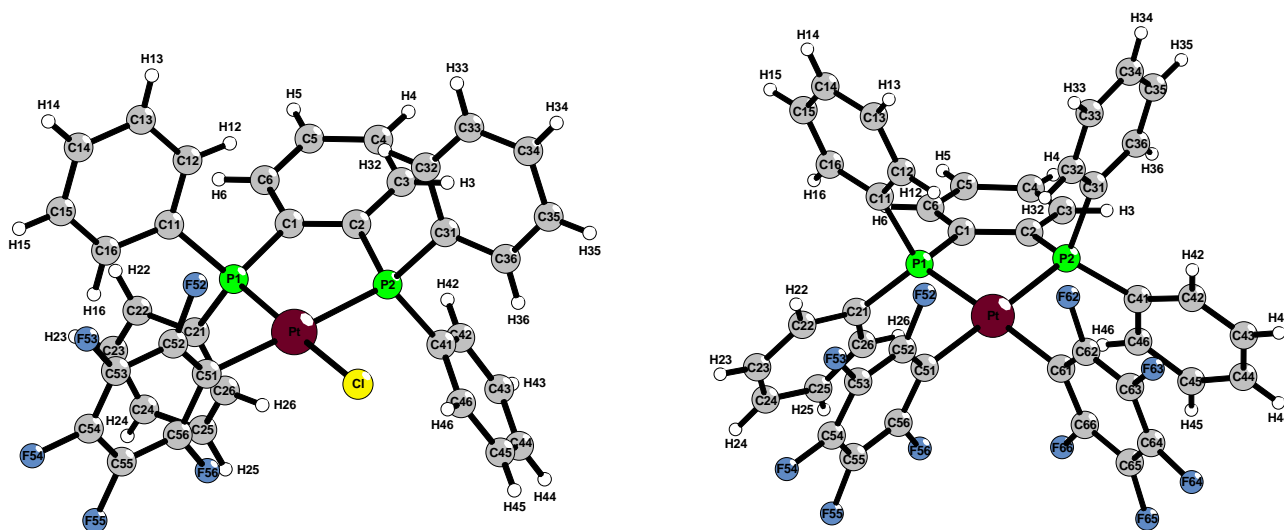


Abbildung 4.46.: Molekülstrukturen von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

### ***cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]**

Die Kristallstrukturen von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)] weisen, da sich die Molekülstrukturen maßgeblich voneinander unterscheiden, keine Gemeinsamkeiten auf. Sie werden hier dennoch gemeinsam aufgeführt, da sie sich nicht nur durch die ein- bzw. zweifache Pentaffluorphenyl-Substitution, sondern auch durch die Ausrichtung des verbrückenden Aromaten unterscheiden.

So liegt in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] der verbrückende Aromat innerhalb der Platinebene, in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)] hingegen schließt die Ebene des verbrückenden Aromaten mit jener des Platins einen Winkel von 22,7(4)° ein.

Eine weitere Besonderheit von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)] ist die annähernd parallele Ausrichtung von Pentaffluorphenyl- zu den benachbarten Phenyl-Gruppen C21-C26 und C41-C46.

In der Elementarzelle von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] (Abb. 4.47) befinden sich zwei, in der von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)] vier Formeleinheiten, welche durch vier annähernd auf den Zellflächen sitzende und zwei im Zellinneren liegende Platinatome gebildet werden (Abb. 4.48).

Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H⋯Cl- und C-H⋯F-Wasserstoffbrückenbindungen im Fall von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] möglich sind (Tab. 9.110).

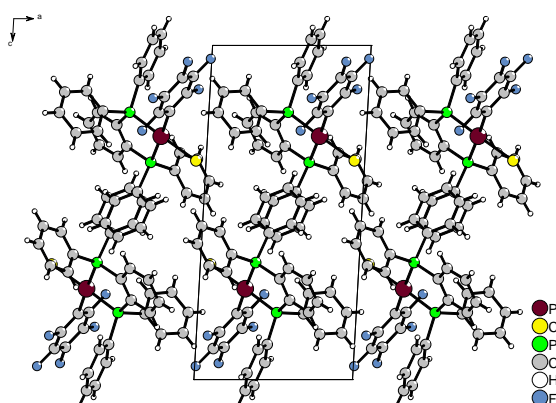


Abbildung 4.47.: Elementarzelle von  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)], Ansicht entlang [010]

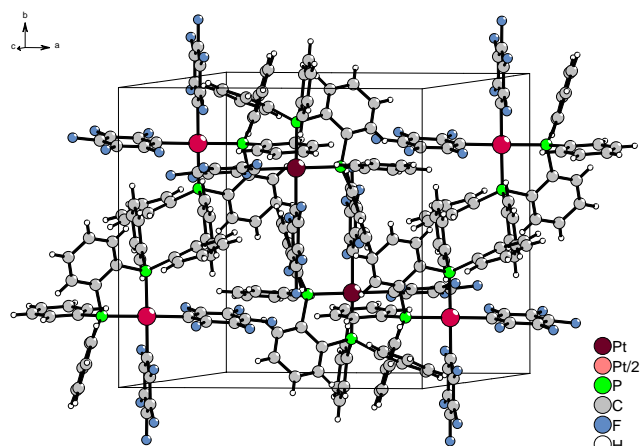


Abbildung 4.48.: Elementarzelle von  $cis$ -[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

### $cis$ -[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] und $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Die Kristallstrukturen von  $cis$ -Bispentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II) und  $cis$ -Bispentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II) sind zueinander isotyp.

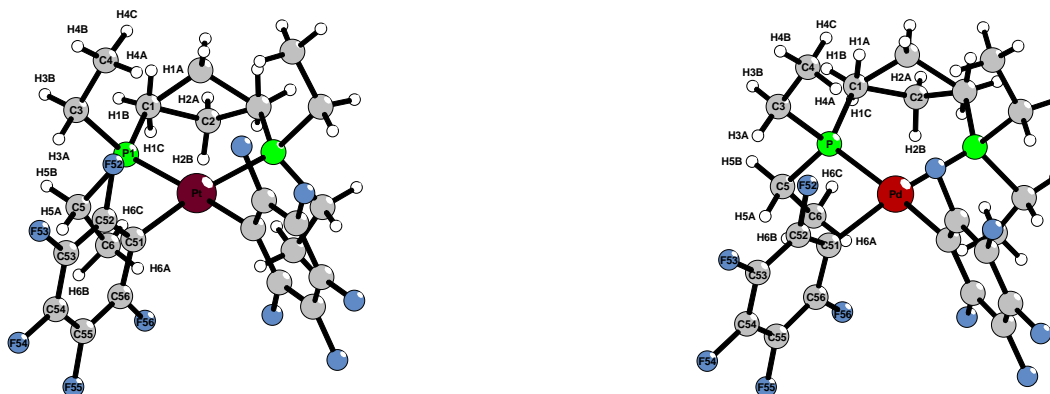


Abbildung 4.49.: Molekülstrukturen von  $cis$ -[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] und  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Tabelle 4.16.: Vergleich der Parameter der isotypen Verbindungen  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] und  $cis$ -[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

	a	b	c	ZV	
$cis$ -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	1332,90(1)	1876,02(2)	1019,63(1)	2549,44(4)	4
$cis$ -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	1329,1(1)	1883,7(2)	1025,9(1)	2568,4(5)	4

a, b und c in [pm], ZV in [10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>]

Raumgruppe P bcn (Nr. 60)

Das zentrale Metallatom, das die spezielle Wyckoff-Lage 4c besetzt, ist von zwei Pentafluorphenyl-Gruppen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 9.29). Die Kohlenstoffatome C1 und C1\* der verbrückende Kohlenstoffkette liegen in der Palladiumebene. Das - aufgrund der Symmetrie nur halbbesetzte - mittlere Kohlenstoffatom C2 bzw. C2\* liegt außerhalb dieser Ebene. Die Wasserstofflagen H2A, H2B, H1A und H1C sind ebenfalls halbbesetzt, so dass sich je nach Konformation der verbrückenden Kette die Wasserstoffatom-Kombinationen H1A,H1B bzw. H1B,H1C ergeben (Abb. 4.50).

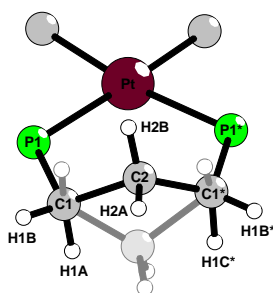


Abbildung 4.50.: Systematische Fehlordnung der Kohlenstoffkette

In der Elementarzelle von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] befinden sich vier Formeleinheiten. Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen. Zusätzliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen können einen weiteren Beitrag zur - für Verbindungen dieser Art - hohen Symmetrie der Molekül- und Kristallstruktur beitragen (Tab. 9.51 und 9.117).

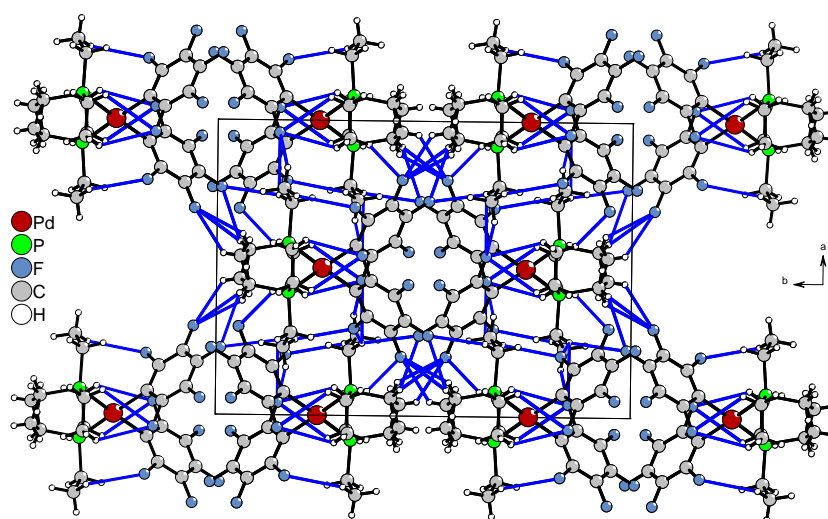


Abbildung 4.51.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen (blau) in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)], Ansicht entlang [001]

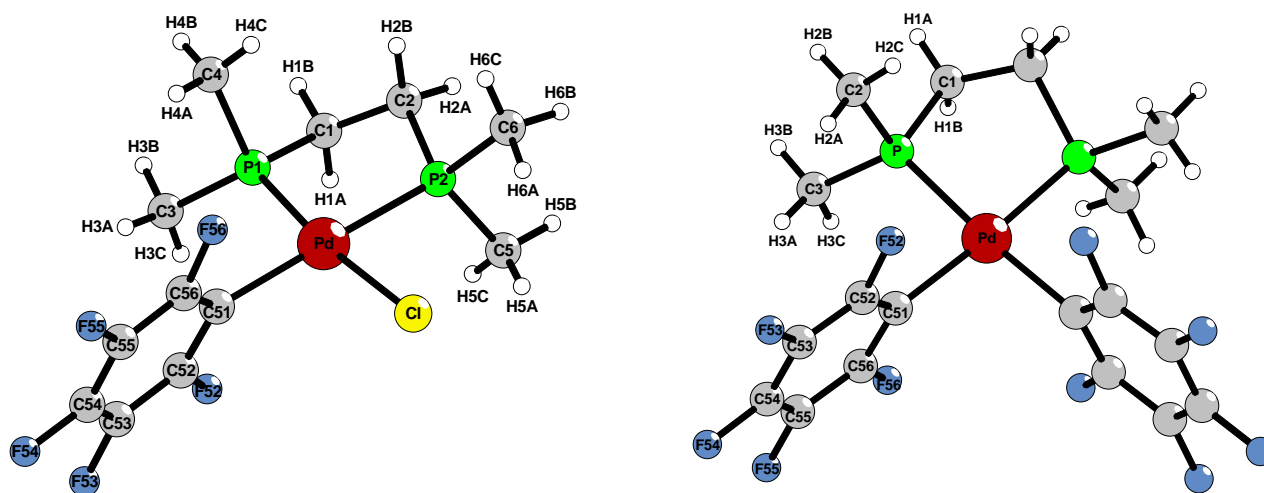
**cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py und cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]**

Abbildung 4.52.: Molekülstrukturen von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py und *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Die Kristallstrukturen von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py und *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)] weisen, da sich die Molekülstrukturen maßgeblich voneinander unterscheiden, keine Gemeinsamkeiten auf.

In *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] ist das zentrale Palladiumatom von einer Pentafluorphenyl-Gruppe, einem Chlor- und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben (Abb. 4.52). Die Kohlenstoffatome C1 und C2 der verbrückenden Kohlenstoffkette liegen - wie auch in der zweifach substituierten Verbindung - jeweils unter- bzw. überhalb der Palladiumebene.

Das zentrale Palladiumatom von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)], das von zwei Pentafluorphenyl-Gruppen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar umgeben ist, besetzt die spezielle Wyckoff-Lage 4e.

In der Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py befinden sich acht Formeleinheiten (Abb. 4.53). Die in der Kristallstruktur enthaltenen Pyridinmoleküle sind leicht fehlgeordnet, so dass die Wasserstoffatomlagen nicht geometrisch bestimmt und die anderen Atomlagen nicht anisotrop berechnet werden konnten. Des Weiteren ist es mit dem Programm SHELXL [58] nicht möglich, das Pyridin-Stickstoffatom als Kohlenstoff/Stickstoff- Mischpunktlage - was aufgrund der Symmetrie notwendig ist - zu berechnen; deshalb wurde es als Kohlenstoffatom in die Berechnung aufgenommen.

In der Elementarzelle von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)] befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.54). Die in der Projektion auf die a,b-Ebene parallelogrammförmige Ausrichtung von Pentafluorphenyl-Gruppen (Abbildung 4.54) bildet - obwohl es in der Darstellung den Anschein hat - keine lösungsmittelzugänglichen Hohlräume, da die daran beteiligten Moleküle entlang [001] zueinander versetzt sind. Der Pentafluorphenyl-Ebenen-Abstand der gegenüberliegenden Parallelogrammseiten, die zu zwei entlang [001] versetzten Molekülen gehören, entspricht 366,3(9) pm. Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen, obwohl zusätzliche C-H...Cl- und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen möglich sind (Tab. 9.56 und 9.60).

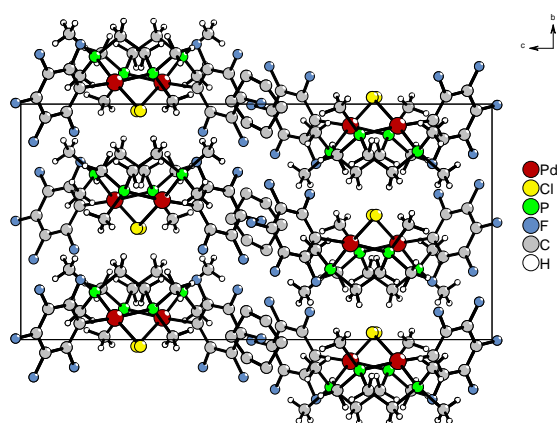


Abbildung 4.53.: Elementarzelle von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py, Ansicht entlang [100]

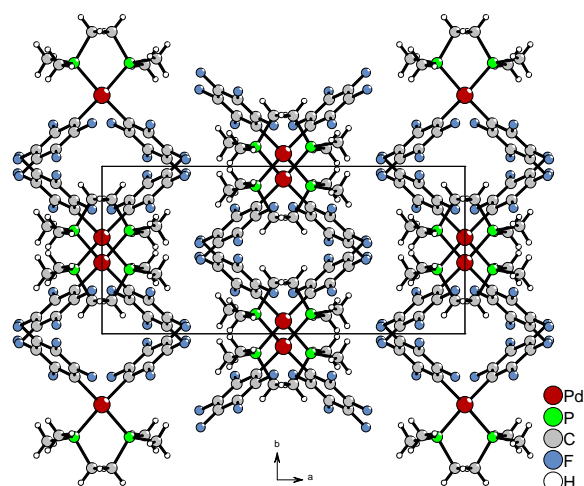


Abbildung 4.54.: Elementarzelle von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)], Ansicht entlang [001]

### ***cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]**

Das Zentralatom ist von zwei Pentafluorphenylgruppen und den zwei Phosphoratomen des chelatisierenden Liganden quadratisch-planar koordiniert (Abb. 4.55). Die Kohlenstoffatome C1 und C2 liegen - in Analogie zu dem eben vorgestellten *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]-Komplex - jeweils unter- bzw. überhalb der quadratisch-planaren Ebene.

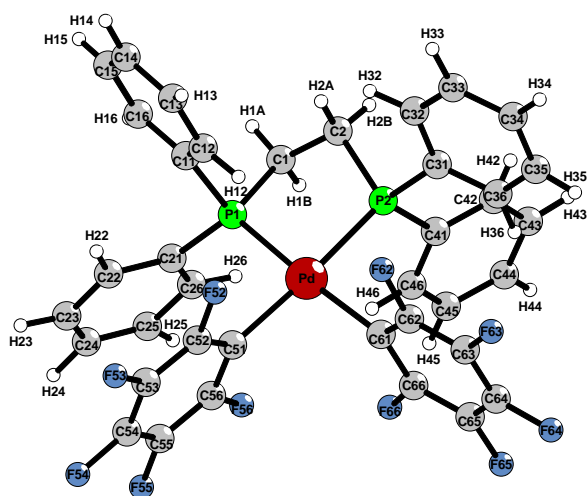


Abbildung 4.55.: Molekülstruktur von  
 $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

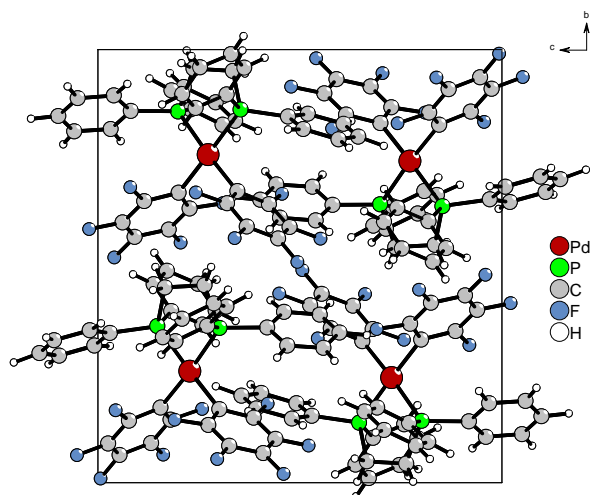


Abbildung 4.56.: Elementarzelle von  
 $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)],  
Ansicht entlang [100]

In der Elementarzelle befinden sich vier Formeleinheiten (Abb. 4.56). Die Packung der Moleküle zueinander erfolgt maßgeblich durch van-der-Waals-Wechselwirkungen. Zusätzliche C-H $\cdots$ F-Wechselwirkungen tragen möglicherweise einen geringen Teil zur Anordnung der Moleküle zueinander bei (Tab. 9.5).



### 4.2.5. Vergleich der charakterisierten Verbindungen

Vergleicht man die Konformation und Lage der verbrückenden Kette - der untersuchten Polyfluorphenyl-Palladium(II)- und -Platin(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphan-Liganden - bezüglich der quadratisch-planaren Ebene anhand der röntgenographisch ermittelten Daten, so lassen sich diese in verschiedene Klassen einteilen (Abb. 4.57 und Tab. 4.17).

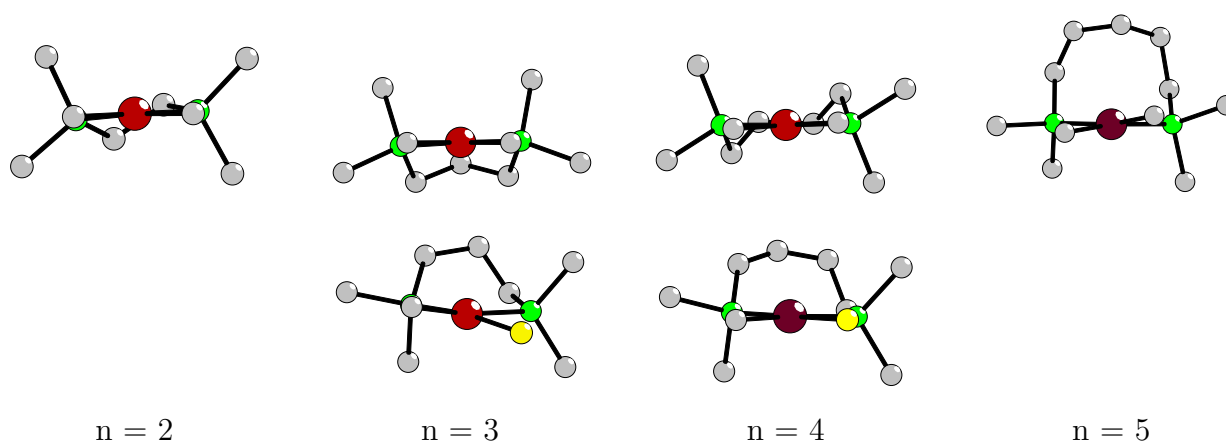
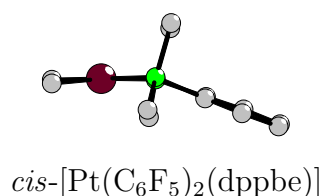
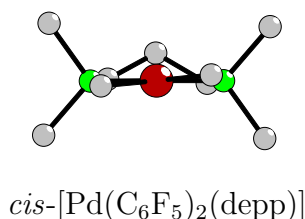


Abbildung 4.57.: Konformations-Motive der verbrückenden Alkan-Kohlenstoff-Kette in phenyl-substituierten zweizähligen Phosphan-Liganden

Für die Komplexe mit Phosphan-Liganden mit einer Kettenlänge von ein bis zwei Kohlenstoffatomen wurde jeweils nur eine Konformation gefunden. So liegt das verbrückende Kohlenstoffatom C1 von dppm in der quadratisch-planaren Ebene, die beiden Kohlenstoffatome C1 und C2 von dppe und dmpe hingegen liegen wechselseitig hierzu.

Bei einer längeren, flexibleren Kettenlänge von drei bzw. vier Kohlenstoffatomen treten jedoch mehrere Motive auf. So kann die Kette des dppp-Liganden zum einen mit den beiden Phosphoratomen ein W- bzw. M-förmiges Motiv bilden, in dem das mittlere Kohlenstoffatom C1 weniger von der quadratisch-planaren Ebene abweicht als die Atome C1 und C3, zum anderen kann ein wellenförmiges Motiv vorliegen. Diese wellenförmige Anordnung tritt auch bei dem dppb-Liganden auf, der alternativ dazu eine Konformation einnehmen kann, bei der die mittleren Kohlenstoffatome in - die an Phosphoratome gebundenen Kohlenstoffatome jedoch wechselseitig - außerhalb der quadratisch-planaren Ebene liegen. Der ethylsubstituierte depp-Ligand, dessen an Phosphor gebundene Ketten-Kohlenstoffatome C1 und C3 sich in, das mittlere Kohlenstoffatom C2 hingegen außerhalb der quadratisch-planaren Ebene befinden, folgt trotz gleicher Kettenlänge - aufgrund von geringeren sterischen Wechselwirkungen - nicht dem Motiv von dppp.

Für den Liganden dpppe mit einer Kettenlänge von fünf Kohlenstoffatomen wurde nur ein henhelförmiges Konformations-Motiv gefunden, in dem die an Phosphor gebundenen Kohlenstoffatome C1 und C5 in der quadratisch-planaren Ebene liegen. Da jedoch nur drei Kristallstrukturen von chelatisierten Komplexen vorlagen, sind weitere Konformationen nicht auszuschließen.



Im Falle des aromatisch verbrückten Liganden dppbe kann dieser sowohl - wie in den Fällen von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] und *cis*-[Pt(Cl)<sub>2</sub>(dppbe)] in - als auch verkippt (*cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]) zu der quadratisch-planaren Ebene vorliegen.

Tabelle 4.17.: Konformation der verbrückenden Kohlenstoffkette des zweizähligen Phosphan-Liganden in ein- und zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen

Komplex	Konformation der Kohlenstoffkette
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	Kette in q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] · 0,5 py [53]	Kette über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	W-förmige Anordnung C2 sehr nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	W-förmige Anordnung C2 fast in der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	W-förmige Anordnung C2 fast in der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	Wellenförmige Kette
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	Verbrückender Aromat in q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] [34]	C1 und C3 in, C2 über der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	W-förmige Anordnung C2 sehr nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	W-förmige Anordnung C2 sehr nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül A	Wellenförmige Kette
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül B	Wellenförmige Kette
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül A	Wellenförmige Kette
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül B	Wellenförmige Kette
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py	C2 in, C1 über der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppm)] [53]	Kette in q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53]	Kette über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53]	Kette über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] [53]	W-förmige Anordnung C2 fast in der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.

\* q.-pl. E. = quadratisch-planare Ebene

Komplex	Konformation der Kohlenstoffkette
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] [53]	C2 und C2* in, C1 und C1* über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]	Henkelförmige Kette
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	Verbrückender Aromat zu q.-pl. E. gewinkelt
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	C1 und C1* in, C2 über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	Kette über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	W-förmige Anordnung C2 nahe der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	C2 und C2* in, C1 und C1* über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	Kette über und unter der q.-pl. E.
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	C1 und C1* in, C2 über und unter der q.-pl. E.

\* q.-pl. E. = quadratisch-planare Ebene

In den meisten Komplexen liegt keine ideale, sondern eine verzernte quadratisch-planare Koordination vor. Tabellen 4.18 und 4.19 geben die Auslenkung der Polyfluorphenyl-Substituenten bezüglich der P-M-P-Ebene an. Es fällt auf, dass die Auslenkungen der einfach polyfluorsubstituierten Palladium-Komplexe deutlich höher sind als die übrigen. Des Weiteren besteht eine gewisse Tendenz der zweifach polysubstituierten Komplexe zu niedrigeren Auslenkungen. Hier von bildet *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)], in dem ein stark aufgeweiteter Phosphor-Platin-Phosphor-Winkel (96,0 °) - auf Grund der Länge der verbrückenden Kette - vorliegt, eine Ausnahme.

Tabelle 4.18.: Auslenkungen aus der quadratisch-planaren Ebene in einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen, in [pm]

Komplex	Cl zur P1-P2-M-Ebene	C51 zur P1-P2-M
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	-	-
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] · 0,5 py [53]	4,8	17
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	23	-16,8
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	27,8	-11
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	-14,6	13,7
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	-12,7	8,5
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	-0,9	9,7
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	-10,3	1
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] [34]	-7,9	9
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	30	-15,4
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	-32,9	19,8
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	-29,8	17,3
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	32,3	-10,2
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül A	-25,1	25,8

Komplex	Cl zur P1-P2-M-Ebene	C51 zur P1-P2-M
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül B	26,5	-26,6
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül A	21,7	-25,8
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül B	25,1	-29,9
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py	-1,75	2,33

Tabelle 4.19.: Auslenkungen aus der quadratisch-planaren Ebene in zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen, in [pm]

Komplex	C51 zur P1-P2-M-Ebene	C61 zur P1-P2-M
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppm)] [53]	-12	8
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül A	6	-5
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül B	6	-5
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] [53]	5	-15,1
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	10,6	10,5
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	8,9	-7,4
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	-3,8	9,5
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] [53]	2	-2
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]	-24	28
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	-1,3	16,7
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	-13,3	13,3
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	0,7	13,4
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	2,5	-10
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	-11,4	7,5
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	12	-3,3
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	-6	6
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	-3,6	3,6
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	-13,6	13,6

Der Vergleich der Bindungswinkel zeigt - wie erwartet - eine Aufweitung des P-M-P-Winkels auf Kosten der übrigen Winkel steigender verbrückender Kettenlänge des zweizähligen Phosphanliganden (Tab. 4.20). Auffällig ist hingegen der deutlich größere P-M-P-Winkel (96,13 - 96,5 °) der [Propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-Komplexe bezüglich der der analogen [Propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-Komplexe (90,14 - 95,16 °). Da die bevorzugte Koordination mit Winkeln von 90° trotz fehlender sterischer Effekte nicht eingenommen wird und - wie oben beschrieben - die Kohlenstoffatome C1 und C3 coplanar zur Koordinationsebene vorliegen, liegt die Vermutung nahe, dass diese Konformation aufgrund von Orbital-Wechselwirkungen bevorzugt wird.

Tabelle 4.20.: Winkel in ein- und zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen, in [°]

Komplex	C51-M-P1	P1-M-P2	P2-M-Cl/C61	C51-M-Cl/C61
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	98,8(1)	73,86(4)	99,14(4)	88,7(1)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] · 0,5 py [53]	90,3(3)	85,8(1)	93,1(1)	90,8(3)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	88,8(1)	92,99(4)	88,0(1)	90,46(4)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	89,5(1)	94,86(5)	88,15(4)	87,7(1)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	88,7(1)	95,16(3)	88,05(3)	88,2(1)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	90,7(2)	95,71(7)	87,46(7)	86,2(2)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	90,5(3)	87,0(1)	93,1(1)	89,4(3)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] [34]	90,6(4)	96,6(2)	86,8(5)	86,1(2)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	89,59(8)	93,39(3)	90,52(3)	87,07(8)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	86,6(1)	92,66(4)	91,91(4)	89,6(1)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	86,6(1)	93,36(5)	92,67(4)	88,0(1)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	87,7(1)	92,64(4)	90,92(4)	89,1(1)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül A	89,6(2)	90,40(5)	92,89(6)	87,9(2)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül B	89,7(2)	90,14(5)	92,91(6)	88,1(2)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül A	88,6(2)	90,21(6)	93,40(6)	88,5(2)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül B	89,7(2)	90,21(6)	93,33(6)	87,7(2)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py	92,8(1)	85,31(4)	88,20(4)	93,8(1)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppm)] [53]	94,3(5)	72,8(2)	104,4(5)	88,6(7)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül A	92,2(4)	85,2(1)	92,7(4)	90,0(6)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül B	95,3(4)	85,5(2)	91,0(4)	88,3(5)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] [53]	89,0(2)	94,07(6)	89,9(2)	87,2(2)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	90,69(8)	91,99(4)	90,69(8)	86,5(2)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	91,5(1)	92,09(3)	89,4(1)	87,2(1)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	89,0(1)	92,36(6)	91,1(1)	87,6(2)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] [53]	88,6(2)	96,3(1)	88,6(2)	88,6(4)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]	91,1(4)	96,0(1)	89,8(5)	84,1(6)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	93,25(2)	86,03(6)	93,8(2)	87,2(2)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	89,63(9)	96,50(5)	89,63(9)	84,5(2)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	91,01(8)	85,02(3)	90,32(8)	93,6(1)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	88,34(6)	92,04(2)	91,80(6)	87,86(8)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	91,60(8)	92,09(3)	89,06(8)	87,4(1)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	91,12(8)	92,54(3)	88,87(7)	87,5(1)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	88,3(3)	96,6(2)	88,3(3)	86,8(7)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	90,09(8)	85,89(4)	90,09(8)	94,0(2)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	89,16(5)	96,13(3)	89,16(5)	85,8(1)

Die Platin-Phosphor-, -Kohlenstoff und -Chlor- Abstände der Polyfluorphenyl-Phosphan-Komplexe sind in Tabelle 4.21 aufgeführt. Die einfach substituierten Verbindungen weisen hier einen deutlichen Unterschied der beiden Phosphor-Platin-Bindungslängen auf, der auf den *trans*-Effekt der Liganden zurückgeführt werden kann.

Aus dem Vergleich der Bindungslängen der zweifach Pentafluorphenyl- bzw. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-phenylsubstituierten Platinkomplexe geht hervor, dass bei annähernd konstanten Phosphor-Platin-Abständen die durchschnittliche Platin-Kohlenstoff-Bindungslänge vom Pentafluorphenyl- zum 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Substituenten hin ansteigt. Dies deutet auf eine Verringerung der elektronenschiebenden Eigenschaft hin. Des Weiteren lässt sich aus Tabelle 4.21 ableiten, dass ethoxy- und propoxysubstituierte Komplexe große Ähnlichkeiten zueinander aufweisen, sich jedoch in den Bindungslängen deutlich von den Pentafluorphenyl- und 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-Komplexen unterscheiden. In Analogie zu der Vergrößerung der Platin-Kohlenstoff-Bindungslänge der zweifach Pentafluorphenyl- bzw. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-phenylsubstituierten Platinkomplexe tritt eine Verkürzung der Platin-Chlorabstände in den einfach substituierten Komplexen auf.

Die Komplexe der [Propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]- und [Ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-Liganden weisen erstaunlich kleine Phosphor-Platin- und sehr große Platin/-Palladium-Chlor bzw. -Kohlenstoff-Bindungslängen auf. Diese Verstärkung der Phosphor-Metall-Bindung beruht anscheinend auf dem elektronenschiebenden Effekt der Ethyl- und Methyl-Substituenten und ruft eine Aufweitung der *trans*-ständigen Platin-Chlor bzw. -Kohlenstoff-Bindungen hervor.

Die größten Metall-Chlor-Abstände (237,78 - 238,8 pm) treten in den Kristallstrukturen des *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]-Komplexes auf. Die Besonderheiten dieser Verbindung werden im Folgenden ausführlicher diskutiert.

Tabelle 4.21.: Abstände in ein- und zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen, in [pm]

Komplex	M-Cl	M-C51	M-P1	M-P2		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	236,0(1)	207,8(4)	222,4(1)	229,5(1)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] · 0,5 py [53]	237,2(3)	209(1)	222,4(3)	227,7(4)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	237,0(1)	207,2(4)	222,2(1)	229,9(1)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	235,6(1)	207(5)	222,4(1)	229,4(1)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	235,71(9)	209,2(3)	222,62(9)	229,1(9)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	235,8(2)	206,7(7)	224,3(2)	230,6(2)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	235,4(3)	209(1)	221,4(3)	228(3)		
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] [34]	237,2(5)	206(2)	222,3(5)	228,6(5)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	237,78(7)	206,4(3)	223,47(8)	232,61(8)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	238,8(1)	206,8(5)	224,6(1)	233,2(1)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	238,5(1)	206(5)	225,5(1)	232,9(1)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	237,1(1)	206,2(4)	224,2(1)	232,2(1)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül A	236,7(2)	205,7(6)	224,8(2)	233,8(2)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül B	236,3(2)	204,2(6)	224,6(2)	234,2(2)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül A	236(2)	204,2(7)	224,8(2)	234(2)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül B	235,9(2)	205,8(6)	224,9(2)	234,1(2)		
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py	238,6(1)	209,8(4)	221,9(1)	228,5(1)		
Komplex	M-C51	M-C61	M-P1	M-P2	M-C <sub>g.</sub>	M-P <sub>g.</sub>
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppm)] [53]	204(2)	201(2)	226,3(5)	229,5(5)	202,5	227,9
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül A	206(2)	205(2)	227,8(4)	226,8(4)	205,5	227,3
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül B	206(2)	208(2)	227,5(4)	225,8(4)	207	226,65
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] [53]	207(7)	205,2(7)	230,4(2)	229,8(2)	206,1	230,1
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	206,6(3)	206,6(3)	229,42(7)	229,42(7)	206,6	229,42
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	208,3(3)	206,8(4)	229,38(9)	229,24(9)	207,55	229,31
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	208,1(5)	207,9(6)	228,9(2)	229,7(2)	208	229,3
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] [53]	206,5(8)	206,5(8)	230,9(2)	230,9(2)	206,5	230,9
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]	201(2)	197(2)	232,9(4)	232,4(4)	199	232,65
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	208,1(6)	207,3(6)	226,4(2)	226,2(2)	207,7	226,3
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	208(4)	208(4)	227,59(9)	227,59(9)	208	227,59
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	206,6(3)	207,2(3)	227,92(8)	228,51(8)	206,9	228,215
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	206,6(2)	206,7(2)	230,95(6)	231,75(6)	206,65	231,35
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	207,7(3)	206,1(3)	231,74(8)	230,75(8)	206,9	231,245
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	207,1(3)	206,1(3)	231,3(8)	230,94(8)	206,6	231,12
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	206(1)	206(1)	232,4(4)	232,4(4)	206	232,4
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	209,2(3)	209,2(3)	226,73(8)	226,73(8)	209,2	226,73
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	207,8(2)	207,8(2)	228,45(5)	228,45(5)	207,8	228,45

g. = gemittelt

*cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] konnte als rein kristallines Produkt mithilfe der Decarboxylierungsreaktion erhalten werden und wies keine makroskopisch sichtbaren Verunreinigungen auf. Mittels analytischer Dünnschichtchromatographie konnten ebenso keine Nebenprodukte detektiert werden. Jedoch wies das <sup>19</sup>F- und protonenentkoppelte <sup>31</sup>P-NMR neben den erwünschten Produktsignalen einen zweiten leicht verschobenen Signalsatz gleichen Erscheinens mit einer Intensität von 10 % auf (Abb.4.58).

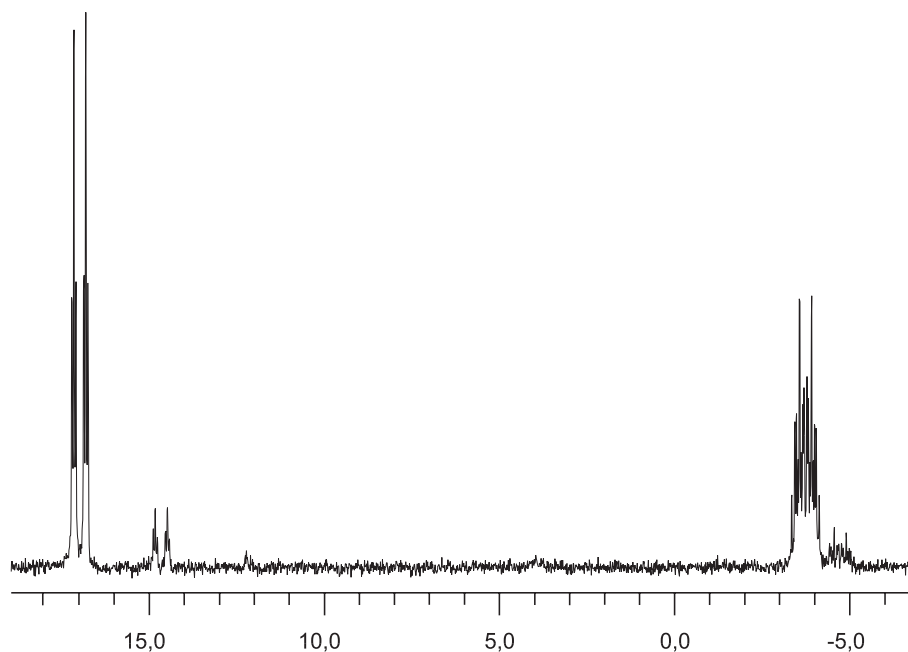


Abbildung 4.58.: Protonenentkoppeltes <sup>31</sup>P-NMR von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)], in CDCl<sub>3</sub>

Zur Überprüfung, ob es sich um eine Verunreinigung handelt, wurden mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer die Gitterkonstanten von ca. vierzig Kristallen, die eine definierte Kristallgestalt hatten, und an denen keine evtl. Verunreinigungen anhafteten, bestimmt. Die Gitterkonstanten aller Kristalle stimmten mit denen der lösungsmittelfreien Kristallstruktur überein. Anschließend wurden die Kristalle in deuteriertem Chloroform bei Raumtemperatur (28 °C) gelöst und erneut einer NMR-spektroskopischen Analyse unterzogen. Diese wies ebenfalls beide Signalsätze auf. Auch ein Wechsel des Lösungsmittels zu d<sub>6</sub>-Aceton und Toluol änderte nichts an der Intensitätsverteilung der Produkte. Daraufhin wurden erneut hochaufgelöste NMR-Spektren des analogen Platin-Komplexes aufgenommen, die hingegen keine Anzeichen für die Existenz eines zweiten Signalsatzes aufwiesen.

Es wurde vermutet, dass es sich bei dem geschilderten Phänomen um ein Gleichgewicht in Lösung zwischen dem monomeren chelatisierten und dem dimeren - möglicherweise *trans*-ständig - verbrückten Komplex handelt. Da es sich jedoch um die Palladiumverbindung handelte, konnte dies nicht über Kopplungskonstanten verifiziert werden.



Daraufhin wurden temperaturabhängige NMR-Untersuchungen durchgeführt (Abb. 4.59 und 4.60). Die Substanz wurde hierfür - ebenfalls bei Raumtemperatur - in deuteriertem Chloroform (Tieftemperaturmessung) und in 1,1,2,2-Tetrachlorethan (Hochtemperaturmessung) gelöst. Der Unterschied der chemischen Verschiebung zwischen den beiden Signalsätzen erwies sich jedoch als temperaturunabhängig. Des weiteren blieb die prozentuale Intensitätsverteilung - im Rahmen der Meßungenauigkeit - gleich.

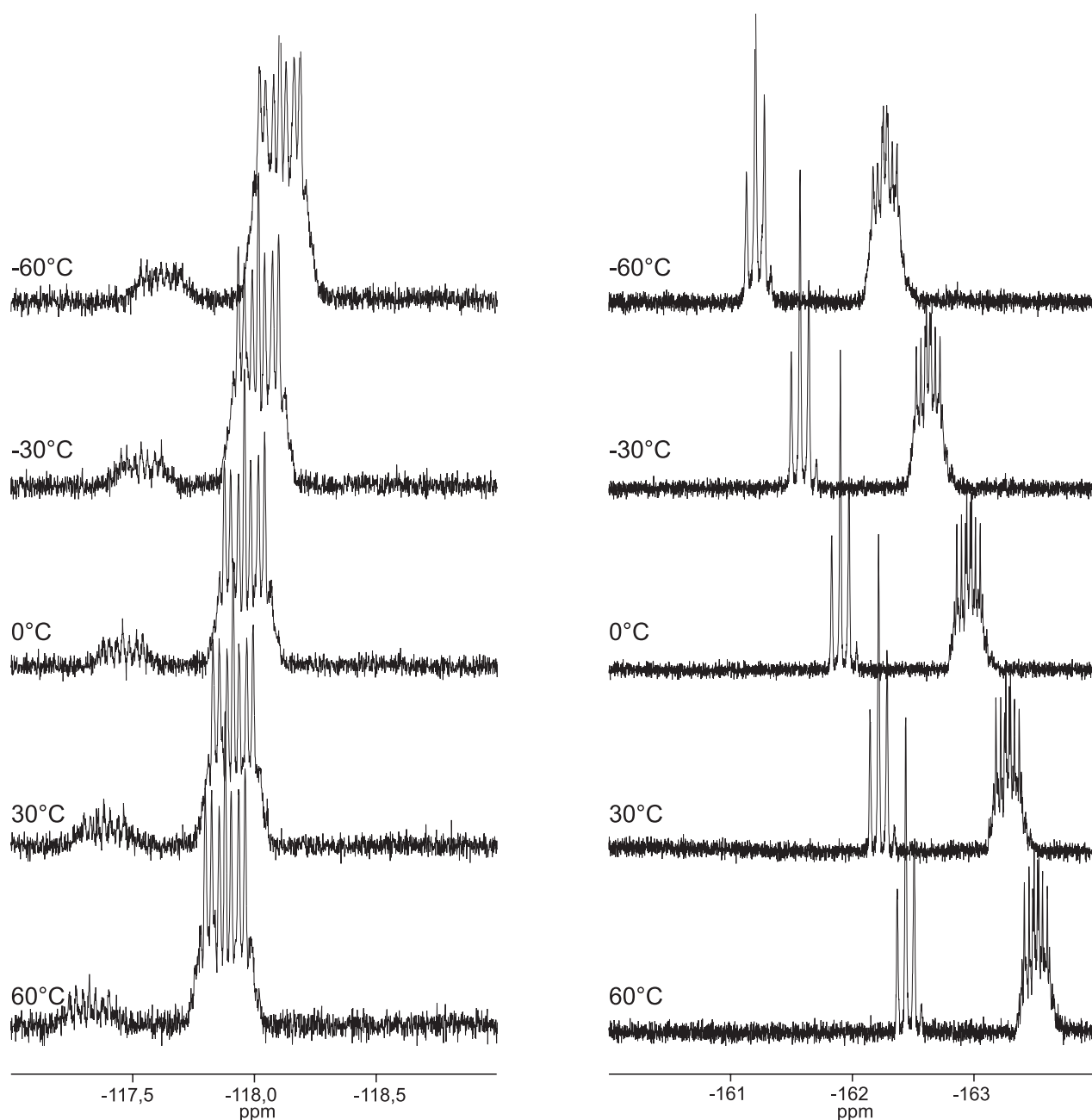


Abbildung 4.59.: Temperaturabhängige  $^{19}\text{F}$ -NMR-Messungen in  $\text{CDCl}_3$

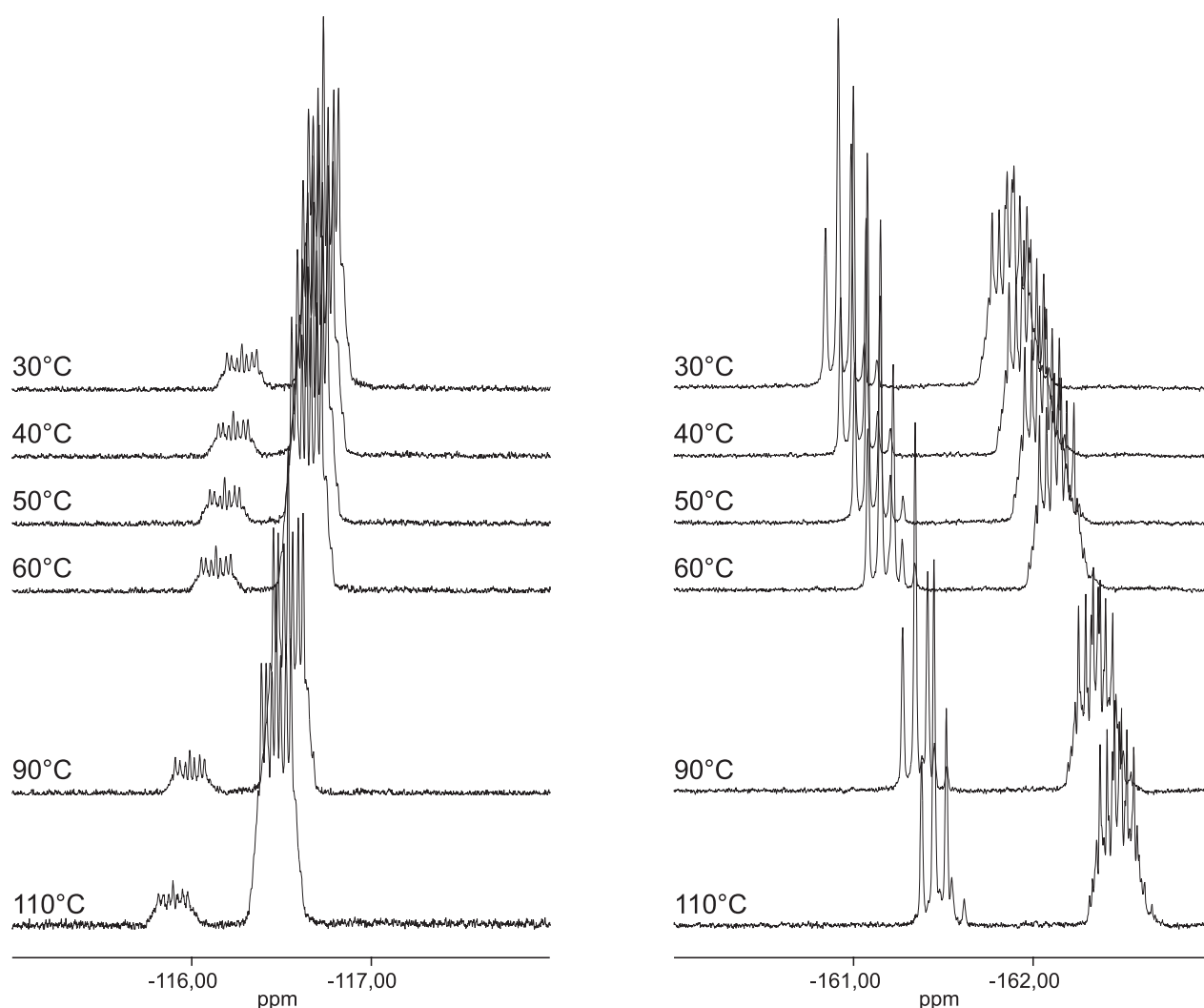


Abbildung 4.60.: Temperaturabhängige  $^{19}\text{F}$ -NMR-Messungen in 1,1,2,2-Tetrachlorethan

Aus den Lösungen der NMR-spektroskopischen Untersuchungen kristallisierten erneut wohl definierte schwertförmige Kristallnadeln aus. Wiederum wurden Gitterkonstanten von den wenigen Kristallen bestimmt, deren Kristallgestalt leicht von der üblichen abwich. Dennoch stimmten diese alle mit jenen der bekannten Struktur überein.

Trotzdem wurde zusätzlich ein Pulverdiffraktogramm aufgenommen, welches keine deutlichen Anzeichen für das Vorliegen einer nicht phasenreinen Substanz zeigte (Abb. 4.61).

Des Weiteren wurden von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] Elektronen-Spray-Massenspektren erstellt (Tab. 4.23). Diese zeigten beide Signale, die Dimeren-Komplexen zugeordnet werden können, deren relative Intensität durch Verdünnen der Lösung jedoch deutlich verringert werden konnte. Dies deutet auf einen während der massenspektrometrischen Untersuchungen mit der Elektronen-Spray-Methode häufig auftretenden „Cluster“-Effekt hin.

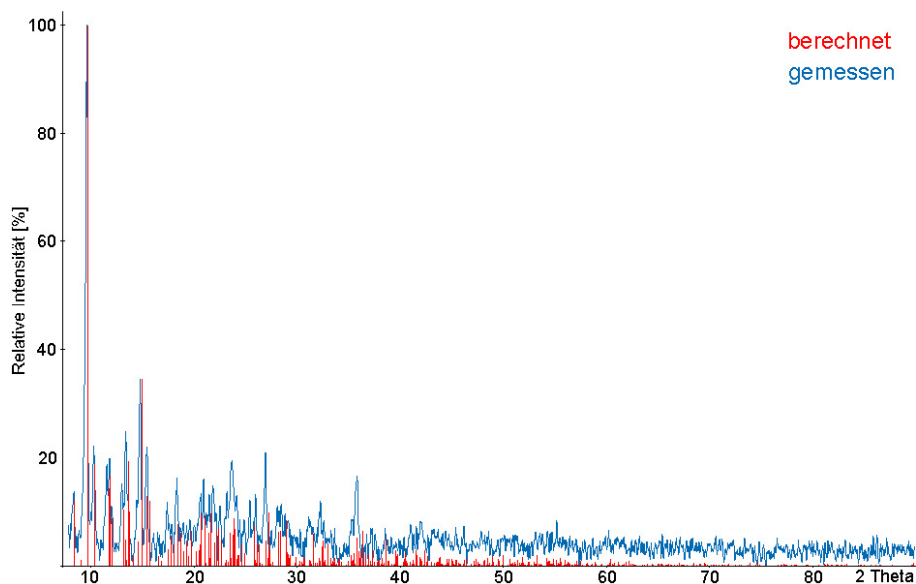


Abbildung 4.61.: Pulverdiffraktogramm von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Die Tatsache, dass Dimer-Signale mit relativen Intensitäten der gleichen Größenordnung auch bei zahlreichen anderen polyfluorphenylsubstituierten Komplexen auftraten, die in der Kristallstruktur eindeutig als Monomere identifiziert werden konnten und keine ungewöhnlichen NMR-Spektren aufwiesen, bestätigten dies.

Aufgrund der massenspektrometrischen, kristallographischen und NMR-spektroskopischen Ergebnisse erscheint die Existenz eines Dimers als Ursache für die NMR-Signale als unwahrscheinlich, da das Monomer im Festkörper eindeutig vorliegt und die Bildung eines temperaturstabilen Dimers in Lösung entropisch benachteiligt sein sollte.

Da die Bildung eines Dimers für das Auftreten des doppelten Signalsatzes ausgeschlossen werden konnte, wurde nach weiteren Lösungsansätzen gesucht:

Dafür wurde zunächst die Molekülstruktur im Festkörper von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] mit jenen aller anderen Polyfluorphenyl-Komplexe verglichen. Es stellte sich heraus, dass in der Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] äußerst kurze Palladium-Wasserstoff-Abstände von 268,4 pm auftraten (Tab. 4.22 und Abb. 4.62).

Bei anderen einfach substituierten Palladium- und Platin-Komplexen betragen die kürzesten Metall-Wasserstoff-Abstände hingegen über 282,4 pm. Mit Ausnahme von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)] liegen die Metall-Wasserstoff-Abstände der zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe alle über 290 pm. In *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)] dagegen besteht ein kurzer Abstand von 266 pm

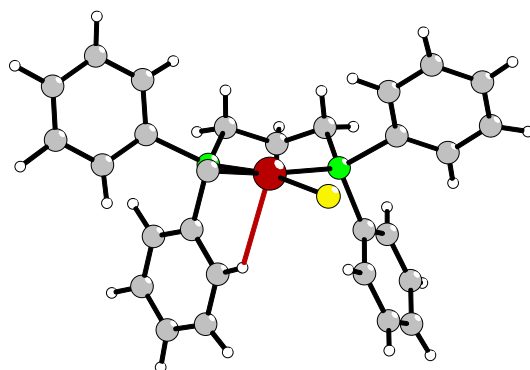


Abbildung 4.62.: Kürzester Palladium-Wasserstoff-Abstand von 268,4 pm in der Molekülstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

zwischen dem Platinatom und einem Wasserstoffatom des mittleren Kohlenstoffatoms der verbrückenden Kette vor. Eine solche agostische Wechselwirkung würde auch das Auftreten der henkelförmigen Konformation erklären.

Wie soeben erläutert hebt sich der Komplex *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] nicht nur durch die auffälligen NMR-Spektren und langen Palladium-Chlor-Abstände sondern auch durch mögliche agostische Wechselwirkungen von der Vielzahl der Polyfluorphenyl-Komplexe (Tab. 4.22) ab. Dennoch können agostische Wechselwirkungen als Ursache für das Auftreten der NMR-spektroskopischen Besonderheiten - aufgrund der Flexibilität des Moleküls in Lösung und der Temperaturunabhängigkeit des Verhältnis der doppelten NMR-Signale - ausgeschlossen werden.

Tabelle 4.22.: Kürzeste M-H-Abstände (kleiner 320 pm) und C-H-M-P-Torsionswinkel in ein- und zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen

Komplex	M-H [pm]		C-H-M-P [°]	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	H12-Pt	318	C12-H12-Pt-P1	-11
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)] · 0,5 py [53]	H32-Pt	290	C32-H32-Pt-P2	8,05
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	H26-Pt	287,9	C26-H26-Pt-P1	-4,2
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	H12-Pt	289,8	C12-H12-Pt-P1	8,23
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	H12-Pt	290,5	C12-H12-Pt-P1	11,28
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	H12-Pt	295,8	C12-H12-Pt-P1	10,54
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	H26-Pt	291,5	C26-H26-Pt-P1	6,26
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	H26-Pt	309,9	C26-H26-Pt-P1	-22,75
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)] [34]	H5C-Pt	310,3	C5-H5C-Pt-P1	-12,77
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	H12-Pd	277,6	C12-H12-Pd-P1	6,72
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	H26A-PdA	268,4	C26A-H26A-PdA-P1A	1,6
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	H12B-PdB	287,6	C12B-H12B-PdB-P1B	8,98
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	H26-Pd	291	C26-H26-Pd-P1	-2,41
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül A	H26A-PdA	282,4	C26A-H26A-PdA-P1A	11,86

Komplex	M-H [pm]		C-H-M-P [°]	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] Molekül B	H26B-PdB	283,1	C26B-H26B-PdB-P1B	17,78
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül A	H12A-PdA	286,1	C12A-H12A-PdA-P1A	-13,92
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] Molekül B	H26B-PdB	289,8	C26B-H26B-PdB-P1B	17,33
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dmpe)] · 0,5 py	-	-	-	-
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppm)] [53]	H12-Pt	306,8	C12-H12-Pt-P1	-1,72
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül A	H32A-PtA	292,5	C32A-H32A-PtA-P2A	4,47
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)] [53] Molekül B	H32B-PtB	289,9	C32B-H32B-PtB-P2B	-3,69
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] [53]	H32-Pt	300	C32-H32-Pt-P2	8,33
	H12-Pt	302,6	C12-H12-Pt-P1	2,09
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	H26-Pt	315,2	C26-H26-Pt-P	-21,69
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	H46-Pt	298,6	C46-H46-Pt-P2	2,39
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	H12-Pt	303,8	C12-H12-Pt-P1	-11,58
	H32-Pt	304,7	C32-H32-Pt-P2	32,58
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)] [53]	H26-Pt	299	C26-H26-Pt-P1	-7,11
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]	H301-Pt	266		
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	H12-Pt	309	C12-H12-Pt-P1	4,59
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	H32-Pt	302,8	C32-H32-Pt-P2	6,72
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	H4A-Pt	322,9	C4-H4A-Pt-P1	7,23
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	H12-Pd	294	C12-H12-Pd-P1	3,2
	H46-Pd	290,2	C46-H46-Pd-P2	15,11
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	H22-Pd	300,2	C22-H22-Pd-P1	-1,74
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	H32-Pd	301	C32-H32-Pd-P2	9,05
	H12-Pd	310,1	C12-H12-Pd-P1	-36,24
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · 1 Aceton	H26-Pd	301,9	C26-H26-Pd-P1	30,19
	H46-Pd	305,5	C46-H46-Pd-P2	-9,75
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	H26-Pd	299	C26-H26-Pd-P	8,43
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	-	-	-	-
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	H4A-Pd	309,8	C4-H4A-Pd-P	1,06

Die Temperaturunabhängigkeit des Verhältnisses der NMR-Signale weist hingegen auf das Vorliegen zweier unterschiedlicher Komplexe hin. Da diese jedoch nicht kristallographisch nachgewiesen werden konnten, liegt die Vermutung nahe, dass es sich um strukturell sehr ähnliche Substanzen handelt. Eine Erklärung könnte die Substitution des Chlor-Liganden durch Fluor bzw. eine Hydroxid-Gruppe liefern.

Im Falle einer Substitution durch Fluor müssten zum einen weitere Phosphor-Fluor-Kopplungen und zum anderen das <sup>19</sup>F-NMR-Signal des Fluor-Liganden selbst vorliegen. Die <sup>19</sup>F-NMR-Spektren wurden jedoch nur bis -200 ppm gemessen. Die chemische Verschiebung des Fluor-Liganden sollte hingegen erwartungsgemäß -250 ppm betragen [18]. Des Weiteren ist eine Dissoziation des Fluor-Liganden denkbar, welche die fehlende weitere Phosphor-Fluor-Kopplung erklären würde.

Mehrere Signale geringer relativer Intensität im Massenspektrum stützen die Vermutung, dass es sich bei der zweiten Substanz um einen Fluor-Komplex handeln könnte (Tab. 4.23).

Die Interpretation der Massenspektren wird jedoch dadurch erschwert, dass die Molekül-Ionen ( $M_{Cl} + Na^+$ ) und ( $M_F + K^+$ ) sowohl äußerst ähnliche Massen als auch Isotopenverteilungen aufweisen.

Tabelle 4.23.: Massenspektrometrische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

m/z	relative Intensität		Zuordnung
	konz.	verd.	
1465	2		$2M + Na^+$
1451	2		$2M - Cl^- + EtOH$
1449	2	2	$2M - 2 Cl^- + 2 F + K^+$
1407	18	7	$2M - Cl^-$
1275	3		$2M - (C_6F_5)^-$
817	1	7	$M + K^+ + Aceton$
791	1		$M + K^+ + MeOH$
775	1		$M + Na^+ + MeOH$
759	1	100	$M + K^+$
743	19	4	$M + Na^+$
			$M - Cl^- + F + K^+$
727		2	$M - Cl^- + F + Na^+$
717	70	13	$M - Cl^- + MeOH$
703	2	3	$M - Cl^- + H_2O$
685	100	18	$M - Cl^-$
585	4		$M - (C_6F_5)^- + MeOH$
553	8		$M - (C_6F_5)^-$

Schlussendlich konnte der Grund für diese aus dem Rahmen fallenden Eigenschaften nicht eindeutig geklärt werden. Da die Substanz jedoch noch weitere interessante Eigenschaften aufweist, auf die in Kapitel 5 näher eingegangen wird, sollten in Zukunft weitere Untersuchungen, z. B. durch die gezielte Fluorierung der Substanz mit Silber-fluorid mit anschließenden NMR-spektroskopischen Messungen, angestellt werden.

# 5. Überprüfung der biologischen Aktivität

## 5.1. Einleitung

Seit einiger Zeit spielen Phosphan-Verbindungen und ihre Metall-Komplexe in der auf biologische Systeme angewandten Chemie eine große Rolle. Die Anwendung reicht vom Phosphan, das schon seit langer Zeit als Pestizid genutzt wird, bis hin zur medizinischen Anwendung, auf die im Weiteren näher eingegangen wird [8].

„Auranofin“ ((2,3,4,6-Tetra-*O*-1-thio- $\beta$ -D-glucopyranosato)(triethylphosphan)gold) (Abb. 5.1) wird seit einigen Jahren als Basistherapeutikum (Antirheumatikum) bei der Behandlung der chronischen Polyarthritits eingesetzt. Des Weiteren weist es *in vitro* gute zellteilungshemmende Eigenschaften auf [8].

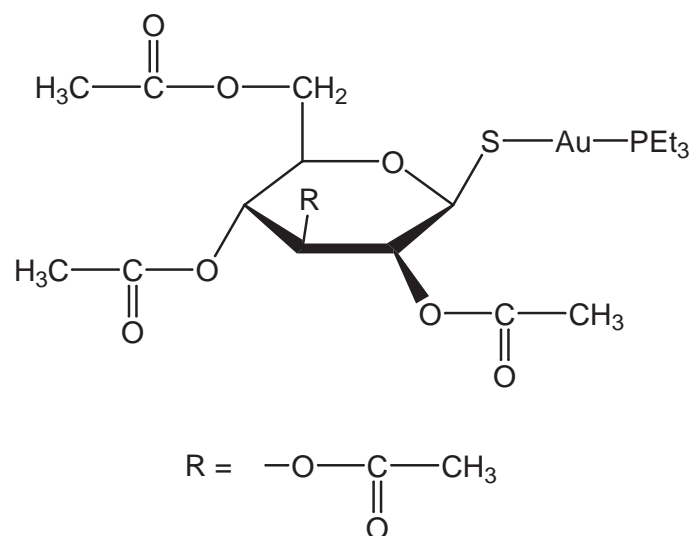


Abbildung 5.1.: „Auranofin“

Dies führte zur Entdeckung von anderen Phosphanen mit einem breitgefächerten cytotoxischen Spektrum. Über die Wirkungsweise der Phosphane und Phosphan-Metall-Komplexe auf die Zellen ist jedoch nur wenig bekannt. Einige Studien wiesen darauf hin, dass der Phosphan-Ligand selbst als Cytostatikum fungiert.

Deswegen wurden eine Reihe von verwandten Phosphan-Liganden auf ihre biologische *in vivo*-Aktivität bezüglich P388-Leukämie von Mäusen untersucht. Dabei stellte sich heraus, dass die zellteilungshemmenden Eigenschaften von  $\text{Ph}_2\text{P}(\text{CH}_2)_n\text{PPh}_2$ -Liganden abhängig von der Länge der verbrückenden Kohlenstoffkette sind (vgl. Tab. 5.1).

So liegt bei einer Kettenlänge von zwei bzw. drei Kohlenstoffatomen eine Steigerung der Lebensspanne der behandelten Mäusen gegenüber der Kontrollgruppe von über 70 % Prozent vor. Eine Verkürzung bzw. Verlängerung der Kette führte hingegen zu einem Aktivitätsverlust, der ebenfalls beim Austausch des Phenyl- gegen einen Ethyl-Substituenten des Phosphans auftritt [60].

Tabelle 5.1.: *in vitro*-Tumorhemmende Aktivität von zweizähligen Phosphan-Liganden gegenüber P388-Leukämie in Mäusen [60]

	hohe Aktivität	mäßige Aktivität	keine Aktivität
$\text{Ph}_2\text{P-B-PPh}_2$	$\text{B} = (\text{CH}_2)_n$ $n = 2$ und $3$ $\text{B} = \textit{cis}\text{-CH=CH}$ $\text{B} = (\text{CHMe})_2$ $\text{B} = \text{CH}_2\text{CHMe}$ $\text{B} = 1,2\text{-C}_6\text{H}_4$	$\text{B} = (\text{CH}_2)_n$ $n = 1, 4$ und $5$	$\text{B} = (\text{CH}_2)_n$ $n = 0$ und $6$ $\text{B} = \textit{trans}\text{-CH}\equiv\text{CH}$  $\text{B} = 1,4\text{-C}_6\text{H}_4$
$\text{R}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2\text{PR}_2$			$\text{R} = \text{Et}$

Daraufhin wurden in einer weiteren Studie über 150 Phosphane auf ihre *in vivo*-Cytotoxizität hin überprüft. Es stellte sich heraus, dass die Phosphane *in vivo* meist oxidiert vorlagen und eine geringe Toxizität aufwiesen. Es wurde angenommen, dass die Koordination an Gold(I) die Liganden vor der unerwünschten Oxidation bis zum Eindringen in die Zelle schützen könnte.

„Auranofin“ stellt *in vitro* ein potentes Cytostatikum dar, jedoch sind dessen zellteilungshemmenden Eigenschaften *in vivo* deutlich geschwächt. Dies lässt sich auf Nebenreaktionen mit Proteinen, bei denen maßgeblich Au-S-Bindungen eine Rolle spielen, zurückführen.

Au(I)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden haben hingegen ein viel breiteres Anwendungs-Spektrum, da aufgrund der chelatisierenden Liganden, die das Gold(I) tetraedrisch koordinieren, höhere Reaktionsbarrieren für Ligandenaustausch-Nebenreaktionen auftreten. Es



konnte für  $[\text{Au}(\text{dppe})_2]^+$  nachgewiesen werden, dass dieses im Blutplasma kaum Nebenreaktionen eingeht und aufgrund seiner hohen Lipophilie schnell in rote Blutkörperchen eindringt, wo es an die Membran bindet. Die Komplexbildung der zweizähligen Phosphan-Liganden ist sogar so stark, dass analoge Silber(I)-Komplexe in physiologischen Flüssigkeiten stabil sind und keine Bildung eines Silberchlorid-Niederschlags auftritt.

Im Fall der Silber(I)- und Kupfer(I)-Komplexe - die ebenfalls zellteilungshemmende Eigenschaften aufweisen - könnte die Toxizität des Metall-Ions den Grund für den Zelltod darstellen.

Da die Stabilität der Komplexe vom Kupfer zum Gold hin abnimmt, ist es des Weiteren möglich, dass *in vivo* letztendlich die Kupfer-Komplexe für das Auftreten der Cytotoxizität verantwortlich sind. Die Tatsache, dass die Cytotoxizität von dppe *in vitro* und *in vivo* durch Zugabe einer an sich untoxischen verdünnten-Cu(II)-Lösung drastisch gesteigert wird, nicht jedoch im Fall der Zugabe von Mg(II)-, Fe(II)-, Co(II)- bzw. Cd(II)-Salzlösungen, bestätigt diese These.

Letztendlich lässt sich nicht sagen, ob die Wirkungsweise der  $[\text{M}(\text{dppe})_2]^+$ -Komplexe ( $\text{M} = \text{Cu}, \text{Ag}, \text{Au}$ ) eher durch den Liganden, der Metallatome von katalytischen Zentren wichtiger Enzyme komplexieren kann, oder durch Besetzung eben dieser katalytischen Stellen durch die Kupfer-, Silber- bzw. Gold-Ionen, erfolgt.

Im Gegensatz zu den für die  $[\text{M}(\text{dppe})_2]^+$ -Komplexe ( $\text{M} = \text{Cu}, \text{Ag}, \text{Au}$ ) beschriebenen möglichen Wirkungsweisen steht der gut untersuchte Reaktionsmechanismus von „Cisplatin“. Dieser beruht auf einer Bildung von Pt-DNA-Addukten, die die Replikation und Transkription der DNA und somit die Zellvermehrung verhindern.

Hierbei bindet „Cisplatin“ an die DNA, indem erst langsam ein Chlorid-Ligand gegen Wasser ausgetauscht wird [61] und dann in einer schnellen Reaktion - unter Abspaltung des Wassers - eine Bindung zum N7-Atom einer Guanin-Nukleobase (Abb. 5.2) geschlossen wird [62].

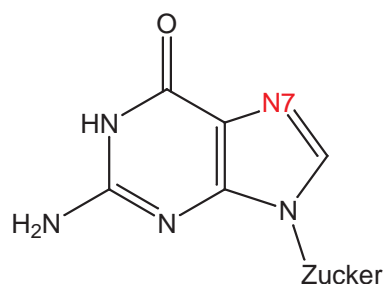


Abbildung 5.2.: Guanosin

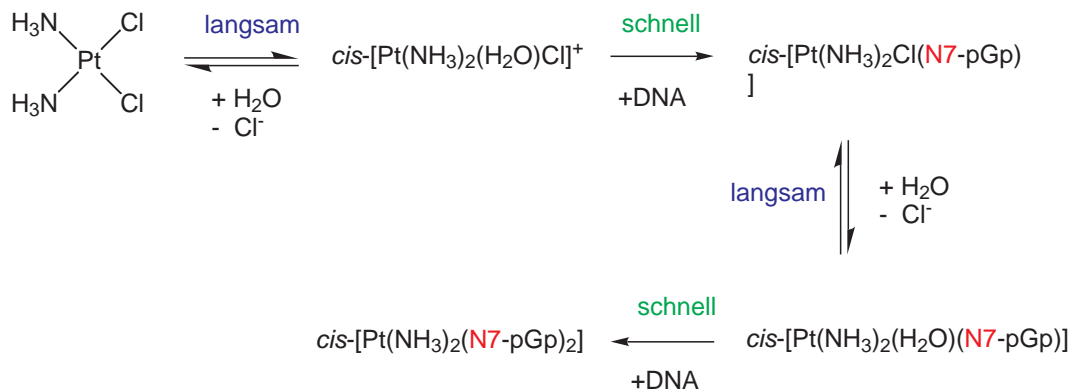
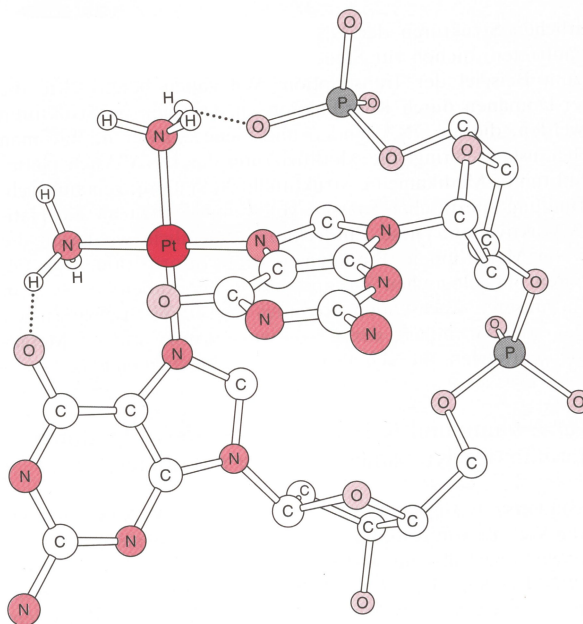


Abbildung 5.3.: Bindungsmechanismus von Cisplatin an die DNA [61]

Dieses Intermediat ist für längere Zeit stabil [63], bevor sich der Vorgang unter Abspaltung des zweiten Chlorid-Liganden wiederholt [2] (Abb. 5.3).

Die dadurch entstandene Verknüpfung zweier Guanin-Basen erfolgt meistens zwischen zwei benachbarten Guanin-Nucleobasen des gleichen DNA-Stranges. Eine Verknüpfung zwischen beiden DNA-Strängen kann jedoch ebenfalls auftreten [1, 64, 65].

Durch die Verknüpfung entsteht eine ausgeprägt gerichtete Krümmung der DNA an der Platinierungsstelle, wo die Progression der DNA-Polymerase nicht stattfinden kann [66] (Abb. 5.4). Die Progression von *E. coli*-RNA-Polymerase wird ebenfalls verhindert; dies deutet auf einen Einfluß auf die Replikation und Transkription hin [67]. Das Zellwachstum des Tumors wird somit verhindert.

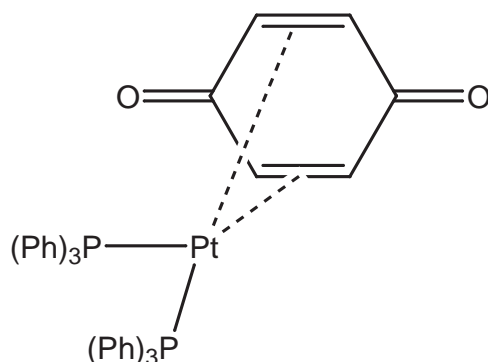
Abbildung 5.4.: Ausschnitt aus der Kristallstruktur von cis-[Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>{d(GpG)}] [66]

Der zu „Cisplatin“ ( $cis$ -[PtCl<sub>2</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]) verwandte Phosphan-Komplex  $cis$ -[PtCl<sub>2</sub>(P(Ph)<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], sowie die zweizähligen Phosphan-Platin(II)- und -Palladium(II)-Komplexe  $cis$ -[MCl<sub>2</sub>(dppe)] (M = Pd, Pt) weisen im Gegensatz zu den den [M(dppe)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>-Komplexen (M = Cu, Ag, Au) keine signifikanten zellteilungshemmenden Eigenschaften auf [31, 60].

Einerseits könnte dies am Fehlen einer P-H-Bindung liegen, die im Falle eines zu „Cisplatin“ analogen - den Struktur-Aktivitätsregeln folgenden - Mechanismus als notwendig für die zellteilungshemmende Aktivität sein sollte.

Andererseits ist der Phosphan-Ligand aufgrund der hohen thermodynamischen Stabilität der Platin-Phosphor-Bindung nicht labil genug, um selbst nach dem Eindringen in die Zelle als cytotoxisches Mittel zu fungieren.

Eine Änderung der kinetischen Labilität könnte jedoch durch einen Wechsel der Oxidationsstufe erreicht werden. So weist der Platin(0)-Komplex in Abbildung 5.1 *in vivo* gute zellteilungshemmende Eigenschaften auf (P388-Leukämie, T/C 138 % mit 25 mg/kg) [8].



## 5.2. In vitro-Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften

Erste *in vitro*-Untersuchungen der zellteilungshemmenden Eigenschaften einer Reihe ausgewählter Platin(II)- und Palladium(II)-Komplexe wurden am Peter MacCallum Cancer Institute (Melbourne, Australien) unter der Leitung von Dr. C. Cullinane durchgeführt.

Sensible L1210 und gegen „Cisplatin“ resistente L1210/DDP murine Leukämiezellen wurden als Suspensionskulturen in RPMI 1640 (GibcoBRL) mit 10% fötalem Rinderserum (CSL) und 2 mM Glutamin (Sigma) kultiviert. Die „Cisplatin“-Resistenz der L1210/DDP-Zellen wurde durch Einwirken einer 3  $\mu\text{M}$  „Cisplatin“-Lösung auf L1210 Zellen erreicht. Die zu testenden Substanzen wurden durch „Vortexen“ (Lösen durch Vibration) in Aceton gelöst und auf die Zellkulturen gegeben. Kontroll-Zellkulturen, die nur einer Salzlösung bzw. dem reinen Lösungsmittel ausgesetzt waren, wurden in die Untersuchung mit einbezogen. Eine Übereinstimmung der Wachstumsraten der Kontrollgruppen unter Salzlösungs- und Aceton-Exposition ist vorauszusetzen. Nach einer Wirkungszeit von 48 Stunden wurden die Zellen mithilfe eines „Coulter Counter Multisizer“ (vgl. Kap. 10.1) gezählt. Das prozentuale Zellwachstum entspricht dem Verhältnis der Zahl der behandelten Zellen gegenüber der der Kontrollgruppe. Trägt man das prozentuale Zellwachstum gegen die verwendete Konzentration logarithmisch auf, so kann der  $\text{IC}_{50}$ -Wert - die Konzentration, bei der das Zellwachstum um 50% gehemmt ist - durch Interpolation ermittelt werden.

Dieser Wert gilt als Maß für die Cytotoxizität einer Substanz. Substanzen mit hoher zellteilungshemmender Aktivität zeichnen sich hierbei durch besonders niedrige Werte aus. So beträgt z. B. die  $\text{IC}_{50}$ -Konzentration von „Cisplatin“ 0,5  $\mu\text{mol/l}$  im Falle der sensiblen und 6,9  $\mu\text{mol/l}$  bei den resistenten Zellen.

Bei den in den Tabellen 5.2 und 5.3 farbig angegebenen Werten handelt es sich um die im Rahmen der vorliegenden Arbeit für verschiedene Palladium(II)- und Platin(II)-Phosphan-Komplexe an murinen sensiblen L1210- und „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Leukämie-Zellkulturen doppelt bestimmten  $\text{IC}_{50}$ -Konzentrationen.

### 5.3. Diskussion der Ergebnisse der in vitro-Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften

Aus dem Vergleich der ermittelten IC<sub>50</sub>-Konzentrationen der eingesetzten Palladium(II)- und Platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden in sensiblen L1210- und „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen geht hervor, dass die einfach polyfluorphenylsubstituierten eine deutlich höhere Cytotoxizität als die analogen gering toxischen zweifach substituierten und Dichloro-Komplexe aufweisen.

Tabelle 5.2.: IC<sub>50</sub>-Konzentrationen der an sensiblen murinen L1210-Zellkulturen getesteten Verbindungen in [ $\mu\text{mol/l}$ ]

M	R	X	Y	B									
				(CH <sub>2</sub> )		(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>		(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>			
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>							0,30	0,50				
Pt	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	Cl							20*			
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	3,2*	5,2*	2,6	5,8	4,4	5,3	1,8*	6,6	7,5	
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>							230*	>50	>50	
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe					3,0	4,1				
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt					5,3	5,0				
Pt	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>					1,3	2,3				
Pd	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>					0,85	0,90				

Die IC<sub>50</sub>-Konzentration von „Cisplatin“ entspricht in diesem Modell 0,5  $\mu\text{mol/l}$

\* in DMSO [9]

Tabelle 5.3.: IC<sub>50</sub>-Konzentrationen der an „Cisplatin“-resistenten murinen L1210/DDP-Zellkulturen getesteten Verbindungen in [ $\mu\text{mol/l}$ ]

M	R	X	Y	B									
				(CH <sub>2</sub> )		(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>		(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>			
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>							0,35	0,8				
Pt	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	Cl										
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>			1,4	3,0	2,0	3,6		4,1	7,0	
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>								>50	>50	
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe					1,4	2,2				
	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt					5,0	6,2				
Pt	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>					1,1	2,9				
Pd	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	Cl	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>					0,55	0,75				

Die IC<sub>50</sub>-Konzentration von „Cisplatin“ entspricht in diesem Modell 6,9  $\mu\text{mol/l}$

Dies bestätigt zum einen die Ergebnisse früherer Forschung, in denen ebenfalls eine geringe Toxizität der Dichloro-Komplexe  $cis\text{-}[\text{MCl}_2(\text{dppe})]$  ( $\text{M} = \text{Pd}, \text{Pd}$ ) festgestellt wurde [31, 60], zum anderen weisen die  $\text{IC}_{50}$ -Werte darauf hin, dass diese Inaktivität der Dichloro-Komplexe durch Austausch eines Chlor-Liganden aufgehoben werden kann, sich jedoch durch Austausch eines zweiten Chlor-Liganden wieder einstellt. Des Weiteren konnte die hohe *in vitro*-Cytotoxizität des dppp-Liganden bestätigt werden [60].

Im Vergleich zu „Cisplatin“ in sensiblen L1210-Zellkulturen weisen die meisten Verbindungen - mit Ausnahme des dppp-Liganden - eine deutlich geringere Cytotoxizität auf. Hingegen liegt in „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen eine höhere Cytotoxizität aller einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe bezüglich der des „Cisplatin“ vor.

Des Weiteren scheinen die „Cisplatin“-resistenten-Zellen stärker auf die cytotoxische Wirkung der einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe anzusprechen als die sensiblen Zellen (vgl. Tab. 5.4).

Es fällt auf, dass die  $\text{IC}_{50}$ -Werte von  $cis\text{-}[\text{PdCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppp})]$  besonders gering sind und in der Größenordnung derer des dppp-Liganden und des „Cisplatin“ liegen.

Da im Rahmen dieser Arbeit Doppelbestimmungen durchgeführt wurden, lässt sich die Messgenauigkeit und damit die Aussagekraft der einzelnen Werte bestimmen. Bei den meisten Substanzen lag die Abweichung der beiden Messungen vom Mittelwert zwischen 0,1 und 0,55  $\mu\text{mol/l}$  (Tab. 5.4). Im Falle der Bestimmung der  $\text{IC}_{50}$ -Konzentration an L1210-Zellkulturen von  $cis\text{-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppe})]$  und an L1210/DDP-Zellkulturen von  $cis\text{-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppb})]$  betrug diese Abweichung jedoch 1,6 bzw. 1,45  $\mu\text{mol/l}$ . Diese Messungenauigkeit könnte durch das nicht vollständige Lösen der Substanz vor dem Aufteilen in verschiedene Reaktionsansätze hervorgerufen worden sein. Da die Bestimmung der  $\text{IC}_{50}$ -Konzentrationen jedoch nicht von mir ausgeführt wurde, kann keine Aussage getroffen werden, ob dies oder nicht vielleicht ein anderer Grund für die hohen Abweichungen verantwortlich ist. Eine dritte Bestimmung der  $\text{IC}_{50}$ -Konzentrationen der beiden Substanzen sollte zur Überprüfung des genauen Wertes erfolgen.

Es ist zu beachten, dass sich die - vor einigen Jahren in DMSO ermittelte -  $\text{IC}_{50}$ -Konzentration für  $cis\text{-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppp})]$  deutlich von der im Rahmen dieser Arbeit bestimmten unterscheidet. Dies könnte verschiedene Gründe haben:

So könnte das Lösungsmittel einen Einfluss auf die Bestimmung haben. Da dieses jedoch zum einen nur zum Lösen der Substanz verwendet wird und dessen Konzentration durch die Nährlösung der Zellkulturen äußerst stark verringert wird, und zum anderen in beiden Bestimmungen

Blindproben mit einbezogen wurden, die das inerte Verhalten des Lösungsmittels bestätigten, ist dieser Einfluss jedoch auszuschließen.

Es ist jedoch möglich, dass beim Lösen ein DMSO-Derivat der Substanz entstand, welches eine etwas höhere zellteilungshemmende Aktivität aufwies. Die Bildung eines Aceton-Derivates ist hingegen unwahrscheinlicher.

Des Weiteren könnte es sich um Einwaagefehler bei der ersten - nicht im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten - Bestimmung handeln, da die in einem Experiment eingesetzte Menge nur wenige Milligramm beträgt.

Da der Wägefehler im Falle der zweiten Messungen aufgrund der vierfachen Substanzmenge deutlich geringer ausfällt sowie eine genaue Einwaage von mir gewährleistet werden konnte und die dem Lösungsmittel ausgesetzten Blindproben das inerte Verhalten des Lösungsmittels bestätigen, beruht die Diskrepanz zwischen den beiden  $IC_{50}$ -Konzentrationen von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] vermutlich auf dem Einwaagefehler bzw. der Bildung eines DMSO-Derivates der ersten Untersuchung.

Im Folgenden wird auf den Einfluss des Phosphan-Liganden und der Polyfluorphenyl-Gruppe näher eingegangen. Hierzu wurden die Mittelwerte der Ergebnisse der Doppelbestimmung berechnet (Tab. 5.4). Der  $IC_{50}$ -Wert von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] aus der ersten Bestimmung ging hierbei nicht in die Berechnung ein.

Tabelle 5.4.: Mittelwerte der  $IC_{50}$ -Konzentrationen der getesteten Verbindungen in [ $\mu$ mol/l]

Verbindung	$IC_{50}$ (L1210)	$IC_{50}$ (L1210/DDP)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)]*	4,2 (1,0)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)]	4,2 (1,6)	2,2 (0,8)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)]	7,05 (0,45)	5,55 (1,45)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	1,8 (0,5)	2,0 (0,9)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	3,55 (0,55)	1,8 (0,4)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	5,15 (0,15)	5,6 (0,6)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	0,875 (0,025)	0,65 (0,1)

\* in DMSO [9]

Aus dem Vergleich der Mittelwerte geht hervor, dass die Cytotoxizität der *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)-(Ph<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>PPh<sub>2</sub>)]-Komplexe (n = 1 - 4) mit wachsender Kettenlänge abnimmt.

Auffallend ist, dass unerwarteterweise die Komplexe mit einer Kettenlänge von ein und zwei

Kohlenstoffatomen (dppm und dppe) die gleiche Cytotoxizität aufweisen. Da die hier angegebenen  $IC_{50}$ -Konzentrationen von  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppm)] in der gleichen ersten Testreihe in DM-SO ermittelt wurden, in der auch der zu niedrig eingeschätzte Wert für  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] vorlag, und die Abweichungen von den Mittelwerten - sowohl im Fall von dppm als auch dppe - sehr hoch ausfielen, sollte dies nicht überbewertet werden.

Die  $IC_{50}$ -Konzentrationen von  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppe)] und  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] liegen in der gleichen Größenordnung, wobei die von  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppe)] etwas niedriger ist, sie unterscheiden sich jedoch deutlich von der viel höheren  $IC_{50}$ -Konzentration des  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppb)]-Komplexes.

Eine erstaunliche Steigerung der Cytotoxizität findet beim Austausch der Phenyl- gegen Ethyl-Substituenten des Phosphan-Liganden bei gleich bleibender Kettenlänge statt. So weist  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)] auf sensible L1210-Zellkulturen fast eine doppelt so hohe Cytotoxizität als  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] auf.

Der Austausch einer Pentafluorphenyl- gegen eine 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-phenyl-Gruppe erhöht ebenfalls die Cytotoxizität. Eine Verlängerung des Alkoxy-Restes zum 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl-Liganden führt hingegen zu keiner weiteren Steigerung, sondern zu einem starken Abfall der zellteilungshemmenden Eigenschaften. Die größere Ähnlichkeit zwischen der Pentafluorphenyl- und 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-phenyl-Gruppe im Gegensatz zu dem 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-phenyl-Liganden zeichnet sich ebenfalls in den kristallographisch ermittelten Metall-Kohlenstoff-Bindungslängen ab (vgl. Kap. 4.2.5).

Die größte Steigerung der Cytotoxizität findet hingegen beim Austausch von Platin gegen Palladium statt. So stellte sich  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] als äußerst potentes Cytostaticum heraus, dessen Wirkung auf sensible L1210-Zellkulturen ( $IC_{50}$  0,875  $\mu$ mol/l) der des „Cisplatin“ sehr nahe kommt und diese in „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen um ein Vielfaches übersteigt ( $IC_{50}$  0,65  $\mu$ mol/l).

Es stellte sich die Frage, ob Korrelationen zwischen den kristallographisch aufgeklärten Molekülstrukturen und den zellteilungshemmenden Eigenschaften der Komplexe vorliegen. Hierfür wurden die Platin-Liganden-Abstände und -Winkel mit den  $IC_{50}$ -Konzentrationen verglichen (Tab. 5.5).

Wie erwartet, vergrößert sich - wie schon in Kapitel 4.2.5 erwähnt - der P-Pt-P-Winkel kontinuierlich mit wachsender Länge der verbrückenden Kette. Dies steht jedoch im Widerspruch zu den  $IC_{50}$ -Konzentrationen, bei denen sich die Komplexe mit einer verbrückenden Kette von



zwei und drei Kohlenstoffatomen drastisch von dem mit vier Kohlenstoffatomen unterscheiden. Des Weiteren konnten keine Korrelationen zwischen den übrigen Winkeln sowie den Metall-Kohlenstoff und -Phosphorabständen mit den  $IC_{50}$ -Konzentrationen festgestellt werden.

Jedoch scheint eine Korrelation zwischen den Metall-Chlor-Abständen und den  $IC_{50}$ -Konzentrationen vorzuliegen. Daraufhin wurden zur genaueren Betrachtung die  $IC_{50}$ -Konzentrationen gegen die Metall-Chlor-Abstände aufgetragen (Abb. 5.5). Da im Fall von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] mehrere Molekülstrukturen vorlagen, wurden hier die Palladium-Chlor-Abstände gemittelt.

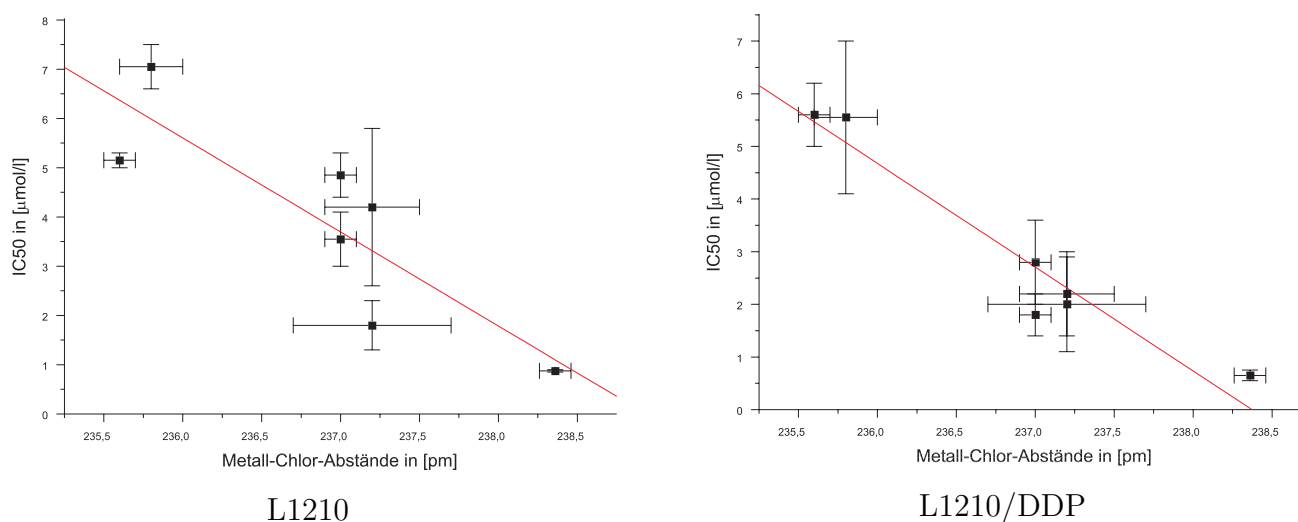


Abbildung 5.5.: Auftragung der  $IC_{50}$ -Konzentrationen gegen die Metall-Chlor-Abstände

Die Abbildung 5.5 zeigt, dass eine deutliche - annähernd lineare - Korrelation zwischen dem Metall-Chlor-Abstand und der  $IC_{50}$ -Konzentration der Komplexe vorliegt. Aufgrund der wenigen Beispiele und der teilweise hohen Fehler sollten jedoch zur Verifizierung dieser These, weitere Komplexe kristallographisch aufgeklärt und auf ihre cytotoxische Aktivität hin überprüft werden.

Die Abhängigkeit der Cytotoxizität von dem Metall-Chlor-Abstand weist jedoch auf eine Involvierung des Chlor-Liganden in dem Wirkungsmechanismus hin. Es scheint, dass der Chlor-Ligand umso mehr labilisiert wird, je elektronenreicher das Zentralatom aufgrund der Wechselwirkungen mit den übrigen Liganden ist.

Tabelle 5.5.: Mittelwerte der IC<sub>50</sub>-Konzentrationen der an sensiblen murinen L1210-Zellkulturen getesteten Verbindungen in [ $\mu\text{mol/l}$ ] sowie Abstände und Winkel in [ $\mu\text{m}$ ] und [ $^\circ$ ]

Verbindung	IC <sub>50</sub> (L1210)	IC <sub>50</sub> (L1210/DDP)	M-CI	M-C51	M-P1	M-P2	C51-M-P1	P1-M-P1	P1-M-P2	P2-M-CI	C51-M-CI
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)]*	4,2 (1,0)		236,0(1)	207,8(4)	222,4(1)	229,5(1)	98,8(1)	73,86(4)	99,14(4)	88,7(1)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppc)]	4,2 (1,6)	2,2 (0,8)	237,2(3)	209(1)	222,4(3)	227,7(4)	90,3(3)	85,8(1)	93,1(4)	90,8(3)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)]	7,05 (0,45)	5,55 (1,45)	235,8(2)	206,7(7)	224,3(2)	230,6(2)	90,7(2)	95,71(7)	87,46(7)	86,2(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	1,8 (0,5)	2 (0,9)	237,2(5)	206(2)	222,3(5)	228,6(5)	90,6(4)	96,6(2)	86,8(5)	86,1(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	3,55 (0,55)	1,8 (0,4)	237,0(1)	207,2(4)	222,2(1)	229,9(1)	88,8(1)	92,99(4)	88,0(1)	90,46(4)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	5,15 (0,15)	5,6 (0,6)	235,6(1)	207(5)	222,4(1)	229,4(1)	89,5(1)	94,86(5)	88,15(4)	87,7(1)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	4,85 (0,45)	2,8 (0,8)	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	0,875 (0,025)	0,65 (0,1)	237,78(7)	206,4(3)	223,47(8)	232,61(8)	89,59(8)	93,39(3)	90,52(3)	87,07(8)	
			238,8(1)	206,8(5)	224,6(1)	233,2(1)	86,6(1)	92,66(4)	91,91(4)	89,6(1)	
			238,5(1)	206(5)	225,5(1)	232,9(1)	86,6(1)	93,36(5)	92,67(4)	88,0(1)	

\* in DMSO [9, 59]

Tabelle 5.6.: Abstände und Winkel in ein- und zweifach polyfluorphenylsubstituierten Komplexen, in [ $\mu\text{m}$ ]

Verbindung	M-CI	M-C51	M-P1	M-P2	C51-M-P1	P1-M-P1	P1-M-P2	P2-M-CI	C51-M-CI
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A	238,8(1)	206,8(5)	224,6(1)	233,2(1)	86,6(1)	92,66(4)	91,91(4)	89,6(1)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpc)] · 0,5 py	238,6(1)	209,8(4)	221,9(1)	228,5(1)	92,8(1)	85,31(4)	88,20(4)	93,8(1)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B	238,5(1)	206(5)	225,5(1)	232,9(1)	86,6(1)	93,36(5)	92,67(4)	88,0(1)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	237,78(7)	206,4(3)	223,47(8)	232,61(8)	89,59(8)	93,39(3)	90,52(3)	87,07(8)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [34]	237,2(5)	206(2)	222,3(5)	228,6(5)	90,6(4)	96,6(2)	86,8(5)	86,1(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppc)] · 0,5 py [53]	237,2(3)	209(1)	222,4(3)	227,7(4)	90,3(3)	85,8(1)	93,1(1)	90,8(3)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	237,1(1)	206,2(4)	224,2(1)	232,2(1)	87,7(1)	92,64(4)	90,92(4)	89,1(1)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] [53]	237,0(1)	209,3(6)	222,9(2)	231,4(1)	90,8(2)	93,79(5)	90,11(5)	85,8(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	237,0(1)	207,2(4)	222,2(1)	229,9(1)	88,8(1)	92,99(4)	88,0(1)	90,46(4)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] Molekül A	236,7(2)	205,7(6)	224,8(2)	233,8(2)	89,6(2)	90,40(5)	92,89(6)	87,9(2)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] Molekül B	236,3(2)	204,2(6)	224,6(2)	234,2(2)	89,7(2)	90,14(5)	92,91(6)	88,1(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppm)] [59]	236,0(1)	207,8(4)	222,4(1)	229,5(1)	98,8(1)	73,86(4)	99,14(4)	88,7(1)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] Molekül A	236(2)	204,2(7)	224,8(2)	234(2)	88,6(2)	90,21(6)	93,40(6)	88,5(2)	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] Molekül B	235,9(2)	205,8(6)	224,9(2)	234,1(2)	89,7(2)	93,33(6)	93,33(6)	87,7(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)] · 1 Aceton [53]	235,8(2)	206,7(7)	224,3(2)	230,6(2)	90,7(2)	95,71(7)	87,46(7)	86,2(2)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] · 2 Aceton	235,71(9)	209,2(3)	222,62(9)	229,1(9)	88,7(1)	95,16(3)	88,05(3)	88,2(1)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)] · 2 Aceton	235,6(1)	207(5)	222,4(1)	229,4(1)	89,5(1)	94,86(5)	88,15(4)	87,7(1)	
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	235,4(3)	209(1)	221,4(3)	228(3)	90,5(3)	87,0(1)	93,1(1)	89,4(3)	

Im Falle des *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)] lässt sich dies aufgrund der elektronenschiebenden und sterisch unkomplizierten Ethyl-Substituenten am Phosphor leicht erklären. Des Weiteren weist die biologische Aktivität dieser Verbindung auf einen von den Gold(I)-Phosphan-Komplexen unterschiedlichen Mechanismus hin, da der Ligand bei der - für diesen Mechanismus notwendigen - Abspaltung durch Oxidation seine cytotoxischen Eigenschaften verlieren würde.

Die unterschiedliche Aktivität der Reihe von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(Ph<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>PPh<sub>2</sub>)]-Komplexen (n = 2 - 4) beruht auf einem durch sterische Wechselwirkungen - bei Verlängerung der verbrückenden Kohlenstoffkette - hervorgerufenen steigenden s-Charakter der Phosphor-Kohlenstoff-Bindungen und einer daraus resultierenden Schwächung des freien Elektronenpaares des Phosphors [68].

Die Steigerung der Cytotoxizität bei Substitution des *para*-ständigen Fluoratoms der Pentafluorphenyl-Gruppe lässt sich durch den elektronenschiebenden Einfluss der Methoxy-Gruppe erklären. Die geringere Cytotoxizität der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl-Gruppe steht im Einklang mit der in Kapitel 4.2.5 diskutierten verringerten elektronenschiebenden Eigenschaft der Gruppe.

Der genaue Grund für die außergewöhnlich hohe Cytotoxizität von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] hingegen, welches das in Kapitel 4.2.5 beschriebene „NMR-Phänomen“ aufweist, konnte im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht geklärt werden.

Abschließend wurde ein Vergleich der Metall-Chlor-Abstände der kristallographisch aufgeklärten Komplexe angestellt und daraufhin überprüft, ob es noch weitere, noch nicht biologisch untersuchte Komplexe gibt, die - der „M-Cl-IC<sub>50</sub>-Korrelations-These“ folgend - biologisch aktiv sein sollten (5.6).

Dabei stellte sich heraus, dass *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)], dicht gefolgt von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)], die höchste Cytotoxizität der kristallographisch aufgeklärten Komplexe haben sollte. Diese Aussagen lassen sich jedoch nur unter der Annahme machen, dass die Metall-Chlor-Abstände nicht durch Packungseffekte im Festkörper beeinflusst werden und mit jenen in Lösung korrelieren.

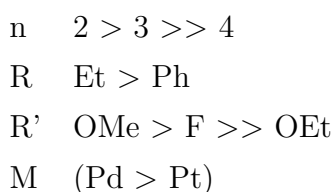
## 5.4. Zusammenfassung der Ergebnisse der in vitro-Untersuchungen von zellteilungshemmenden Eigenschaften

Cytotoxische Eigenschaften konnten für alle untersuchten einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe sowohl in sensiblen L1210- als auch „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen nachgewiesen werden.

Der Komplex *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] erwies sich als äußerst potentes Cytostaticum, dessen Wirkung auf sensiblen L1210-Zellkulturen (IC<sub>50</sub> 0,875 μmol/l) der des „Cisplatin“ (IC<sub>50</sub> 0,5 μmol/l) sehr nahe kommt und die des „Cisplatin“ in „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen um das Zehnfache übersteigt.

Es konnte nachgewiesen werden, dass die Cytotoxizität der hergestellten einfach substituierten Polyfluorphenyl-Komplexe des Platin(II) und Palladium(II) mit zweizähligen Phosphan-Liganden sowohl von der Länge der verbrückenden Kette des Phosphan-Liganden als auch dessen Substituenten am Phosphor sowie der Art der Polyfluorphenyl-Gruppe und des Metalls abhängt.

Für Komplexe der Art *cis*-[MCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R')(R<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>PR<sub>2</sub>)] lassen sich folgende Abstufungen der Cytotoxizität feststellen:



Da nur ein Palladium-Komplex (*cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]), der zusätzlich durch seine besonderen Eigenschaften aus dem Rahmen der analogen Palladium-Komplexe fällt, untersucht wurde, ist die Abstufung zwischen Platin(II) und Palladium(II) jedoch mit Vorsicht zu betrachten.

Wendet man alle optimierenden Parameter an, so müsste sich *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dmpe)] als Substanz der höchsten Cytotoxizität erweisen.

Des Weiteren scheint eine Korrelation zwischen den Metall-Chlor-Abständen und den IC<sub>50</sub>-Konzentrationen zu bestehen. Falls diese These sich bewahrheitet, sollte von den im Rahmen dieser Arbeit synthetisierten Verbindungen auch *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] sehr gute zellteilungs-

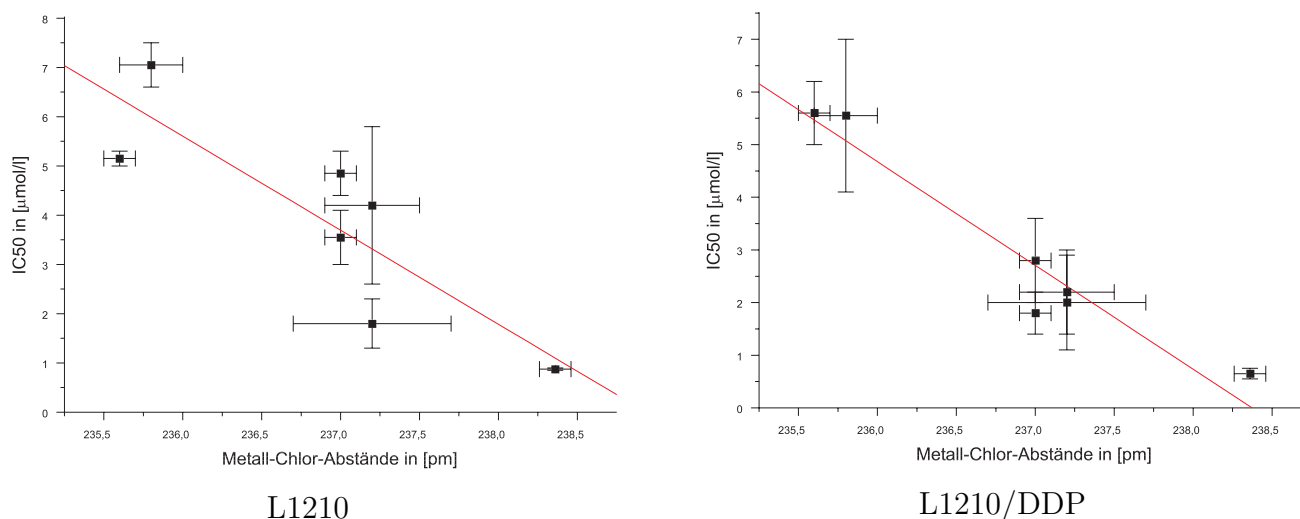


Abbildung 5.6.: Auftragung der  $IC_{50}$ -Konzentrationen gegen die Metall-Chlor-Abstände

hemmende Eigenschaften aufweisen. Dies würde wiederum mit den abgeleiteten optimierenden Parametern einhergehen.

Die Abhängigkeit der Cytotoxizität von dem Metall-Chlor-Abstand lässt auf eine Involvierung des Chlor-Liganden in den Wirkungsmechanismus schließen. Ein den Gold(I)-Phosphanen ähnlicher Wirkungsmechanismus erscheint aufgrund der Bindungsstärke von Platin(II)- und Palladium(II)-Phosphor-Bindungen und der Tatsache, dass der Ligand des cytotoxisch aktiven *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]-Komplexes bei der - für diesen Mechanismus notwendigen - Abspaltung durch Oxidation seine cytotoxischen Eigenschaften verlieren würde, als eher unwahrscheinlich.

## **Teil III.**

### **Experimenteller Teil**

# 6. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren

## 6.1. Reaktionsdurchführung

Die Darstellung der Alkoxypolyfluorbenzoesäuren erfolgte analog zur Synthese der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxybenzoesäure nach J. Burdon, W. B. Hollyhead und J. C. Tatlow [13] durch Reaktion von Pentafluorbenzoesäure mit dem entsprechenden Natrium-Alkoholat.

Neben den verwendeten Natrium-Alkoholaten wurden das stöchiometrische Verhältnis von Säure zu Alkoholat, der Trocknungsgrad des Alkohols und die Reaktionszeit variiert. Des Weiteren wurde in einer Reaktion das Kaliumsalz der Pentafluorbenzoesäure anstelle der Säure selbst umgesetzt.

Natrium wurde - teilweise unter leichtem Erwärmen (1- und 2-Propanol, 1-Butanol) - im jeweiligen Alkohol aufgelöst. Nach Zugabe der Pentafluorbenzoesäure bzw. des -benzoates wurde das Reaktionsgemisch für 18 bis 36 Stunden erhitzt und anschließend - nach Abkühlen - in das doppelte Volumen Wasser gegeben. Mit verdünnter Salzsäure wurde auf pH 2 angesäuert, und das Produkt mit 200 ml (Reaktion 1, 3, 5, 6, 9, 10), bzw. 800 ml (Reaktion 2, 4, 7, 8, 11) Diethylether extrahiert. Nach dem Trocknen über wasserfreiem Natriumsulfat wurde das Lösungsmittel unter Vakuum entfernt.

Umkristallisation der Rohprodukte aus heissem Toluol (im Falle von 3,5,6-Trifluor-2,4-bis(2-propoxy)-benzoesäure Diethylether (25°C)) führte - mit Ausnahme von Reaktion 8, 9 und 11 - zu den gewünschten reinen Produkten. Die Produkte aus Reaktion 9 und 11 konnten nicht durch Umkristallisation voneinander getrennt werden. Im Fall von Reaktion 8 konnte das Produkt bis zu 90 % aufgereinigt werden, deshalb wurde die Ausbeute dieser Reaktion in Tabelle 6.1 in Klammern angegeben.

Tabelle 6.1.: Eingesetzte Mengen, Reaktionsbedingungen und Ausbeuten

Reaktion	Produkt	Edukt	$n_{\text{Ed}}$ [mmol]	$n_{\text{Na}}$ [mmol]	$n_{\text{Na}:n_{\text{Ed}}}$	Alkohol	V [ml]	t [h]	T [°C]	Ausbeute [%]
BHT*	4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	9,62	22,50	2,34	MeOH	50	36	65	70
1	4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	11,03	40,89	3,71	MeOH (0,1% H <sub>2</sub> O)	50	36	65	71
2	4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	47,47	109,18	2,30	MeOH (absolut)**	250	36	65	74
3	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	12,59	31,32	2,49	EtOH (0,2% H <sub>2</sub> O)	50	36	78	52
4	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	51,63	118,75	2,30	EtOH (absolut)**	250	36	78	61
5	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	14,14	28,27	2,00	EtOH (absolut)**	50	24	78	60
6	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	4,78	4,78	1,00	EtOH (absolut)**	50	18	78	63
7	2,4-(EtO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	43,99	167,90	3,82	EtOH (0,2% H <sub>2</sub> O)	200	36	78	64
8	4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	52,20	120,05	2,30	1-HOPr (absolut)**	250	36	97	(52)
9	4-iPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	8,72	23,49	2,69	2-HOPr (0,2% H <sub>2</sub> O)	50	36	82	–
10	2,4-(iPr) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	11,03	43,50	3,94	2-HOPr (0,2% H <sub>2</sub> O)	50	36	82	56
11	4-nBuOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	51,63	118,75	2,30	1-HOBu (absolut)**	250	36	110	–

\* Die mit BHT gekennzeichnete Zeile gibt die von J. Burdon, W. B. Hollyhead und J. C. Tatlow [13] angegebenen Daten wieder.

\*\* Die absolutierten Alkohole wurden durch Reaktion mit Natrium und anschließender Destillation unter Stickstoffatmosphäre erhalten.



Anhand des Rohproduktes von Reaktion 7 konnte zudem gezeigt werden, dass eine Aufreinigung des Produktes durch Sublimation (ca. 60°C, Ölpumpenvakuum) möglich ist. Hierbei sublimierte ein Gemisch der 4- und 2,4-substituierten Produkte mit erhöhtem monosubstituierten Produktanteil, so dass das gewünschte zweifach substituierte Produkt rein aus der Vorlage erhalten werden konnte. Eine präzisere Einstellen der Temperatur und des Vakuums sowie die exakte Bestimmung des verwendeten Druckes war nicht möglich.

Die eingesetzten Mengen, Reaktionsbedingungen und Ausbeuten der durchgeführten Reaktionen sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst.

## 6.2. Charakterisierung der isolierten Hauptprodukte

Die isolierten Hauptprodukte der Reaktionen wurden anhand von Einkristall-,  $^{19}\text{F}$ -,  $^1\text{H}$ -NMR- und IR-Daten charakterisiert.

### 6.2.1. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxy-benzoesäure 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

#### Röntgenographische Charakterisierung von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

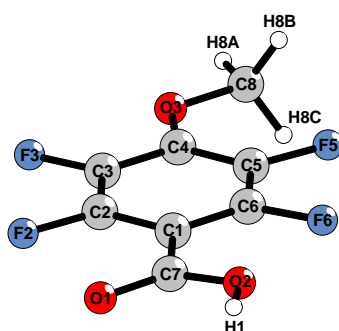


Abbildung 6.1.: Molekülstruktur von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Toluol erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Eine höhere Symmetrie konnte durch

das Programm Platon [54] nicht bestimmt werden. Auf eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des geringen Absorptionskoeffizienten verzichtet. Tabelle 6.3 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 12.1 und 12.2 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 6.2 vor.

Tabelle 6.2.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O1-C7	125,2(2)	O1-C7-O2	123,30(15)	C2-C1-C7-O1	-4,3(2)
O2-C7	127,3(2)	O1-C7-C1	119,58(15)	C6-C1-C7-O1	176,6(2)
O3-C4	135,2(2)	O2-C7-C1	117,12(16)	C2-C1-C7-O2	175,3(2)
O3-C8	145,5(2)	O3-C4-C3	115,75(15)	C6-C1-C7-O2	-3,8(2)
		O3-C4-C5	127,97(16)	C8-O3-C4-C3	177,1(1)
		C4-O3-C8	120,13(14)	C8-O3-C4-C5	-2,3(3)

Tabelle 6.3.: Kristallographische Daten von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Kristallgestalt	farblose Plättchen	
Kristallgröße [mm]	0,40 x 0,30 x 0,10	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 424,50(2)	$\alpha$ = 72,274(2)
	b = 813,18(3)	$\beta$ = 85,198(2)
	c = 1233,05(7)	$\gamma$ = 77,294(4)
Zellvolumen [ $10^6$ pm <sup>3</sup> ]	395,44(3)	
Empirische Formel	C <sub>8</sub> H <sub>4</sub> F <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	
Molmasse [g/mol]	224,11	
Zahl der Formeleinheiten	2	
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,882	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,201	
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD	
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda$ = 71,07 pm)	
Messtemperatur [K]	123(2)	
Messbereich	9,84° < 2 $\theta$ < 51,92°	
Indexbereich	-4 ≤ h ≤ 5, -10 ≤ k ≤ 10, -15 ≤ l ≤ 15	
F(000)	224	
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren	
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]	
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]	
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]	
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]	
Absorptionskorrektur	keine	

Zahl der gemessenen Reflexe	6758		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	1541		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1068		
Verfeinerte Parameter	152		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	0,330/-0,292		
$R_{\text{int}}$	0,0511	$R_{\sigma}$	0,0381
Goodness of fit	0,971		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0391	R1 (alle Daten)	0,0618
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0988	wR2 (alle Daten)	0,1097

### NMR-spektroskopische Daten von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B/C	4,20	t	3H	$^5J(\text{H8A/B/C} - \text{F3/5}) = 1,76$
F2/6	-141,47	m	2F	
F3/5	-158,25	m	2F	

d<sub>6</sub>-Aceton, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard

Literaturdaten: <sup>1</sup>H-NMR 4,15, t, 3H mit <sup>5</sup>J = 1,8 Hz [13]

### IR-spektroskopische Daten von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 1703 vs, 1645 vs, 1583 m, 1520 vs, 1487 vs, 1445 s, 1418 vs, 1311 vs, 1252 vs, 1202 s, 1132 vs, 1072 m, 1014 vs, 966 vs, 908 s, 893 s, 837 sh, 798 m, 791 m, 723 vs, 579 m, 546 vw, 496 w, 463 m und 444 m.

Literaturdaten [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität [19]: 1706 vs (br), 1643 s, 1632 w, 1581 m, 1518 s, 1483 vs (br), 1441 sh (br), 1416 s (br), 1308 s, 1249 vs (br), 1199 m, 1130 s, 1011 s (br), 962 m, 909 w (br), 889 w, 797 m, 788 m, 720 vs, 577 w, 495 w, 457 m und 442 m.

### 6.2.2. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy-benzoesäure 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

#### Röntgenographische Charakterisierung von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H · 0,5 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Toluol erhalten und aus der Mutterlauge in eine Kapillare präpariert, da außerhalb

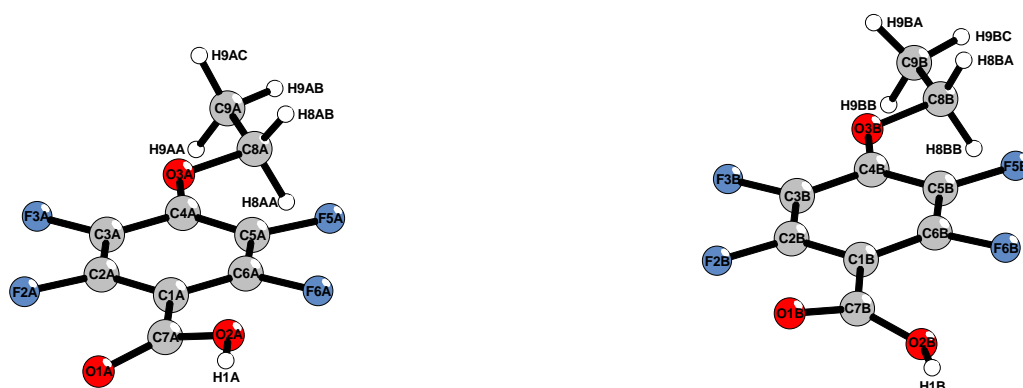


Abbildung 6.2.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H-Moleküle A und B

der Mutterlauge innerhalb weniger Sekunden Zersetzung der Kristalle unter Toluolverlust erfolgte. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Eine höhere Symmetrie konnte durch das Programm Platon [54] nicht bestimmt werden. Die Wasserstofflagen des Toluolmoleküls wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Auf eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des geringen Absorptionskoeffizienten verzichtet. Tabelle 6.6 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 12.3, 12.4 und 12.5 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 6.5 vor.

Tabelle 6.5.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O1A-C7A	125,7(4)	O1A-C7A-O2A	123,4(3)	C2A-C1A-C7A-O1A	-16,1(5)
O2A-C7A	127,0(4)	O1A-C7A-C1A	119,0(3)	C6A-C1A-C7A-O1A	163,9(3)
O3A-C4A	134,1(4)	O2A-C7A-C1A	117,5(3)	C2A-C1A-C7A-O2A	163,0(3)
O3A-C8A	146,4(4)	O3A-C4A-C3A	115,8(3)	C6A-C1A-C7A-O2A	-17,0(5)
O1B-C7B	126,9(4)	O3A-C4A-C5A	128,4(3)	C8A-O3A-C4A-C3A	-179,8(3)
O2B-C7B	126,8(4)	C4A-O3A-C8A	120,5(2)	C8A-O3A-C4A-C5A	1,2(5)
O3B-C4B	134,5(4)	O3A-C8A-C9A	106,2(3)	C2A-C3A-C4A-O3A	-179,8(3)
O3B-C8B	145,0(4)	O1B-C7B-O2B	123,1(3)	O3A-C4A-C5A-C6A	-179,3(3)
C8A-C9A	150,1(5)	O1B-C7B-C1B	119,0(3)	C4A-O3A-C8A-C9A	179,9(3)
C8B-C9B	150,2(5)	O2B-C7B-C1B	117,9(3)	C2B-C1B-C7B-O1B	19,9(5)
		O3B-C4B-C3B	115,6(3)	C6B-C1B-C7B-O1B	-161,7(3)
		O3B-C4B-C5B	128,3(3)	C2B-C1B-C7B-O2B	-159,8(3)

Abstände [pm]	Winkel [°]	Torsionswinkel [°]
C4B-O3B-C8B	120,8(2)	C6B-C1B-C7B-O2B 18,6(5)
O3B-C8B-C9B	106,6(3)	C8B-O3B-C4B-C3B 179,6(3)
		C8B-O3B-C4B-C5B -0,2(5)
		C2B-C3B-C4B-O3B -179,4(3)
		O3B-C4B-C5B-C6B 178,4(3)
		C4B-O3B-C8B-C9B -175,9(3)

Tabelle 6.6.: Kristallographische Daten von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Kristallgestalt	farblose Nadeln		
Kristallgröße [mm]	0,65 x 0,20 x 0,10		
Kristallsystem	triklin		
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 720,65(3)	$\alpha$ = 103,809(1)	
	b = 1041,04(4)	$\beta$ = 91,115(2)	
	c = 1642,27(8)	$\gamma$ = 100,797(4)	
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1172,62(9)		
Empirische Formel	2 C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> F <sub>4</sub> O <sub>3</sub> · C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>		
Molmasse [g/mol]	568,41		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,610		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,155		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda$ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	2,56° < 2 $\theta$ < 50,00°		
Indexbereich	-8 ≤ h ≤ 8, -12 ≤ k ≤ 12, -19 ≤ l ≤ 19		
F(000)	580		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	14613		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	4114		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	2459		
Verfeinerte Parameter	401		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,351/-0,261		
R <sub>int</sub>	0,0845	R $\sigma$	0,0677
Goodness of fit	1,024		
R1 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,0557	R1 (alle Daten)	0,1071
wR2 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,1270	wR2 (alle Daten)	0,1547

**NMR-spektroskopische Daten von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,45	qt	2H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,03$ $^5J(\text{H8A/B} - \text{F3/5}) = 1,12$
H9A/B/C	1,42	tt	3H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,03$ $^6J(\text{H9A/B/C} - \text{F3/5}) = 1,12$
F2/6	-141,51	m	2F	
F3/5	-157,51	m	2F	

d<sub>6</sub>-Aceton, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard

Literaturdaten: <sup>1</sup>H-NMR 4,47, q, 2H mit <sup>3</sup>J 7,3 Hz; 1,48, t, 3H

<sup>19</sup>F-NMR -141,0, m, 2F und -157,4, m, 2F [19]

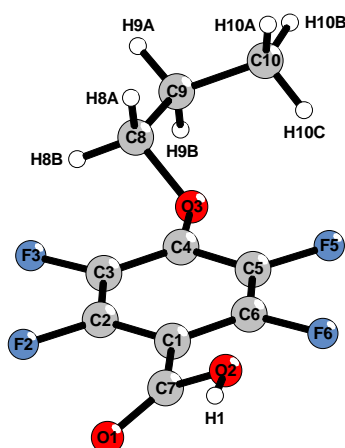
**IR-spektroskopische Daten von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 1701 vs(br), 1645 vs, 1583 m, 1512 vs, 1485 vs, 1421 vs, 1394 vs, 1369 s, 1311 vs, 1252 vs, 1173 w, 1140 vs, 1130 vs, 1109 vs, 1022 vs, 997 vs, 932 s, 912 s, 860 m, 791 m, 723 vs, 498 w, 465 m, 444 w und 426 w.

Literaturdaten [cm<sup>-1</sup>] Intensität [19]: 1705 vs (vbr), 1643 s (br), 1580 m, 1511 s, 1484 vs, 1475 vs, 1439 sh, 1417 s (br), 1391 s (br), 1368 w, 1308 s (br), 1249 vs (br), 1138 s, 1129 s, 1106 s, 1019 s, 992 vs (br), 928 m, 915 sh (vbr), 786 m, 719 vs, 594 w, 460 m, 439 w und 420 w (br).

**6.2.3. 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoesäure 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H****Röntgenographische Charakterisierung von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Toluol erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14) gefunden werden. Auf eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des geringen Absorptionskoeffizienten verzichtet. Tabelle 6.9 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 12.6 und 12.7 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 6.8 vor.

Abbildung 6.3.: Molekülstruktur von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>HTabelle 6.8.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O1-C7	122,8(2)	O1-C7-O2	124,0(2)	C2-C1-C7-O1	-29,7(3)
O2-C7	130,7(2)	O1-C7-C1	121,9(2)	C6-C1-C7-O1	151,7(2)
O3-C4	135,1(3)	O2-C7-C1	114,1(2)	C2-C1-C7-O2	149,6(2)
O3-C8	145,0(3)	O3-C4-C3	125,9(2)	C6-C1-C7-O2	-29,0(3)
C8-C9	150,9(3)	O3-C4-C5	117,6(2)	C8-O3-C4-C3	-44,4(3)
C9-C10	151,6(3)	C4-O3-C8	119,5(2)	C8-O3-C4-C5	139,5(2)
		O3-C8-C9	106,6(2)	O3-C4-C5-C6	176,9(2)
		C8-C9-C10	113,1(2)	O3-C8-C9-C10	56,9(3)
				C4-O3-C8-C9	-165,9(2)

Tabelle 6.9.: Kristallographische Daten von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,10 x 0,30 x 0,10
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 592,00(1) b = 901,16(2)      β = 96,812(1) c = 1883,52(5)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	997,74(4)
Empirische Formel	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> F <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
Molmasse [g/mol]	252,15
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,679
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,170
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD

Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	$5,02^\circ < 2\Theta < 50,00^\circ$		
Indexbereich	$-7 \leq h \leq 7, -10 \leq k \leq 10, -22 \leq l \leq 22$		
F(000)	512		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	7615		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	1736		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1336		
Verfeinerte Parameter	186		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- pm^{-3}$ ]	0,366/-0,354		
R <sub>int</sub>	0,0811	R $_{\sigma}$	0,0501
Goodness of fit	1,035		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0470	R1 (alle Daten)	0,0626
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1177	wR2 (alle Daten)	0,1278

### NMR-spektroskopische Daten von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,35	tt	2H	<sup>3</sup> J(H8A/B – H9A/B) = 6,45 <sup>5</sup> J(H8A/B – F3/5) = 1,23
H9A/B	1,81	m	2H	
H10A/B/C	1,05	t	3H	<sup>3</sup> J(H9A/B – H10A/B/C) = 7,41
F2/6	-141,57	m	2F	
F3/5	-157,55	m	2F	

d<sub>6</sub>-Aceton, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard

### IR-spektroskopische Daten von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

IR [ $cm^{-1}$ ] Intensität: 1707 vs(br), 1649 s, 1585 sh, 1512 vs, 1489 vs, 1425 vs, 1391 vs, 1379 sh, 1350 m, 1315 s, 1250 vs(br), 1151 s, 1136 s, 1055 s, 1007 vs, 968 sh, 953 s, 928 s, 883 m, 825 w, 810 sh, 773 m, 721 s, 698 sh, 654 vw, 501 w, 476 m und 444 w.



### 6.2.4. 3,5,6-Trifluor-2,4-bisethoxy-benzoesäure $2,4-(\text{EtO})_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$

#### Röntgenographische Charakterisierung von $2,4-(\text{EtO})_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$

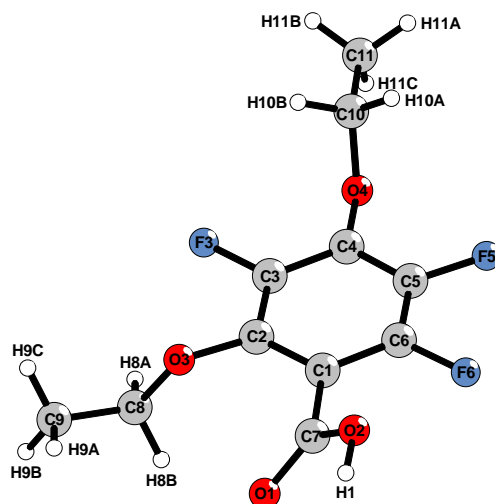


Abbildung 6.4.: Molekülstruktur von  $2,4-(\text{EtO})_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Toluol erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Die Messung erfolgte bei Raumtemperatur, da die Kristalle sich bei 123 K unter Phasenumwandlung zersetzten. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen der Ethoxy-Gruppen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Auf eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des geringen Absorptionskoeffizienten verzichtet. Tabelle 6.12 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 12.8, 12.9 und 12.10 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 6.11 vor.

Tabelle 6.11.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $2,4-(\text{EtO})_2\text{C}_6\text{F}_3\text{CO}_2\text{H}$

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O1-C7	125,5(4)	O1-C7-O2	123,1(3)	C2-C1-C7-O1	42,8(5)
O2-C7	126,2(4)	O1-C7-C1	119,9(3)	C6-C1-C7-O1	-137,0(3)
O3-C2	136,8(4)	O2-C7-C1	117,0(4)	C2-C1-C7-O2	-137,5(3)
O3-C8	144,8(4)	O3-C2-C1	119,7(3)	C6-C1-C7-O2	42,7(5)
O4-C10	132,3(5)	O3-C2-C3	121,2(3)	C8-O3-C2-C1	-111,4(3)

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O4-C4	134,9(4)	O4-C4-C3	121,1(4)	C8-O3-C2-C3	74,4(4)
C8-C9	140,2(6)	O4-C4-C5	122,2(4)	C10-O4-C4-C3	86,3(6)
C10-C11	136,7(6)	C2-O3-C8	116,4(3)	C10-O4-C4-C5	-97,6(6)
		C4-O4-C10	122,2(3)	C2-O3-C8-C9	-173,9(4)
		O3-C8-C9	110,8(4)	C4-O4-C10-C11	-178,1(5)
		O4-C10-C11	121,5(5)		

Tabelle 6.12.: Kristallographische Daten von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Kristallgestalt	farblose Polyeder		
Kristallgröße [mm]	0,15 x 0,15 x 0,1		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 813,21(2) b = 1010,26(4)    β = 100,601(3) c = 1529,96(5)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1235,49(7)		
Empirische Formel	C <sub>11</sub> H <sub>11</sub> F <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		
Molmasse [g/mol]	254,20		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,420		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,135		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	7,40° < 2Θ < 47,00°		
Indexbereich	-9 ≤ h ≤ 9, -11 ≤ k ≤ 11, -16 ≤ l ≤ 17		
F(000)	544		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	19300		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	1812		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	937		
Verfeinerte Parameter	170		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,209/-0,180		
R <sub>int</sub>	0,1005	R <sub>σ</sub>	0,0462
Goodness of fit	1,011		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0525	R1 (alle Daten)	0,1147
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,1437	wR2 (alle Daten)	0,1736

**NMR-spektroskopische Daten von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H10A/B	4,35	qt	2H	$^3J(\text{H10A/B} - \text{H11A/B/C}) = 7,03$ $^5J(\text{H10A/B} - \text{F3/5}) = 0,96$
H11A/B/C	1,40	tt	3H	$^3J(\text{H10A/B} - \text{H11A/B/C}) = 7,03$ $^6J(\text{H11A/B/C} - \text{F3/5}) = 0,53$
H8A/B	4,18	qd	2H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,03$ $^5J(\text{H8A/B} - \text{F3}) = 1,06$
H9A/B/C	1,34	td	3H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,03$ $^6J(\text{H9A/B/C} - \text{F3}) = 0,67$
F6	-144,23	dd	1F	$^3J(\text{F6} - \text{F5}) = 21,67$ $^5J(\text{F6} - \text{F3}) = 10,08$
F3	-149,14	dd	1F	$^5J(\text{F3} - \text{F6}) = 10,08$ $^4J(\text{F3} - \text{F5}) = 2,41$
F5	-158,21	dd	1F	$^3J(\text{F5} - \text{F6}) = 21,67$ $^4J(\text{F5} - \text{F3}) = 2,41$

d<sub>6</sub>-Aceton, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard

$\delta_A$  -138,5, dd,  $^3J(\text{A-X}) = 20,7$  Hz und  $^5J(\text{A-M}) = 11,3$  Hz;

$\delta_M$  -147,3, d,  $^5J(\text{A-M}) = 11,3$  Hz;  $\delta_X$  -155,1, d,  $^3J(\text{A-X}) = 20,7$  Hz [69].

**IR-spektroskopische Daten von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 1703 vs, 1635 s, 1597 w, 1504 s, 1485 vs, 1475 vs, 1443 s, 1423 vs, 1391 s, 1367 s, 1360 s, 1311 s, 1246 vs, 1119 s, 1107 s, 1032 vs, 1016 vs, 993 vs, 930 s, 845 m, 812 w, 770 w, 719 vs, 644 vw, 604 vw, 530 vw, 492 m, 469 w und 409 vw.

### 6.2.5. 3,5,6-Trifluor-2,4-bis(2-propoxy)-benzoesäure 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

#### Röntgenographische Charakterisierung von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

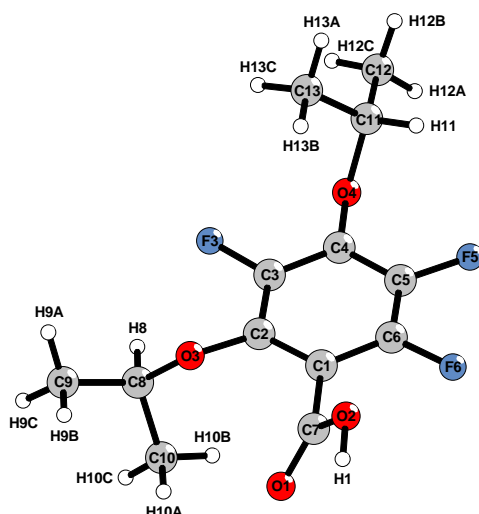


Abbildung 6.5.: Molekülstruktur von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Diethylether erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/a$  (Nr. 14) gefunden werden. Auf eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des geringen Absorptionskoeffizienten verzichtet. Tabelle 6.15 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 12.11 und 12.12 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 6.14 vor.

Tabelle 6.14.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
O1-C7	121,8(2)	O1-C7-O2	124,2(1)	C2-C1-C7-O1	54,8(2)
O2-C7	131,1(2)	O1-C7-C1	122,6(1)	C6-C1-C7-O1	-125,5(2)
O3-C2	136,2(2)	O2-C7-C1	113,3(1)	C2-C1-C7-O2	-126,0(1)
O4-C4	136,2(2)	O3-C2-C1	118,9(1)	C6-C1-C7-O2	53,8(2)
O3-C8	146,9(2)	O3-C2-C3	122,3(1)	C8-O3-C2-C1	-126,2(1)
O4-C11	147,1(2)	C2-O3-C8	117,6(1)	C8-O3-C2-C3	61,6(2)
C8-C9	150,4(2)	O4-C4-C3	120,4(1)	C11-O4-C4-C3	108,0(1)

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
C8-C10	149,9(2)	O4-C4-C5	122,4(1)	C11-O4-C4-C5	-74,6(2)
C11-C12	150,8(2)	C4-O4-C11	115,4(1)	C2-O3-C8-C9	-165,4(1)
C11-C13	150,7(2)	O3-C8-C9	104,9(1)	C2-O3-C8-C10	71,8(2)
		O3-C8-C10	110,3(1)	C4-O4-C11-C12	175,3(1)
		O4-C11-C12	105,3(1)	C4-O4-C11-C13	-62,6(2)
		O4-C11-C13	110,3(1)		
		C10-C8-C9	113,7(1)		
		C13-C11-C12	112,9(1)		

Tabelle 6.15.: Kristallographische Daten von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Kristallgestalt	farblose Polyeder
Kristallgröße [mm]	0,45 x 0,30 x 0,35
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 906,52(2) b = 1601,98(3)     β = 95,463(2) c = 934,85(1)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1351,45(4)
Empirische Formel	C <sub>13</sub> H <sub>15</sub> F <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
Molmasse [g/mol]	292,25
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,436
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,131
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	7,86° < 2Θ < 56,52°
Indexbereich	-12 ≤ h ≤ 12, -21 ≤ k ≤ 21, -12 ≤ l ≤ 9
F(000)	608
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	keine
Zahl der gemessenen Reflexe	20301
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	3299
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	2312
Verfeinerte Parameter	241
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,255/-0,222

$R_{\text{int}}$	0,0684	$R_{\sigma}$	0,0413
Goodness of fit	1,026		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0392	R1 (alle Daten)	0,0670
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0922	wR2 (alle Daten)	0,1034

### NMR-spektroskopische Daten von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H11	4,60	sept	1H	<sup>3</sup> J(H11 – H12/13/A/B/C) = 6,17 <sup>5</sup> J(H11 – F3/5) = 0,98
H12/13/A/B/C	1,36	dt	6H	<sup>3</sup> J(H11 – H12/13/A/B/C) = 6,17 <sup>6</sup> J(H12/13/A/B/C – F3/5) = 0,67
H8	4,52	sepd	1H	<sup>3</sup> J(H8 – H9/10/A/B/C) = 6,17 <sup>5</sup> J(H8 – F3) = 1,26
H9/10/A/B/C	1,29	dd	6H	<sup>3</sup> J(H8 – H9/10/A/B/C) = 6,17 <sup>6</sup> J(H9/10/A/B/C – F3) = 0,98
F6	-144,45	dd	1F	<sup>3</sup> J(F6 – F5) = 22,12 <sup>5</sup> J(F6 – F3) = 10,15
F3	-146,51	dd	1F	<sup>5</sup> J(F3 – F6) = 10,15 <sup>4</sup> J(F3 – F5) = 2,14
F5	-157,38	dd	1F	<sup>3</sup> J(F5 – F6) = 22,01 <sup>4</sup> J(F5 – F3) = 2,14

d<sub>6</sub>-Aceton, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard

### IR-spektroskopische Daten von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 1711 vs(br), 1635 s, 1601 m, 1495 vs, 1479 vs, 1456 s, 1418 vs, 1385 vs, 1377 vs, 1338 s, 1306 vs, 1242 vs, 1180 s, 1148 s, 1138 s, 1113 sh, 1097 vs, 1009 vs, 930 vs, 914 s, 897 s, 841 m, 812 m, 795 sh, 762 m, 719 vs, 687 w, 650 w, 602 vw, 505 m, 476 w, 461 w, 442 w und 413 vw.

### Massenspektrometrische Daten von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

m/z	relative Intensität	Zuordnung
607	73	2M + Na <sup>+</sup>
347	100	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
315	65	M + Na <sup>+</sup>

# 7. Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate

## 7.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte

Die Darstellung der Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate erfolgte durch Umsetzen der entsprechenden Polyfluorbenzoesäuren mit Kaliumhydroxid bzw. Thallium(I)-carbonat in Ethanol bzw. Wasser. Nach einstündigem Rückfluss fielen die Produkte beim Abkühlen als mikrokristalline Niederschläge aus. Im Falle der stöchiometrisch angesetzten Reaktionen 1-3, 5, 7 und 8 wurde das Lösungsmittel unter Vakuum entfernt. Bei den Reaktionen 4, 6 und 9 wurden die Niederschläge abfiltriert und die Mutterlauge verworfen. Hierdurch konnten 2-(1-Propoxy)-substituierte Produkte, deren eingesetzte Säuren noch 10% Verunreinigungen aufwiesen, rein erhalten werden. Im Fall der Reaktionen 5 und 8 wurde ein Überschuss an Kaliumhydroxid eingesetzt, da eine genaue Einwaage aufgrund der Reinheit der verwendeten Verbindung (Hygroskopie, Bildung von Carbonaten) nicht möglich war.

Tabelle 7.1.: Darstellung von Kalium- und Thallium(I)polyfluorbenzoaten

	Produkt	Säure	n <sub>Säure</sub> [mmol]	Base	n <sub>Base</sub> [mmol]	Lösungs- mittel	V [ml]	Ausbeute [%]
1	TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	12,04	Tl <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	24,08	H <sub>2</sub> O	100	98
2	TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	3,79	Tl <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	7,58	H <sub>2</sub> O	30	97
3	TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	5,46	Tl <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	10,92	H <sub>2</sub> O	30	97
4	TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	6,01	Tl <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	12,02	H <sub>2</sub> O	15	62
5	TlO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>3</sub> (OEt) <sub>2</sub>	2,4-(EtO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	2,02	Tl <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	4,04	H <sub>2</sub> O	25	96
6	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	HO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	21,07	KOH	24,22	EtOH	100	83
7	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	6,77	KOH	6,77	EtOH	20	95
8	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	4-EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	6,95	KOH	6,95	EtOH	20	97
9	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	6,94	KOH	8,33	EtOH	15	59

Die Produkte wurden anhand von  $^{19}\text{F}$ -,  $^1\text{H}$ -NMR- und IR-Daten charakterisiert. Im Fall von Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat war zusätzlich eine röntgenographische Strukturbestimmung möglich. Die analytischen Daten sind in den - der Reaktionsnummer entsprechenden - Unterkapiteln aufgeführt.

### 7.1.1. Thallium(I)-pentafluorbenzoat $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

#### NMR-spektroskopische Daten von $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
F2/6	-144,70	m	2F	
F4	-156,35	tt	1F	$^3\text{J}(\text{F4} - \text{F3/5}) = 20,73$ $^4\text{J}(\text{F4} - \text{F3/5}) = 1,52$
F3/5	-162,48	m	2F	

$\text{D}_2\text{O}$ , interner TMSP-Standard, externer  $\text{CFCl}_3$ -Standard in  $\text{CDCl}_3$

#### IR-spektroskopische Daten von $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 1649 s, 1610 s, 1566 vs(br), 1527 vs, 1473 vs, 1445 m, 1387 vs(br), 1302 m, 1119 s, 991 vs, 924 m, 822 m, 756 s, 704 w, 613 w, 505 w und 451 w.

Literaturdaten [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität [52]: 1649 m, 1564 vs(br), 1528 vs, 1472 vs, 1380 m, 1303 m, 1119 s, 993 vs, 823 m, 754 s, 705 w, 613 w, 530 w(br), 508 w und 449 w.

### 7.1.2. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

#### Röntgenographische Charakterisierung von $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch langsames Abkühlen der wässrigen Mutterlauge erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] verbesserte die R-Werte erheblich und ermöglichte die Berechnung der Wasserstoffatome. Tabelle 7.5 gibt eine



Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 13.1 und 13.2 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel liegen in Tabelle 7.4 vor.

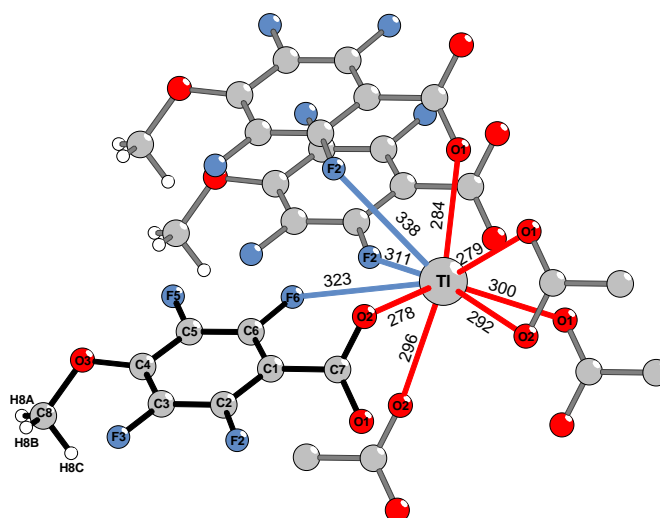


Abbildung 7.1.: Koordinationssphäre des Thalliums in  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Tabelle 7.3.: Mögliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

C-H $\cdots$ F	C-H [pm]	H $\cdots$ F [pm]	C $\cdots$ F [pm]	Winkel(CHF)[ $^\circ$ ]
C8-H8B $\cdots$ F3	88(11)	251(11)	286,1(9)	105(8)
C8-H8C $\cdots$ F3	98(7)	248(7)	340,5(8)	156(5)
C8-H8C $\cdots$ F5	98(7)	254(7)	286,1(9)	99(4)
C8-H8A $\cdots$ F5	90(9)	282(9)	370,1(9)	167(6)
C8-H8C $\cdots$ F5	98(7)	286(7)	363,5(8)	136(5)

Tabelle 7.4.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Abstände [pm]		Winkel [ $^\circ$ ]		Torsionswinkel [ $^\circ$ ]	
Tl-O1	279,0(4)	Tl-Tl-Tl	180,0	C2-C1-C7-O1	42,8(8)
Tl-O1	284,1(4)	O2-Tl-O1	89,9(1)	C2-C1-C7-O2	-134,9(6)
Tl-O2	278,0(4)	C7-O1-Tl	95,2(4)	O1-C7-O2-Tl	83,9(7)
Tl-O2	291,7(4)	C7-O2-Tl	116,2(4)	O2-C7-O1-Tl	24,1(7)
Tl-F2	311,0(4)	O1-C7-O2	125,1(6)	C1-C7-O1-Tl	-153,3(5)
Tl-F6	323,1(4)	O1-C7-C1	118,5(5)	C1-C7-O2-Tl	-98,6(5)
Tl-F6	337,5(4)	O2-C7-C1	116,4(5)	C5-C4-O3-C8	139,7(6)
Tl-Tl	373,10	C4-O3-C8	118,8(5)	C3-C4-O3-C8	-43,5(8)
O1-C7	124,8(7)				
O2-C7	126,7(7)				
O3-C8	145,2(8)				

Tabelle 7.5.: Kristallographische Daten von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$ 

Kristallgestalt	farblose Nadeln		
Kristallgröße [mm]	0,31 x 0,10 x 0,07		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 373,100(5)	b = 3538,08(4)	$\beta = 92,0877(8)$
	c = 667,32(1)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	880,32(2)		
Empirische Formel	C <sub>8</sub> H <sub>3</sub> F <sub>4</sub> O <sub>3</sub> Tl		
Molmasse [g/mol]	427,47		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	3,225		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	18,401		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub><math>\alpha</math></sub> (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	7,02° < 2 $\Theta$ < 49,98°		
Indexbereich	-4 ≤ h ≤ 4, -40 ≤ k ≤ 41, -7 ≤ l ≤ 7		
F(000)	768		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	7991		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	1515		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	1482		
Verfeinerte Parameter	157		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,187/-1,290		
R <sub>int</sub>	0,0626	R <sub><math>\sigma</math></sub>	0,0296
Goodness of fit	1,213		
R1 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,0236	R1 (alle Daten)	0,0244
wR2 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,0641	wR2 (alle Daten)	0,0647

**NMR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B/C	4,10	t	3H	$^5J(\text{H8A/B/C} - \text{F3/5}) = 1,33$
F2/6	-146,02	m	2F	
F3/5	-158,23	m	2F	

D<sub>2</sub>O, interner TMSP-Standard, externer CFCl<sub>3</sub>-Standard in CDCl<sub>3</sub>

Literaturdaten: D<sub>2</sub>O, <sup>19</sup>F-NMR -145,5, dd, 2F und -157,7, dd, 2F [52]

**IR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2970 m, 1645 vs, 1618 vs, 1558 vs(br), 1508 vs, 1468 vs, 1439 s, 1379 vs(br), 1283 vs, 1196 s, 1128 vs, 1117 vs, 991 vs, 966 vs, 895 s, 824 s, 750 vs, 714 m, 638 m, 575 w, 500 m, 461 w und 405 w. Literaturdaten [cm<sup>-1</sup>] Intensität [52]:

2978 w, 1645 s, 1560 vs(br), 1507 vs, 1478 vs, 1438 m, 1377 vs(br), 1280 s, 1194 m, 1129 vs, 1116 s, 992 vs, 966 m, 896 w, 824 s, 751 vs, 723 sh, 638 w, 499 w und 459 w.

**7.1.3. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-benzoat TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt****NMR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,37	qt	2H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$ $^5J(\text{H8A/B} - \text{F3/5}) = 0,85$
H9A/B/C	1,39	tt	3H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$ $^6J(\text{H9A/B/C} - \text{F3/5}) = 0,85$
F2/6	-145,87	m	2F	
F3/5	-157,23	m	2F	

D<sub>2</sub>O, interner TMSP-Standard, externer CFCl<sub>3</sub>-Standard in CDCl<sub>3</sub>

**IR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3001 m, 2916 w, 1647 s, 1607 vs, 1562 vs(br), 1500 vs, 1468 vs, 1379 vs(br), 1279 vs, 1134 vs, 1117 vs, 1105 vs, 1018 vs, 984 vs, 933 s, 856 m, 822 s, 808 m, 750 vs, 717 m, 652 m, 602 w, 500 m, 465 m, 442 w und 428 w.

### 7.1.4. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoat TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr

#### NMR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,28	tt	2H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B}) = 6,55$ $^5J(\text{H8A/B} - \text{F3/5}) = 0,91$
H9A/B	1,81	m	2H	
H10A/B/C	1,01	t	3H	$^3J(\text{H9A/B} - \text{H10A/B/C}) = 7,35$
F2/6	-146,02	m	2F	
F3/5	-157,42	m	2F	

D<sub>2</sub>O, interner TMSP-Standard, externer CFCl<sub>3</sub>-Standard in CDCl<sub>3</sub>

#### IR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2966 m, 2937 w, 2879 w, 1645 s, 1618 vs, 1601 vs, 1558 s, 1508 s, 1468 vs, 1400 s, 1375 vs, 1283 s, 1128 s(br), 1055 m, 1038 m, 987 vs, 951 m, 899 w, 833 vw, 822 m, 756 s, 648 vw, 611 vw, 503 vw und 451 vw.

### 7.1.5. Thallium(I)-3,5,6-trifluor-2,4-bisethoxy-benzoat TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>3</sub>(EtO)<sub>2</sub>

#### NMR-spektroskopische Daten von TIO<sub>2</sub>CC<sub>6</sub>F<sub>3</sub>(EtO)<sub>2</sub>

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,17	qd	2H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$ $^5J(\text{H8A/B} - \text{F3}) = 0,64$
H9A/B/C	1,32	td	3H	$^3J(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$ $^6J(\text{H9A/B/C} - \text{F3}) = 0,64$
H10A/B	4,31	qt	2H	$^3J(\text{H10A/B} - \text{H11A/B/C}) = 7,09$ $^5J(\text{H10A/B} - \text{F3/5}) = 0,64$
H11A/B/C	1,38	tt	3H	$^3J(\text{H10A/B} - \text{H11A/B/C}) = 7,09$ $^6J(\text{H11A/B/C} - \text{F3/5}) = 0,64$
F6	-147,47	dd	1F	$^3J(\text{F5} - \text{F6}) = 23,43$ $^5J(\text{F3} - \text{F6}) = 10,35$
F3	-150,15	d	1F	$^5J(\text{F3} - \text{F6}) = 10,35$
F5	-157,35	d	1F	$^3J(\text{F5} - \text{F6}) = 23,43$

D<sub>2</sub>O, interner TMSP-Standard, externer CFCl<sub>3</sub>-Standard in CDCl<sub>3</sub>

### 7.1.6. Kalium-pentafluorbenzoat $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

#### NMR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
F2/6	-144,72	m	2F	
F4	-156,38	tt	1F	$^3\text{J}(\text{F4} - \text{F3/5}) = 20,60$ $^4\text{J}(\text{F4} - \text{F3/5}) = 1,53$
F3/5	-162,51	m	2F	

$\text{D}_2\text{O}$ , interner TMS-Standard, externer  $\text{CFCl}_3$ -Standard in  $\text{CDCl}_3$

#### IR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 1651 vs, 1626 sh, 1610 vs, 1583 s, 1529 vs, 1475 vs, 1412 s, 1391 vs, 1383 sh, 1302 s, 1136 m, 1113 vs, 986 vs, 924 w, 829 s, 824 sh, 760 vs, 710 sh, 702 m, 623 w, 505 w, 461 w und 444 w.

### 7.1.7. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

#### NMR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B/C	4,09	t	3H	$^5\text{J}(\text{H8A/B/C} - \text{F3/5}) = 1,39$
F2/6	-145,81	m	2F	
F3/5	-158,27	m	2F	

$\text{D}_2\text{O}$ , interner TMS-Standard, externer  $\text{CFCl}_3$ -Standard in  $\text{CDCl}_3$

#### IR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 2966 m, 1645 vs, 1620 br(vs), 1601 sh, 1508 vs, 1475 sh, 1468 vs, 1435 m, 1414 sh, 1402 s, 1377 vs, 1365 sh, 1284 s, 1196 m, 1124 vs, 989 vs, 964 vs, 895 m, 822 m, 775 sh, 758 s, 727 m, 638 w, 576 w, 536 br, 503 w, 465 vw, 451 w und 405 w.

### 7.1.8. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-benzoat $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OEt}$

#### NMR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OEt}$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,36	qt	2H	$^3\text{J}(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$ $^5\text{J}(\text{H8A/B} - \text{F3/5}) = 0,85$
H9A/B/C	1,38	t	3H	$^3\text{J}(\text{H8A/B} - \text{H9A/B/C}) = 7,09$
F2/6	-145,75	m	2F	
F3/5	-157,43	m	2F	

$\text{D}_2\text{O}$ , interner TMS-Standard, externer  $\text{CFCl}_3$ -Standard in  $\text{CDCl}_3$

#### IR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OEt}$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3003 w, 2918 vw, 1647 s, 1618 vs, 1599 vs, 1578 sh, 1500 s, 1468 vs, 1431 w, 1402 s, 1385 s, 1311 sh, 1281 m, 1252 vw, 1171 sh, 1134 s, 1113 s, 1105 m, 1018 s, 982 vs, 932 w, 856 w, 825 w, 810 w, 758 s, 727 m, 656 w, 602 vw, 500 vw, 473 vw, 444 vw und 426 vw.

### 7.1.9. Kalium-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoat $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OnPr}$

#### NMR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OnPr}$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
H8A/B	4,28	tt	2H	$^3\text{J}(\text{H8A/B} - \text{H9A/B}) = 6,55$ $^5\text{J}(\text{H8A/B} - \text{F3/5}) = 0,91$
H9A/B	1,79	m	2H	
H10A/B/C	1,01	t	3H	$^3\text{J}(\text{H9A/B} - \text{H10A/B/C}) = 7,35$
F2/6	-146,03	m	2F	
F3/5	-157,45	m	2F	

$\text{D}_2\text{O}$ , interner TMS-Standard, externer  $\text{CFCl}_3$ -Standard in  $\text{CDCl}_3$

#### IR-spektroskopische Daten von $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OnPr}$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 2970 m, 2939 w, 2880 w, 1647 s, 1618 vs, 1601 vs, 1580 sh, 1510 s, 1468 vs, 1429 w, 1404 s, 1375 vs, 1284 m, 1252 sh, 1155 sh, 1130 s, 1055 w, 1036 m, 987 vs, 974 sh, 949 m, 908 sh, 899 w, 822 m, 775 sh, 758 s, 648 vw, 638 vw, 613 vw, 505 vw und 446 vw.

## 8. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

### 8.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte

Die Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphanliganden wurden nach der Methode von Sanger [26] synthetisiert.

Die luftunempfindlichen zweizähligen Phosphan-Liganden wurden in Dichlormethan gelöst und mit einer wässrigen Lösung von Kaliumtetrachloropalladat(II) bzw. -platinat(II) über Nacht unter Lichtausschluß gerührt. Die rote wässrige Phase wurde hellgelb bis orange, und das Produkt fiel als farblos, gelber bzw. beiger Feststoff aus [26]. Das abfiltrierte Produkt wurde in einer Mischung aus konzentrierter Salzsäure und Ethanol (15 ml : 15 ml) suspendiert und über vier Stunden im Rückfluss erhitzt [28]. Anschließend wurde das mikrokristalline Produkt abfiltriert, mit Wasser und Ethanol gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

Im Fall der Dichloro[ethylen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-Komplexe wurde ein aufgrund der geringen angegebenen Reinheit von achtzig Prozent ein zehnprozentiger Überschuss des Liganden eingesetzt und auf den Reinigungsschritt durch Rückfluss in konzentrierter Salzsäure und Ethanol verzichtet. Die luftempfindlichen Liganden Propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P (depp) und Ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P (dmpe) wurden unter Argonatmosphäre in einem 100 ml Schlenkkolben mit der stöchiometrischen Menge Palladium(II)-chlorid bzw. Kaliumtetrachloroplatinat(II) und trockenem Dichlormethan 24 Stunden gerührt. Die Dichloro[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-Komplexe wurden anschließend in 100 ml Dichlormethan gelöst und durch Filtration über eine Aluminiumoxid-Säule von unlöslichen Rückständen ( $K_2PtCl_4$ ,  $PdCl_2$  und  $KCl$ ) befreit und umkristallisiert.

Tabelle 8.1.: Darstellung von Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphanliganden

	Produkt [mmol]	n <sub>K<sub>2</sub>MCl<sub>4</sub></sub> [mmol]	n <sub>Ligand</sub> [ml]	Wasser/Dichlormethan [%]	Ausbeute	Farbe
1	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppe)]	5,77	5,77	30/40	81	hellgelb
2	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppp)]	6,21	6,21	30/15	93	hellgelb
3	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppb)]	4,92	4,92	30/40	92	hellgelb
4	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppey)]	4,14	4,54	20/23	89	farblos
5	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dppbe)]	3,98	3,98	20/20	77	beige
6	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	2,04*	2,04	0/20	72	farblos
7	<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	2,04*	2,04	0/20	80	farblos
8	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)]	2,57	2,57	20/20	85	farblos
9	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)]	2,04	2,04	10/20	90	farblos
10	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)]	2,42	2,42	10/20	88	farblos
11	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)]	1,80	1,80	10/20	89	farblos
12	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppey)]	4,63	5,04	20/20	97	beige
13	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	2,53	2,53	10/20	72	gelblich
14	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)]	2,27	2,27	0/20	79	farblos
15	<i>cis</i> -[Pt(dmpe) <sub>2</sub> PtCl <sub>4</sub> ]	1,23	1,23	0/20	75	rotbraun

M = Pd, bzw. Pt

\* PdCl<sub>2</sub>

Die beigen Rohprodukte der Dichloro[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]-Komplexe wurden in einer Mischung aus konzentrierter Salzsäure und Ethanol (15 ml : 15 ml) zum Rückfluss erhitzt. Der Palladiumkomplex löste sich hierbei komplett und fiel nach Abkühlen in farblosen Nadeln aus. Der Platinkomplex hingegen wandelte sich zu rotbraunen, auch in der Hitze schlecht löslichen Nadeln um.

Eingesetzte Mengen, Ausbeuten und Details der Reaktionen sind Tabelle 8.1 zu entnehmen.

Die Produkte wurden anhand von IR-Daten und teilweise durch <sup>1</sup>H-, <sup>31</sup>P-NMR und Elektronen-Spray-Massenspektrometrie charakterisiert.

Im Fall von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)], *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)], *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)], *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)], *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppbe)], *cis*-[Pt(dmpe)<sub>2</sub>PtCl<sub>4</sub>], *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)] und *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)] war zusätzlich eine röntgenographische Strukturbestimmung möglich. Die analytischen Daten sind in den - der Reaktionsnummer entsprechenden - Unterkapiteln aufgeführt.



### 8.1.1. **cis-Dichloro[ethan-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppe)]**

#### **IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppe)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3072 sh, 3051 m, 2987 vw, 2949 w, 2912 w, 1585 w, 1572 w, 1483 m, 1435 vs, 1408 m, 1381 sh, 1337 m, 1310 m, 1275 w, 1238 w, 1186 m, 1161 m, 1103 vs, 1070 m, 1026 m, 997 m, 976 w, 878 m, 818 s, 748 s, 717 vs, 706 vs, 689 vs, 656 m, 615 w, 530 vs, 484 s, 442 m und 432 sh.

### 8.1.2. **cis-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppp)]**

#### **IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3053 m, 3022 vw, 2989 vw, 2926 w, 2897 w, 2868 vw, 1622 m, 1587 m, 1572 w, 1483 m, 1448 sh, 1435 vs, 1416 m, 1400 m, 1337 w, 1311 m, 1273 m, 1188 m, 1159 m, 1103 vs, 1074 m, 1053 m, 1026 m, 999 m, 974 m, 949 sh, 920 w, 854 w, 835 m, 789 s, 744 s, 725 m, 704 s, 692 vs, 667 s, 615 w, 530 m, 513 vs, 500 s, 482 m, 432 m und 420 m.

### 8.1.3. **cis-Dichloro[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppb)]**

#### **IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppb)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3078 vw, 3053 m, 3009 vw, 2989 vw, 2951 vw, 2924 m, 2858 w, 1587 vw, 1572 w, 1483 m, 1435 vs, 1408 w, 1358 w, 1335 w, 1311 m, 1294 w, 1281 w, 1265 w, 1230 m, 1219 w, 1188 w, 1159 w, 1142 w, 1117 sh, 1101 s, 1070 m, 1028 w, 997 m, 978 w, 906 s, 789 m, 764 m, 744 vs, 719 m, 696 vs(br), 675 m, 660 s, 530 vs, 500 vs, 478 m, 467 m, 440 m und 432 m.

#### 8.1.4. **cis-Dichloro[ethylen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppey)]**

##### **IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dppey)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 1585 w, 1574 w, 1483 m, 1436 vs, 1383 w(br), 1334 w, 1308 w, 1273 w, 1186 m, 1161 w, 1103 vs, 1069 w, 1026 w, 999 m, 971 w, 791 w, 770 s, 752 s, 743 m, 729 s, 702 s, 687 s, 561 vs, 536 m, 513 w, 474 m, 451 m und 419 w.

#### 8.1.5. **cis-Dichloro[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>](dppbe)]**

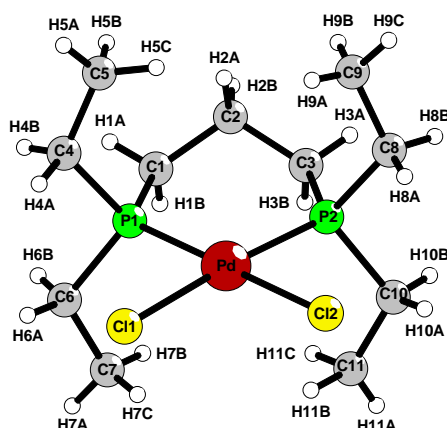
##### **IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>](dppbe)]**

3078 vw, 3053 w, 3039 vw, 1584 w, 1572 w, 1481 m, 1454 w, 1435 vs, 1423 sh, 1335 w, 1310 m, 1252 w, 1184 w, 1164 w, 1117 m, 1101 vs, 1072 w, 1049 w, 1024 w, 997 m, 775 m, 760 m, 748 s, 743 s, 735 sh, 716 s, 689 vs, 673 s, 617 w, 559 vs, 532 vs, 505 vs, 492 s und 461 m.

#### 8.1.6. **cis-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]**

##### **Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, quaderförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Dichlormethan erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der orthorhombischen, azentrischen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub> (Nr. 19) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 8.4 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.1 und 14.2 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)] und *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(depp)] liegen in Tabelle 8.3 vor.

Abbildung 8.1.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]Tabelle 8.2.: Intramolekulare C-H...Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in der Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)] und *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]

	C-H...Cl	C-H [pm]	H...Cl [pm]	C...Cl [pm]	Winkel(CHCl)[°]
PddeppCl <sub>2</sub>	C4-H4A...Cl1	104(6)	296(5)	356,8(4)	118(4)
	C6-H6A...Cl1	107(4)	293(4)	343,4(4)	109(2)
	C8-H8A...Cl2	92(4)	284(3)	343,9(3)	124(2)
	C10-H10A...Cl2	99(4)	293(4)	342,8(4)	112(3)
PtdeppCl <sub>2</sub>	C4-H4A...Cl1	108(6)	272(5)	345,1(6)	125(3)
	C6-H6A...Cl1	107(6)	271(6)	344,4(6)	125(4)
	C8-H8A...Cl2	106(7)	302(6)	356,9(6)	113(4)
	C10-H10A...Cl2	97(5)	298(4)	346,8(5)	113(3)

Tabelle 8.3.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)] und *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]

Abstände [pm]			Winkel [°]			Torsionswinkel [°]	
M =	Pd	Pt		Pd	Pt	Pd	Pt
M-Cl1	238,38(7)	239,0(1)	Cl1-M-P1	87,64(3)	86,38(4)	M-P1-C1-C2	-34,8(3) -34,7(5)
M-Cl2	238,97(8)	238,4(1)	P1-M-P2	95,32(3)	96,78(4)	M-P2-C3-C2	34,4(3) 34,8(4)
M-P1	224,88(8)	223,2(1)	P2-M-Cl2	86,15(3)	87,96(4)	M-P1-C6-C7	-51,8(3) -47,2(5)
M-P2	224,67(7)	223,9(1)	Cl2-M-Cl1	90,93(3)	88,92(4)	M-P2-C10-C11	46,5(4) 52,2(5)
P1-C1	182,9(3)	183,1(5)	P1-M-Cl2	178,22(3)	174,68(4)		
P1-C4	182,2(3)	182,8(5)	P2-M-Cl1	175,99(3)	176,68(4)		
P1-C6	182,4(3)	182,6(6)					
P2-C3	182,5(3)	183,4(5)					
P2-C8	181,8(3)	182,4(5)					
P2-C10	182,6(4)	183,4(6)					

Abstände [pm]			Winkel [°]	Torsionswinkel [°]
C1-C2	153,4(5)	153,0(8)		
C2-C3	151,4(5)	153,0(8)		
C4-C5	151,0(6)	149,8(9)		
C6-C7	150,7(6)	151(1)		
C8-C9	150,7(6)	153(1)		
C10-C11	150,5(6)	151,0(8)		

Tabelle 8.4.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Kristallgestalt	farblose Quarder
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,30 x 0,10
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> (Nr. 19)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 898,3(1) b = 1335,4(2) c = 1371,5(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1645,2(4)
Empirische Formel	C <sub>11</sub> H <sub>26</sub> Cl <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	397,56
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,605
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,624
Messgerät	IPDS I
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	5,42° < 2Θ < 50,00°
Indexbereich	-10 ≤ h ≤ 10, -14 ≤ k ≤ 14, -16 ≤ l ≤ 16
F(000)	808
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	14848
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2781
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	2649
Verfeinerte Parameter	249
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,249/-0,474

R <sub>int</sub>	0,0303	R <sub>σ</sub>	0,0202
Goodness of fit	1,014		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0163	R1 (alle Daten)	0,0181
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0359	wR2 (alle Daten)	0,0362
Flack-x-Parameter	-0,02(2)		

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration
CH <sub>2</sub>	2,62-2,40	m	4H
CH <sub>2</sub>	2,15-1,98	m	2H
CH <sub>2</sub>	1,97-1,80	m	4H
CH <sub>2</sub>	1,71-1,58	m	4H
CH <sub>3</sub>	1,38-1,18	m	12H
P1/2	24,54	s	2P

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
819	10	2M + Na <sup>+</sup>
759	100	2M - Cl <sup>-</sup>
453	3	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
421	50	M + Na <sup>+</sup>
393	78	M - Cl <sup>-</sup> + MeOH
361	55	M - Cl <sup>-</sup>

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2986 s, 2951 m, 2943 m, 2920 m, 2899 m, 2874 m, 1464 s, 1414 m, 1420 m, 1375 m, 1344 w, 1310 w, 1286 w, 1267 sh, 1246 m, 1157 s, 1113 m, 1055 m, 1034 vs, 1016 m, 999 w, 982 w, 964 w, 918 w, 843 m, 800 s, 768 vs, 735 m, 712 vs, 690 s, 658 s, 636 m, 471 w und 403 w.

### 8.1.7. *cis*-Dichloro[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P]-palladium(II), *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

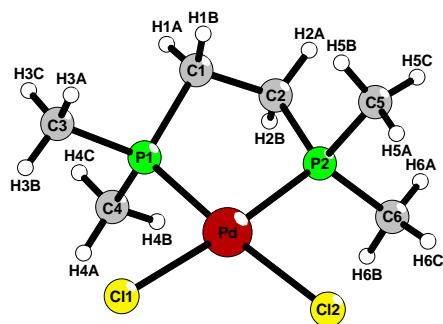


Abbildung 8.2.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Abkühlen der Salzsäure-Ethanol-Lösung erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, innenzentrierten, azentrischen Raumgruppe *I* a (Nr. 9) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.9 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.3, 14.4 und 14.5 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)] liegen in Tabelle 8.8 vor.

Tabelle 8.7.: C-H $\cdots$ Cl-Abstände in *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

C-H $\cdots$ Cl	C-H [pm]	H $\cdots$ Cl [pm]	C $\cdots$ Cl [pm]	Winkel(CHCl)[°]
C1-H1A $\cdots$ Cl2	97	284	363,0(6)	139,3
C4-H4B $\cdots$ Cl2	96	284	379(1)	172,0
C5-H5B $\cdots$ Cl2	96	279	374,2(7)	172,3

Tabelle 8.8.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-Cl1	238,8(2)	Cl1-Pd-P1	91,25(7)	Cl1-Pd-P1-C1	158,4(2)
Pd-Cl2	238,4(2)	P1-Pd-P2	84,80(7)	Cl1-Pd-P1-C3	36,7(4)
Pd-P1	222,6(2)	P2-Pd-Cl2	88,45(7)	Cl1-Pd-P1-C4	-85,7(3)
Pd-P2	222,8(2)	Cl2-Pd-Cl1	95,65(8)	Cl2-Pd-P1-C1	-47,1(7)
P1-C1	182,8(7)	P1-Pd-Cl2	172,35(7)	Cl2-Pd-P1-C3	-168,8(7)
P1-C3	179,2(8)	P2-Pd-Cl1	175,25(7)	Cl2-Pd-P1-C4	68,9(7)
P1-C4	179,8(7)			P2-Pd-P1-C1	-19,0(2)
P2-C2	184,7(7)			P2-Pd-P1-C3	-140,7(4)
P2-C6	179,5(7)			P2-Pd-P1-C4	96,9(3)
P2-C5	181,2(6)				
C1-C2	152(1)				

Tabelle 8.9.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,10 x 0,10
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	I a (Nr. 9)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1227,4(2) b = 615,3(1)      β = 109,47(2) c = 1674,0(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1192,0(3)
Empirische Formel	C <sub>6</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	327,43
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,824
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	2,220
Messgerät	IPDS I
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	7,04° < 2Θ < 54,99°
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 15, -7 ≤ k ≤ 7, -21 ≤ l ≤ 21
F(000)	648
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	keine
Zahl der gemessenen Reflexe	5171
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2627

Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	2489		
Verfeinerte Parameter	104		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,181/-1,171		
$R_{\text{int}}$	0,0699	$R_{\sigma}$	0,0451
Goodness of fit	1,026		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0402	R1 (alle Daten)	0,0417
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1074	wR2 (alle Daten)	0,1083
Flack-x-Parameter	-0,00(6)		

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration
CH <sub>2</sub>	2,00	m	4H
CH <sub>3</sub>	1,84	m	12H
P1/2	58,81	s	2P

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
691	8	2M + K <sup>+</sup>
677	10	2M + Na <sup>+</sup>
621	52	2M - Cl <sup>-</sup>
383	7	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
351	100	M + Na <sup>+</sup>
325	33	M - Cl <sup>-</sup> + MeOH
291	8	M - Cl <sup>-</sup>

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 2995 w, 2968 m, 2937 m, 2901 m, 1421 s, 1400 m, 1296 m, 1283 s, 1242 m, 1135 w, 1088 m, 986 m, 953 vs(sh), 945 vs, 920 s, 905 vs, 864 m, 846 s, 802 m, 758 s, 740 m, 725 s, 666 s, 649 m und 455 m.



### 8.1.8. *cis*-Dichloro[methan-1,1-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II), *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

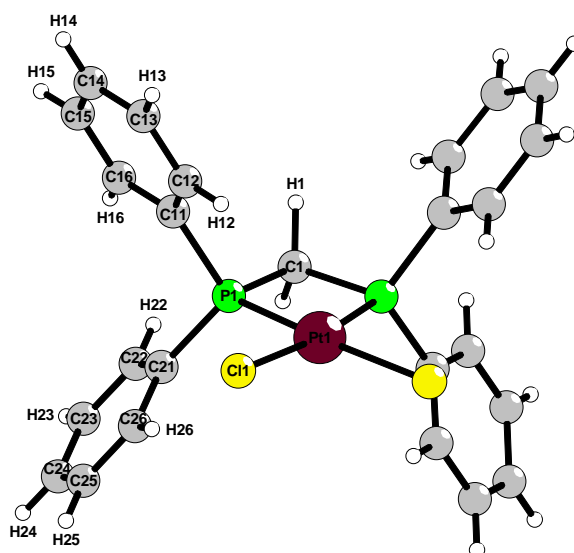


Abbildung 8.3.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, quaderförmige Kristalle mit einer Kantenlänge von 2-3 mm wurden durch Umkristallisation aus Dichlormethan erhalten. Anhand eines Bruchstücks dieser Quader wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Aus den systematischen Auslöschungsbedingungen ergaben sich die monoklinen, C-zentrierten Raumgruppen *C c* (Nr. 9) und *C 2/c* (Nr. 15), von denen letztere ein sinnvolles Strukturmodell lieferte. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red und X-Shape [88, 91] durchgeführt. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.16 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.6, 14.7 und 14.8 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] liegen in den Tabellen 8.13, 8.14 und 8.15 vor.

Tabelle 8.12.: Mögliche intra- und intermolekulare C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

C-H $\cdots$ Cl	C-H [pm]	H $\cdots$ Cl [pm]	C $\cdots$ Cl [pm]	Winkel(CHCl)[°]
C22-H22 $\cdots$ Cl1 inter	93	275	365,6(5)	164,5
C26-H26 $\cdots$ Cl1 intra	93	280	364,4(5)	151,0

Tabelle 8.13.: Ausgewählte Bindungslängen in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] und *cis*-[PtI<sub>2</sub>(dppm)] [35]

Molekül 1		Pt <sub>2</sub> dppmI <sub>2</sub>		Molekül 2	
Pt1-P1	221,2(1)	Pt-P1/P2	223,5(2)/222,6(1)	Pt2-P2	221(3)
Pt1-Cl	235,8(1)	Pt-J1/J2	265,7(1)/265,9(1)	Pt2-Cl	251,7(4)
P1-Cl	184,4(4)	P1/P2-Cl	183,9(4)/184,8(5)	C2-P2	198(5)
P1-C11	181,8(4)	P1/P2-C11/C31	180,7(4)/179,9(4)	C11-P2	186(2)
P1-C21	181,1(4)	P1/P2-C21/C41	181,5(4)/179,7(4)	C21-P2	189(2)
P1-P1	266,7(2)	P1-P2	269,1(2)		
P2-P2	259(4)				

Tabelle 8.14.: Ausgewählte Winkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)] und *cis*-[PtI<sub>2</sub>(dppm)] [35]

Molekül 1		<i>cis</i> -[PtI <sub>2</sub> (dppm)]		Molekül 2	
P1-Pt1-P1	74,17(7)	P1-Pt-P2	74,20(4)	P2-Pt2-P2	72(1)
P1-Pt1-Cl	97,62(4)	P1/P2-Pt-I1/I2	96,39(3)/94,98(3)	P2-Pt2-Cl	102,4(7)
Cl-Pt1-Cl	90,67(6)	I1-Pt-I2	94,44(1)	Cl-Pt2-Cl	83,5(1)
P1-Pt1-Cl	171,49(4)	P1/P2-Pt-I2/I1	169,17(3)/170,41(3)	P2-Pt2-Cl	174,0(7)
Cl-P1-Pt1	96,6(1)	C1-P1/P2-Pt	95,2(1)/95,8(2)	C2-P2-Pt2	103(2)
P1-Cl-P1	92,6(3)	P1-Cl-P2	93,8(2)	P2-C2-P2	82(3)
Pt1-Cl-Pt2	92,90(8)				

Tabelle 8.15.: Ausgewählte Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Molekül 1 und 2	
Pt1-Cl-Pt2-P2	-178,9(6)
P1-Pt1-Cl-Pt2	178,05(4)
P1-Pt1-Cl-Pt2	-166,8(3)
Cl-Pt1-Cl-Pt2	0,0(2)
P2-Pt2-P2-C2	0,00(1)
Cl-Pt2-P2-C2	-178,7(7)
Pt2 P2-C2-P2	0,000(2)

Tabelle 8.16.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Kristallgestalt	farblose Quarder	
Kristallgröße [mm]	0,20 x 0,20 x 0,20	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C 2/c (Nr. 15)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1632,2(2)	
	b = 785,4(1)	β = 98,54(2)
	c = 1941,4(3)	
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2461,06(6)	

Empirische Formel	C <sub>25</sub> H <sub>22</sub> Cl <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	650,36		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,755		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	6,059		
Messgerät	IPDS I		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	5,04° < 2Θ < 50,00°		
Indexbereich	-19 ≤ h ≤ 19, -9 ≤ k ≤ 9, -22 ≤ l ≤ 22		
F(000)	1256		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	10616		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2166		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	1894		
Verfeinerte Parameter	151		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,638/-0,416		
R <sub>int</sub>	0,0590	R <sub>σ</sub>	0,0454
Goodness of fit	0,947		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0243	R1 (alle Daten)	0,0321
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0421	wR2 (alle Daten)	0,0432

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3051 m, 1585 w, 1572 w, 1485 m, 1437 vs, 1383 w, 1344 w, 1325 w, 1211 w, 1188 w, 1163 w, 1103 vs, 1026 w, 997 w, 881 w, 845 w, 773 w, 742 sh, 731 vs, 714 s, 690 vs, 617 w, 559 m, 511 vs, 480 w, 463 m und 426 w.

### 8.1.9. cis-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II), cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

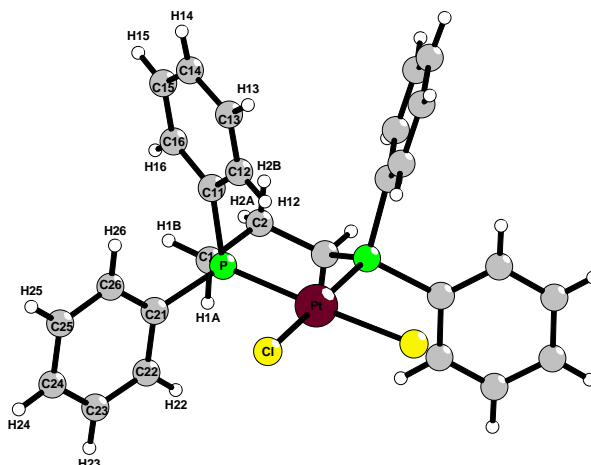


Abbildung 8.4.: Molekülstruktur von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, extrem lange und dünne nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Dichlormethan erhalten. Mit einem Image-Plate-Diffraction-System wurde ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der orthorhombischen Raumgruppe  $Pnma$  (Nr. 62) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red und X-Shape [88, 91] durchgeführt, zeigte jedoch nur geringe Verbesserung der Werte. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.19 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die hohe Restelektronendichte ist um das zentrale Platinatom lokalisiert. Diese „Platingeister“ wurden durch die extreme Kristallgestalt hervorgerufen. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.9, 14.10 und 14.11 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] liegen in Tabelle 8.18 vor.

Tabelle 8.17.: Intermolekulare C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von PtdpppCl<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

C-H $\cdots$ Cl	C-H [pm]	H $\cdots$ Cl [pm]	C $\cdots$ Cl [pm]	Winkel(CHCl)[ $^{\circ}$ ]
C1A-H1A1 $\cdots$ Cl	97	275	357,2(1)	143,4
C26-H26 $\cdots$ Cl1A	93	288	361,9(8)	137,1

Tabelle 8.18.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	235,9(2)	P-Pt-P	91,91(9)	P-Pt-P-Cl	37,0(3)
Pt-P	223,9(2)	P-Pt-Cl	90,05(7)	Pt-P-Cl-C2	-55,8(7)
P-C1	182,1(7)	Cl-Pt-Cl	87,8(1)	P-C1-C2-C1	68(1)
P-C11	179,8(7)	P-Pt-Cl	175,86(7)		
P-C21	181,6(7)	C1-P1-Pt	116,6(2)		
C1-C2	153,4(9)	C2-C1-P	115,3(6)		
		C1-C2-C1	114,4(9)		

Tabelle 8.19.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,72 x 0,09 x 0,08
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	P nma (Nr. 62)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1215,11(8) b = 1535,8(1) c = 1588,9(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2965,2(4)
Empirische Formel	C <sub>28</sub> H <sub>28</sub> Cl <sub>4</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	763,33
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,710
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	5,217
Messgerät	IPDS II
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	4,22° < 2θ < 50,00°
Indexbereich	-13 ≤ h ≤ 13, -18 ≤ k ≤ 18, -18 ≤ l ≤ 18
F(000)	1488
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	32676
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2718
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	2261
Verfeinerte Parameter	163
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	3,041/-1,868

$R_{\text{int}}$	0,1257	$R_{\sigma}$	0,0470
Goodness of fit	1,019		
$R1 (I_o > 2\sigma(I))$	0,0476	$R1$ (alle Daten)	0,0563
$wR2 (I_o > 2\sigma(I))$	0,1116	$wR2$ (alle Daten)	0,1152

### IR-spektroskopische Daten von $\text{cis-}[\text{PtCl}_2(\text{dppp})]$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3054 w, 2922 w, 1587 w, 1574 w, 1485 m, 1435 vs, 1408 w, 1337 w, 1311 w, 1186 w, 1155 m, 1103 vs, 1070 w, 1030 w, 999 w, 976 w, 949 m, 920 w, 820 w, 793 w, 768 w, 746 vs, 720 sh, 704 vs, 694 vs, 677 s, 546 m, 519 vs, 476 w, 459 w und 438 w.

### 8.1.10. $\text{cis-Dichloro[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)-}\kappa^2\text{P]-platin(II), cis-}[\text{PtCl}_2(\text{dppb})]$

#### Röntgenographische Charakterisierung von $\text{cis-}[\text{PtCl}_2(\text{dppb})]$

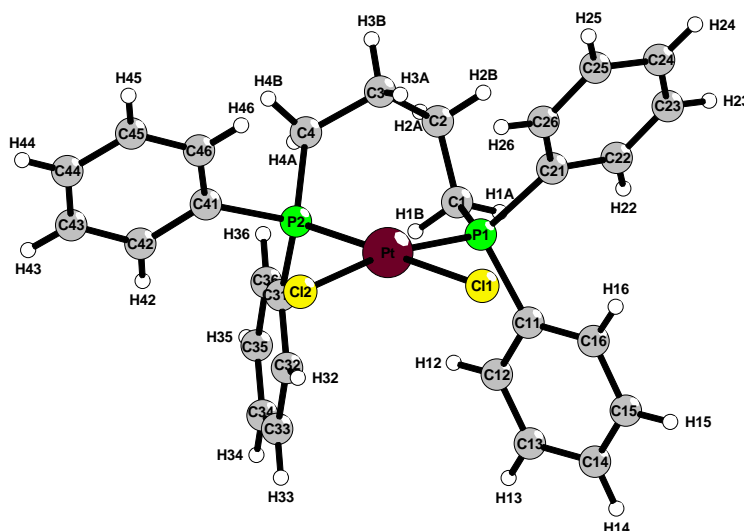


Abbildung 8.5.: Molekülstruktur von  $\text{cis-}[\text{PtCl}_2(\text{dppb})]$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, unregelmäßig gewachsene Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Dichlormethan erhalten. Mit einem Image-Plate-Diffraction-System wurde ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Aufgrund des triklinen Kristallsystems konnte eine

numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung nicht durchgeführt werden. Die vorliegende hohe Restelektronendichte ist um das Platinatom lokalisiert. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.22 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.12, 14.13 und 14.14 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)] liegen in Tabelle 8.21 vor.

Tabelle 8.20.: Mögliche intermolekulare C-H...Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

C-H...Cl	C-H [pm]	H...Cl [pm]	C...Cl [pm]	Winkel(CHCl)[°]
C2-H2A...Cl1	97	285	356(1)	131,1
C23-H23...Cl2	93	290	376(1)	154,7

Tabelle 8.21.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl1	236,5(3)	P1-Pt-Cl1	85,7(1)	P2-Pt-P1-C1	0,7(5)
Pt-Cl2	235,5(3)	P1-Pt-P2	95,1(1)	Cl2-Pt-P1-C1	131,9(8)
Pt-P1	225,0(3)	P2-Pt-Cl2	91,5(1)	Cl1-Pt-P1-C1	-179,5(5)
Pt-P2	226,0(3)	Cl2-Pt-Cl1	87,6(1)	P1-Pt-P2-C4	-50,8(6)
P1-C1	186(1)	P2-Pt-Cl1	179,17(9)	Cl2-Pt-P2-C4	136,8(6)
P1-C11	183(1)	P1-Pt-Cl2	170,0(1)	Cl1-Pt-P2-C4	138(7)
P1-C21	181(1)	C1-P1-Pt	118,7(4)	Pt-P1-C1-C2	76(1)
P2-C4	184(1)	C4-P2-Pt	117,1(4)	P1-C1-C2-C3	-50(1)
P2-C31	183(1)	C2-C1-P1	114,3(9)	C1-C2-C3-C4	-56(2)
P2-C41	182(1)	C1-C2-C3	117(1)	C2-C3-C4-P2	81(1)
C1-C2	149(2)	C4-C3-C2	114(1)	Pt-P2-C4-C3	12(1)
C2-C3	152(2)	C3-C4-P2	119,6(8)		
C3-C4	152(2)				

Tabelle 8.22.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Kristallgestalt	farblose Polyeder	
Kristallgröße [mm]	0,10 x 0,10 x 0,08	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 870,5(1)	$\alpha$ = 87,01(2)
	b = 1080,6(2)	$\beta$ = 78,85(2)
	c = 1454,3(2)	$\gamma$ = 72,65(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1281,1(3)	

Empirische Formel	C <sub>28</sub> H <sub>28</sub> Cl <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	692,43		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,795		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	5,826		
Messgerät	IPDS I		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	3,94° < 2Θ < 48,08°		
Indexbereich	-9 ≤ h ≤ 9, -12 ≤ k ≤ 12, -15 ≤ l ≤ 15		
F(000)	676		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	10189		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	3767		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	3409		
Verfeinerte Parameter	298		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	3,704/-6,027		
R <sub>int</sub>	0,0769	R <sub>σ</sub>	0,0632
Goodness of fit	1,106		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0688	R1 (alle Daten)	0,0722
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,1710	wR2 (alle Daten)	0,1739

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3055 m, 2924 m, 2858 w, 1587 w, 1574 w, 1485 m, 1435 vs, 1410 w, 1358 w, 1311 w, 1232 w, 1184 w, 1159 w, 1101 vs, 1070 w, 1028 w, 997 w, 980 w, 908 m, 792 m, 766 w, 746 vs, 719 w, 692 vs, 677 w, 663 m, 536 s, 527 m, 505 vs, 478 w, 469 m, 446 m und 438 m.



### 8.1.11. *cis*-Dichloro[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II), *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

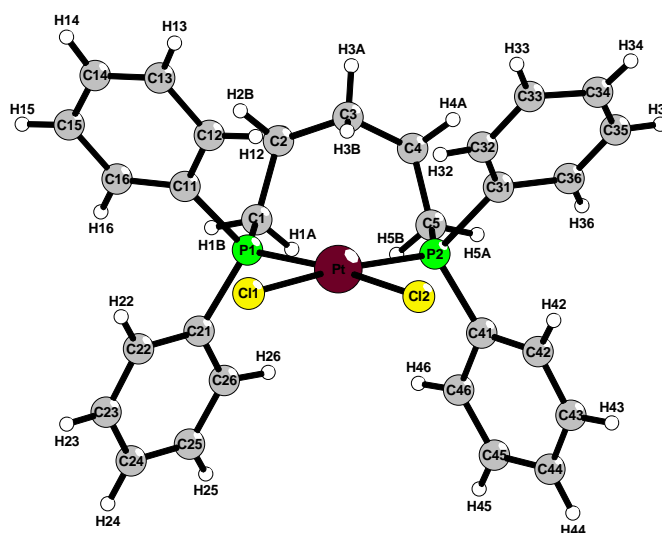


Abbildung 8.6.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, unregelmäßig gewachsene Kristalle wurden durch Umkristallisation aus N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) erhalten. Mit einem Image-Plate-Diffraction-System wurde ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Aufgrund des triklinen Kristallsystems konnte eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung nicht durchgeführt werden. Die vorliegende hohe Restelektronendichte ist um das Platinatom lokalisiert. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.25 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.15, 14.16 und 14.17 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP liegen in Tabelle 8.24 vor.

Tabelle 8.23.: Mögliche C-H $\cdots$ O- und C-H $\cdots$ Cl-Wechselwirkungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

C-H $\cdots$ A	C-H [pm]	H $\cdots$ A [pm]	C $\cdots$ A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C46-H46 $\cdots$ O5A	93	258	345(2)	156,1
O5A-H26 $\cdots$ C26	93	257	341(5)	151,4
C2-H2A $\cdots$ Cl1	97	281	377(2)	168,4
C35-H35 $\cdots$ Cl1	93	277	358(3)	146,4

Tabelle 8.24.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl1	236,4(7)	P1-Pt-Cl1	85,3(3)	P2-Pt-P1-C1	-7(1)
Pt-Cl2	235,5(8)	P1-Pt-P2	103,0(2)	Cl1-Pt-P1-C1	175(1)
Pt-P1	226,4(8)	P2-Pt-Cl2	85,8(3)	Cl2-Pt-P1-C1	-174(2)
Pt-P2	225,2(7)	Cl1-Pt-Cl2	85,8(3)	P1-Pt-P2-C5	5(1)
P1-C1	177(2)	P2-Pt-Cl1	171,4(3)	Cl1-Pt-P2-C5	170(2)
P1-C11	178(2)	P1-Pt-Cl2	170,9(2)	Cl2-Pt-P2-C5	-177(1)
P1-C21	180(2)	C1-P1-Pt	125,0(8)	Pt-P1-C1-C2	-72(2)
P2-C5	181(2)	C5-P2-Pt	123,7(8)	P1-C1-C2-C3	56(2)
P2-C31	189(2)	C2-C1-P1	119(2)	C1-C2-C3-C4	71(2)
P2-C41	173(2)	C3-C2-C1	116(2)	C2-C3-C4-C5	-77(3)
C1-C2	155(3)	C4-C3-C2	113(2)	C3-C4-C5-P2	-50(3)
C2-C3	154(3)	C3-C4-C5	119(2)	Pt-P2-C5-C4	72(2)
C3-C4	150(3)	C4-C5-P2	119(2)		
C4-C5	151(3)				

Tabelle 8.25.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Kristallgestalt	farblose Polyeder	
Kristallgröße [mm]	0,10 x 0,08 x 0,05	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 921,8(2)	$\alpha$ = 77,19(2)
	b = 1032,2(3)	$\beta$ = 85,50(2)
	c = 1936,7(5)	$\gamma$ = 67,09(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1655,0(7)	
Empirische Formel	C <sub>34</sub> H <sub>39</sub> Cl <sub>2</sub> NOP <sub>2</sub> Pt	
Molmasse [g/mol]	805,59	
Zahl der Formeleinheiten	2	
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,617	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	4,525	
Messgerät	IPDS II	

Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	$4,32^\circ < 2\Theta < 52,00^\circ$		
Indexbereich	$-11 \leq h \leq 9, -12 \leq k \leq 12, -22 \leq l \leq 23$		
F(000)	800		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	16090		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	6517		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1547		
Verfeinerte Parameter	336		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,197/-2,009		
R <sub>int</sub>	0,2640	R $_{\sigma}$	0,5646
Goodness of fit	0,620		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0648	R1 (alle Daten)	0,2585
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1080	wR2 (alle Daten)	0,1772

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)]

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3055 m, 2926 m, 2854 m, 1587 w, 1573 w, 1483 m, 1435 vs, 1405 w, 1385 w, 1331 w, 1310 w, 1263 w, 1218 w, 1186 w, 1161 w, 1101 vs, 1074 w, 1022 w, 999 m, 800 m, 739 vs(br), 696 vs(br), 521 vs und 490 s.

### 8.1.12. cis-Dichloro[ethylen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ]-platin(II), cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppey)]

#### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppey)]

3054 w, 2954 m, 1633 m(br), 1583 m, 1570 w, 1480 m, 1437 vs, 1408 m, 1385 m, 1309 m, 1273 m, 1184 w, 1164 w, 1099 vs, 1072 w, 1026 vw, 997 m, 979 vw, 929 vw, 878 vw, 844 vw, 783 s, 748 s, 727 vs 702 sh, 691 vs, 617 vw, 569 vs, 511 s, 498 vw, 474 s, 463 sh und 416 m.

### 8.1.13. *cis*-Dichloro[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II), *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

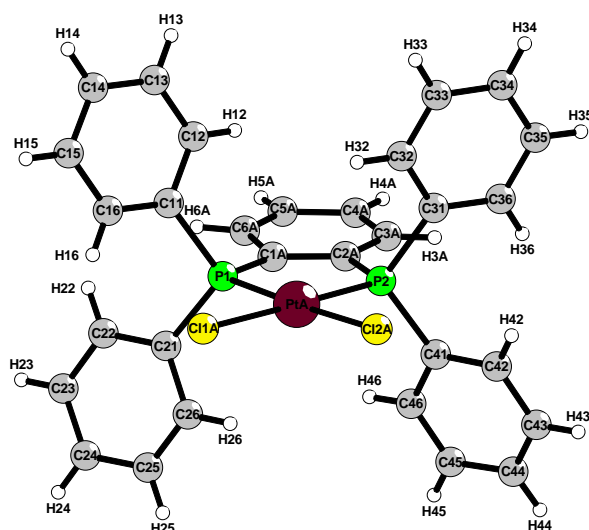


Abbildung 8.7.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Gelbliche, rautenförmige Kristall-Plättchen wurden durch langsame Diffusion von Diethylether in eine Dimethylformamid-Lösung der Verbindung erhalten. Ein Großteil der Kristalle zeigte stapelartige Verwachsungen der Kristallplättchen. Ein Kristall, der keine Verwachsungen aufwies, wurde zur Röntgenstrukturanalyse ausgesucht und an diesem mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/c$  (Nr. 14) gefunden werden. Jedoch zeigte sich bei der Berechnung der Daten ein Zwei-Individuen-Problem (Abb. 8.8).

So lag beim ersten vermessenen Kristall eine Verteilung von 83,5 zu 16,5 % Molekül A zu B vor. Daraufhin wurde an einem zweiten - hier angegebenen - Kristall ein Intensitätsdatensatz erstellt, der eine prozentuale Verteilung von 84,8 zu 15,2 % der beiden Individuen aufwies. Die unterbesetzten Kohlenstoffatome des verbrückenden Aromaten von Molekül B konnten in beiden Fällen aufgrund ihrer geringen Elektronendichte in der Nähe des elektronenreichen Platinatoms PtA nicht in die Berechnung mit aufgenommen werden. Dies erklärt die relativ hohe Restelektronendichte, die auch in der Differenzfourier-Karte zu erkennen ist.

Zusätzlich konnten aufgrund der vorliegenden Problematik die Kohlenstoffatome C2A, C4A und C6A nicht anisotrop berechnet werden.

Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde durchgeführt. Die

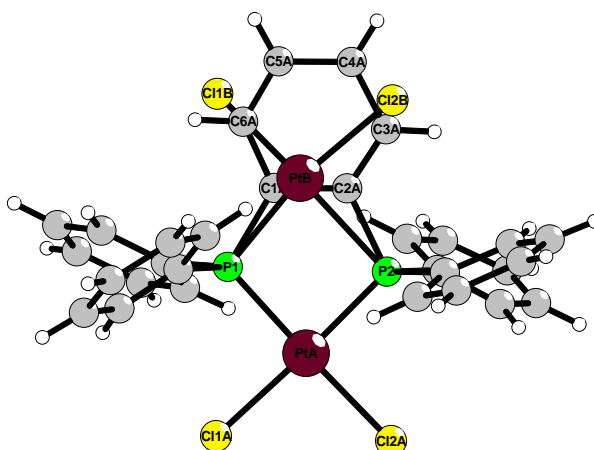


Abbildung 8.8.: Unterbesetzte Platinlage (Molekül B) in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.28 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.18, 14.19 und 14.20 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)] liegen in Tabelle 8.27 vor.

Tabelle 8.26.: Mögliche C-H...Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

C-H...Cl	C-H [pm]	H...Cl [pm]	C...Cl [pm]	Winkel(CHCl)[°]
C5A-H5A...Cl1A	93	288	355(1)	130,5
C22-H22...Cl2A	93	278	352(1)	136,7
C42-H42...Cl1B	93	263	340(3)	141,4

Tabelle 8.27.: Ausgewählte Bindungslängen und Winkel in *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Abstände [pm]				Winkel [°]			
PtA-Cl1A	235,1(2)	PtB-Cl1B	229(3)	P1-PtA-Cl1A	90,35(9)	P1-PtB-Cl1B	96,3(6)
PtA-Cl2A	235,3(3)	PtB-Cl2B	232(2)	P1-PtA-P2	87,08(9)	P1-PtB-P2	82,0(2)
PtA-P1	225,0(2)	PtB-P1	220,8(5)	P2-PtA-Cl2A	90,93(9)	P2-PtB-Cl2B	87,1(6)
PtA-P2	221,4(2)	PtB-P2	246,8(5)	Cl1A-PtA-Cl2A	91,7(1)	Cl1B-PtB-Cl2B	94,6(8)

Abstände [pm]			Winkel [°]			
P1-C1A	176(2)		P1-PtA-Cl2A	177,34(9)	P1-PtB-Cl2B	169,1(6)
P1-C11	181,2(9)		P2-PtA-Cl1A	177,4(1)	P2-PtB-Cl1B	178,1(6)
P1-C21	181,2(9)		P1-C1A-C2A	120(1)		
P2-C2A	178(1)		P1-C1A-C6A	124(2)		
P2 C31	180,8(9)		P2-C2A-C1A	116(1)		
P2 C41	181,6(9)		P2-C2A-C3A	121(1)		
C1A-C2A	141(2)		C2A-C1A-C6A	115(1)		
C2A-C3A	136(2)		C3A-C2A-C1A	123(1)		
C3A-C4A	146(2)		C2A-C3A-C4A	119(2)		
C4A-C5A	141(1)		C5A-C4A-C3A	118(1)		
C5A-C6A	135(1)		C6A-C5A-C4A	120(1)		
C1A-C6A	142(2)		C5A-C6A-C1A	124(1)		

Tabelle 8.28.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Kristallgestalt	gelbliche rautenförmige Plättchen
Kristallgröße [mm]	0,15 x 0,15 x 0,05
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 981,55(2) b = 1502,75(2)    β = 112,742(1) c = 1958,45(3)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2664,17(8)
Empirische Formel	C <sub>30</sub> H <sub>24</sub> Cl <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	712,42
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,776
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	5,606
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	3,52° < 2θ < 56,56°
Indexbereich	-13 ≤ h ≤ 13, -20 ≤ k ≤ 20, -25 ≤ l ≤ 25
F(000)	1384
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	31312
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	6386
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	4270

Verfeinerte Parameter	329		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	2,630/-3,757		
R <sub>int</sub>	0,0849	R <sub>σ</sub>	0,0823
Goodness of fit	1,084		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0565	R1 (alle Daten)	0,1036
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,1358	wR2 (alle Daten)	0,1193

### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3079 vw, 3052 w, 3042 w, 1585 w, 1572 w, 1481 s, 1456 m, 1434 vs, 1387 m, 1334 w, 1311 m, 1302 sh, 1254 m, 1182 m, 1165 m, 1117 s, 1103 vs, 1070 sh, 1051 w, 1024 m, 997 s, 773 s, 760 s, 748 s, 743 sh, 735 sh, 716 s, 690 vs, 675 s, 617 m, 571 vs, 540 vs, 527 s, 509 vs, 496 s und 463 m.

### 8.1.14. cis-Dichloro[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ]-platin(II), cis-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]

#### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration
CH <sub>2</sub>	2,55-2,34	m	4H
CH <sub>2</sub>	2,16-1,60	m	10H
CH <sub>3</sub>	1,35-1,13	m	12H
P1/2	2,84	s	2P <sup>3</sup> J(Pt – P) = 3368

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFC<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

#### IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl<sub>2</sub>(depp)]

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 2966 s, 2953 m, 2941 m, 2922 m, 2901 m, 2874 m, 1464 s, 1452 s, 1414 s, 1404 s, 1373 s, 1344 w, 1311 w, 1288 w, 1256 sh, 1246 m, 1161 s, 1113 m, 1056 m, 1034 vs, 1026 vs, 980 w, 964 m, 920 m, 845 s, 798 vs, 770 vs, 735 m, 714 vs, 690 s, 662 s, 640 s, 473 w und 409 m.

### 8.1.15. Bis([ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P])platin(II)-tetrachloroplatinat(II), $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

#### Röntgenographische Charakterisierung von $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

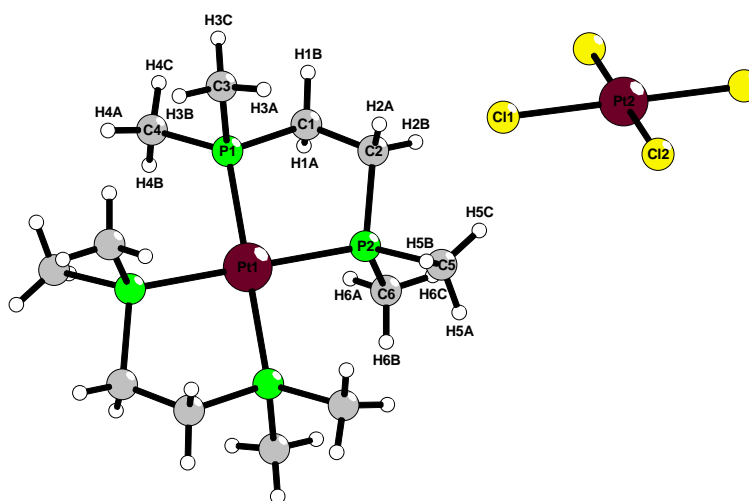


Abbildung 8.9.: Molekülstruktur von  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete rotbraune, nadelförmige Kristalle wurden durch Abkühlen der Salzsäure-Ethanol-Lösung erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Tabelle 8.32 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 14.21, 14.22 und 14.23 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$  liegen in Tabelle 8.31 vor.

Tabelle 8.30.: Intermolekulare C-H $\cdots$ Cl-Wasserstoffbrückenbindungen in  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

C-H $\cdots$ Cl	C-H [pm]	H $\cdots$ Cl [pm]	C $\cdots$ Cl [pm]	Winkel(CHCl)[ $^\circ$ ]
C1-H1B $\cdots$ Cl1	97	290	380(1)	155,3
C3-H3C $\cdots$ Cl1	96	285	375(1)	154,9
C5-H5B $\cdots$ Cl2	96	289	369(1)	142,4



Tabelle 8.31.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ 

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt1-P1	231,8(2)	P2-Pt1-P2	180,0	P1-C1-C2-P2	52,7(9)
Pt1-P2	231,2(3)	P1-Pt1-P2	95,7(1)		
Pt2-Cl1	230,7(4)	P1-Pt1-P2	84,3(1)		
Pt2-Cl2	231,5(2)	Cl1-Pt2-Cl1	180,0(2)		
P1-C1	182(1)	Cl1-Pt2-Cl2	88,9(1)		
P1-C3	180(1)	Cl1-Pt2-Cl2	91,1(1)		
P1-C4	181(1)	C1-P1-Pt1	107,0(3)		
P2-C2	181(1)	C2-P2-Pt1	107,5(4)		
P2-C5	181(1)	C1-C2-P2	109,7(8)		
P2-C6	179(1)	C2-C1-P1	108,8(7)		
C1-C2	151(2)				

Tabelle 8.32.: Kristallographische Daten von  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ 

Kristallgestalt	rotbraune Nadeln	
Kristallgröße [mm]	0,15 x 0,05 x 0,05	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	$P\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 843,8(2)	$\alpha = 108,03(2)$
	b = 871,8(2)	$\beta = 107,57(2)$
	c = 966,1(2)	$\gamma = 108,06(2)$
Zellvolumen [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	576,9(3)	
Empirische Formel	$\text{C}_{12}\text{H}_{32}\text{Cl}_4\text{P}_4\text{Pt}_2$	
Molmasse [g/mol]	832,24	
Zahl der Formeleinheiten	1	
Röntgenographische Dichte [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	2,395	
Absorptionskoeffizient [ $\text{mm}^{-1}$ ]	12,845	
Messgerät	IPDS II	
Verwendete Strahlung	Mo- $K_\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07 \text{ pm}$ )	
Messtemperatur [K]	298(2)	
Messbereich	$4,96^\circ < 2\Theta < 50,00^\circ$	
Indexbereich	$-11 \leq h \leq 11, -10 \leq k \leq 10, -11 \leq l \leq 11$	
F(000)	388	
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren	
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]	
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]	
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]	
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]	
Absorptionskorrektur	keine	
Zahl der gemessenen Reflexe	4659	
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2012	

Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1227		
Verfeinerte Parameter	107		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,221/-1,975		
$R_{\text{int}}$	0,0658	$R_{\sigma}$	0,0669
Goodness of fit	0,868		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0271	R1 (alle Daten)	0,0568
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0588	wR2 (alle Daten)	0,0868

### Massenspektrometrische Daten von $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

m/z	relative Intensität	Zuordnung
622	5	$[\text{PtL}_2\text{I}]^+$
531	90	$[\text{PtL}_2\text{Cl}]^+$
284	28	$\text{PtCl}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$
247	100	$[\text{PtCl}]^+ + \text{H}_2\text{O}$

### IR-spektroskopische Daten von $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 2986 m, 2968 m, 2947 m, 2935 m, 2899 m(br), 1426 m, 1411 m, 1308 w, 1293 m, 1240 w, 1130 w, 1080 w, 997 w, 964 s, 942 vs, 927 s, 908 vs, 869 s, 823 w, 806 m, 761 s, 727 s, 663 m und 467 m.

# 9. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

## 9.1. Reaktionsdurchführung und Charakterisierung der Produkte

Die Synthese der Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden erfolgte über die Decarboxylierungsreaktion mit Thallium(I)- bzw. Kaliumpolyfluorbenzoaten. Der Großteil der Reaktionen wurde in Pyridin durchgeführt. Zwei Reaktionen fanden jedoch in N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) statt (vgl. Tab. 9.1). Sie unterscheiden sich jedoch nur in der Art der Aufarbeitung von der Reaktionsführung mit Pyridin als Lösungsmittel.

Die Dichloropalladium(II)-, bzw. -platin(II)-Komplexe wurde mit Thallium(I)- bzw. Kaliumpolyfluorbenzoat in fünf bis zehn Millilitern absolutem Pyridin bzw. NMP unter Inertgas-Strom (Ar, N<sub>2</sub>) in einer Schlenk-Apparatur erhitzt. Das entstehende Kohlendioxid wurde durch eine gesättigte Bariumhydroxid-Lösung geleitet, wodurch die Kohlenstoffdioxid-Entwicklung bei stattfindender Reaktion detektiert werden konnte.

Nach Ablauf der Reaktion wurde Pyridin durch Evakuieren entfernt und der verbleibende Feststoff mit 30 ml Hexan gewaschen. Anschließend wurde mit 100 ml kochendem Aceton (im Falle größerer Ansätze bis zu 150 ml) extrahiert. Thallium(I)-chlorid und unlösliche Verunreinigungen wurden anschließend durch Filtration zuerst über eine Glasfritte (Pore 4), anschließend über eine mit Aluminiumoxid bestückte Minisäule entfernt und das Filtrat im Vakuum zur Trockene eingengt.

Umkristallisation aus heißem Aceton mit anschließendem langsamen Einengen führte bei der Vielzahl der Produkte zu den reinen Verbindungen (vgl. Tab 9.2).

Aufgrund des hohen Siedepunktes von NMP wurde dieses nicht im Vakuum entfernt, sondern das Produkt durch Zugabe von 100 ml Wasser ausgefällt. Der mikrokristalline Niederschlag erwies sich als zu fein für eine Filtration, so dass er durch eineinhalbstündiges Zentrifugieren bei 3400 rpm von der überstehenden Lösung getrennt wurde. Anschließend wurde dieser Niederschlag wie oben behandelt.

Zur Herstellung von einfach polyfluorsubstituierten Komplexen wurde genau darauf geachtet, dass das Verhältnis Dichloro-Komplex zu Benzoat eins zu eins ist, da ansonsten Verunreinigungen durch das entsprechende zweifach substituierte Produkt entstehen.

Bei der Synthese von zweifach substituierten Komplexen wurde hingegen ein Benzoatüberschuss eingesetzt (1:3,5 Thallium(I)-benzoate, 1:3,5-7).

### Anmerkungen zu einigen Reaktionen

Bei einigen der durchgeführten Decarboxylierungsreaktionen gab es, wie in Tabelle 9.2 angegeben, gewisse Besonderheiten, die hier nun näher erläutert werden.

Bei den Reaktionen 5, 13, 14, 15 und 17 bildete sich elementares Palladium, was dazu führte, dass in Reaktion 5 kein Produkt erhalten werden konnte. In den Reaktionen 13, 15 und 16 lagen aufgrund des entstandenen Benzoatüberschusses einfach- und zweifachsubstituierte Produkte vor. Bei Reaktion 14 hatte dies - außer auf die Ausbeute - keinen Einfluss, da ohnehin schon ein Benzoat-Überschuss vorlag.

Das Produkt von Reaktion 3 *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] wies im <sup>19</sup>F- und <sup>31</sup>P-NMR ungewöhnliche Signale von 10-15 % Intensität auf, die zuerst als Verunreinigung gedeutet wurden. Da die Substanz jedoch ausschließlich kristallin erhalten werden konnte, war es möglich, die Struktur zu bestimmen und einen zweiten NMR-Datensatz ausschließlich aus gelösten Kristallen, deren Struktur im Festkörper eindeutig als die des gewünschten Produktes belegt werden konnte, zu erstellen. Auch dieser wies das gleiche Verhalten in Lösung auf. Daraufhin wurden temperaturabhängige NMR-Messungen unternommen und ein Pulverdatensatz von gemörserten Kristallen aufgenommen, die aus einer Lösung kristallisierten, die zuvor das NMR-spektroskopische Phänomen aufwies (vgl. Kap. 9.1.3).

Tabelle 9.1.: Decarboxylierungsreaktionen an Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphorliganden

Produkt	Dichloro-Komplexen	n <sub>D-K</sub> [mmol]	Carboxylat	n <sub>C</sub> [mmol]	Verhältnis D-K:C	V [ml]	Lösungsmittel	T [°C]	t [h]	Ausbeute
1	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dpepe)]	0,87	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,87	1,0	5	py	100	2	67
2	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpepe)]	0,41	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,42	3,5	5	py	90	2	85
3	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	0,35	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,35	1,0	5	py	50	2	90
4	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)]	0,26	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,93	3,5	5	py	80	2	85
5	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)]	1,19	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,19	1,0	5	py	80	2	-
6	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	0,48	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,69	3,5	5	py	80	2	60
7	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	0,68	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	0,68	1,0	5	py	95	2,5	82
8	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	0,71	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	3,56	5,0	5	py	95	2	70
9	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	0,68	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	0,68	1,0	5	py	95	2,5	91
10	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	0,68	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	3,39	5,0	5	py	95	2	96
11	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	0,59	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	0,59	1,0	5	py	110	2	89
12	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	0,59	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	2,37	4,0	5	py	110	2	92
13	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dpepy)]	1,48	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,48	1,0	8	py	90	2	65
14	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpepy)]	1,13	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	3,97	3,5	8	py	119	2	51
15	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	0,50	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,50	1,0	5	py	115	2	69
16	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	0,83	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	3,80	4,6	8	py	110	2	83
17	<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)]	0,61	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,61	1,0	5	py	119	2	71
18	<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	0,61	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	3,05	5,0	5	py	110	2	85
19	Pt <sub>5</sub> Cl <sub>4</sub> (dppm) <sub>3</sub> · 3 NMP	0,85	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,83	1,0	7	NMP	140	2,5	-
20	<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	0,81	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	0,77	1,0	10	py	100	2	86
21	<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	0,75	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	2,62	3,5	10	py	119	2	93
22	<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	0,74	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	0,70	1,0	10	py	100	2	94
23	<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	0,75	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt	2,63	3,5	10	py	119	2	97
24	<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	0,90	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	0,90	1,0	5	py	100	2	76
25	<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	0,85	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr	3,49	4,1	5	py	100	2	89
26	[Pt(dpppeXY)] <sub>m</sub>	1,39	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	5,15	3,7	10	NMP	120	3	-

Tabelle 9.1.: Decarboxylierungsreaktionen an Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexen mit zweizähligen Phosphorliganden

Produkt	Dichloro-Komplexen	n <sub>D-K</sub> [mmol]	Carboxylat	n <sub>C</sub> [mmol]	Verhältnis D-K:C	V [ml]	Lösungsmittel	T [°C]	t [h]	Ausbeute
27 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dpppey)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppey)]	0,89	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,85	1,0	10	py	119	2	49
28 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppey)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppey)]	1,33	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	4,65	3,5	5	py	75	2	25
29 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	0,32	Tl, bzw. KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,32	1,0	10	py	119	2	-
30 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	0,45	Tl, bzw. KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,57	3,5	10	py	119	2	-
31 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)]	0,55	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	0,55	1,0	5	py	60	2	91
32 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (depp)]	0,67	KO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	2,33	3,5	5	py	80	2	98
33 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	<i>cis</i> -[Pt(dmpe) <sub>2</sub> PtCl <sub>4</sub> ]	0,53	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	3,70	7,0	5	py	110	2	82
34 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> OEt <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (dpppp)]	<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppp)]	0,31	TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>3</sub> (OEt) <sub>2</sub>	1,07	3,5	5	py	110	2	-

Tabelle 9.2.:

Produkt	T [°C]	Aus- beute	Farbe	Kristall- struktur	Besonder- heiten
1 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppe)]	100	67	weiß-gelblich		
2 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	90	85	weiß-gelblich	*	
3 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	50	90	weiß-gelblich	**	(siehe Anmerkungen)
4 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)]	80	85	weiß-gelblich	*	
5 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppb)]	80	-	-		(siehe Anmerkungen)
6 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	80	60	weiß-gelblich	*	
7 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	95	82	weiß-gelblich	*	
8 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	95	70	weiß-gelblich		
9 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	95	91	weiß-gelblich	*	
10 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	95	96	weiß-gelblich	*	
11 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	110	89	weiß-gelblich	*	
12 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	110	92	weiß-gelblich	*	
13 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)]	90	65	gelb		(siehe Anmerkungen)
14 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)]	119	51	gelb		(siehe Anmerkungen)
15 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	115	69	farblos		(siehe Anmerkungen)
16 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	110	83	farblos	*	
17 <i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)]	119	71	farblos	*	(siehe Anmerkungen)
18 <i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	110	85	farblos	*	
19 Pt <sub>5</sub> Cl <sub>4</sub> (dppm) <sub>3</sub> · 3 NMP	140	-	rotbraun	*	(siehe Anmerkungen)
20 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	100	86	farblos	*	
21 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)]	119	93	farblos	*	
22 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	100	94	farblos	*	
23 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	119	97	farblos	*	
24 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	100	76	farblos	*	
25 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)]	100	89	farblos	*	
26 [Pt dpppeXY] <sub>m</sub>	120	-	farblos	***	(siehe Anmerkungen)
27 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppey)]	119	49	gelb		
28 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppey)]	75	25	gelb		(siehe Anmerkungen)
29 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	119	-	farblos	*	(siehe Anmerkungen)
30 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	119	-	farblos	*	(siehe Anmerkungen)
31 <i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(depp)]	60	91	farblos		
32 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	80	98	farblos	*	
33 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	110	82	farblos		(siehe Anmerkungen)
34 <i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)]	110	-	-		(siehe Anmerkungen)

\* Aufgeklärte Kristallstrukturen

Reaktion 19 führte zu einem zähflüssigen, rotbraunen Öl, aus dem genau ein Kristall kristallisierte, an dem die Kristallstruktur von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$  aufgeklärt werden konnte. Eine Charakterisierung der weiteren Substanzen des Reaktionsgemisches war leider nicht möglich. Trotz mehrerer analoger Reaktionsansätze konnten keine weiteren Cluster-Kristalle erhalten werden.

Reaktion 26 führte zu einem Reaktionsgemisch von mindestens sechs Verbindungen. Mithilfe von präparativer Dünnschichtchromatographie (Aluminiumoxid 60, F<sub>254</sub>, 1,5 mm, Merck; Laufmittel Hexan/Acteon 5:1) war es möglich, durch Mehrfachentwicklung vier Fraktionen voneinander zu trennen und zwei neue Verbindungen zu charakterisieren.

Tabelle 9.3.: R<sub>f</sub>-Werte

A	0,63	<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dpppe)] [53]
B	0,58	
	0,54	<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> {μ-(dpppe)} <sub>2</sub> Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]
C	0,52	
	0,48	
D	0,45	<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> {μ-(dpppe)} <sub>2</sub> PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]

Des Weiteren bildete sich in einem Kristallisationsansatz, der das Rohprodukt in acetoniger Lösung enthielt und der durch langsame Diffusion von destilliertem Wasser zur Kristallisation gebracht werden sollte, unerwarteterweise *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]. Da der Kristallisationsansatz in der Nähe der Laborwaage stand, auf der regelmäßig Alkalimetallhydroxide eingewogen wurden, könnte das Entstehen des *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]-Komplexes hierauf beruhen.

In Reaktion 28 entstand nicht hauptsächlich das zweifach substituierte (40 %), sondern das einfach substituierte Produkt (60 %).

Reaktionen 29 und 30 wurden jeweils einmal mit dem Kalium- und einmal mit dem Thallium(I)-pentafluorbenzoat durchgeführt. In beiden Fällen wurde das Edukt nur zu einem sehr geringen Prozentsatz umgesetzt. Es entstand jedoch eine geringe Menge eines Produktgemisches aus den gewünschten einfach- und zweifach-substituierten Komplexen mit dem zweizähligen Phosphan-Liganden und pentafluorphenylsubstituierten Pyridin-Komplexen. Das Verhältnis der Phosphan- zu den Pyridin-Komplexen war im Falle des Thallium(I)-salzes günstiger.



Reaktion 33, in der nicht wie üblich der Dichloro-Phosphan-Komplex, sondern ein „Magnus“-Salz eingesetzt wurde, führte dennoch zu dem gewünschten Produkt *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)].

Obwohl in Reaktion 34 Kohlendioxid detektiert wurde, konnten keine Polyfluorphenyl-Platin-Komplexe nachgewiesen werden.

Die analytischen Daten der Produkte sind in den - der Reaktionsnummer entsprechenden - Unterkapiteln aufgeführt.

### 9.1.1. *cis*-Chloropentafluorphenyl[ethan-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppe)]

#### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppe)]

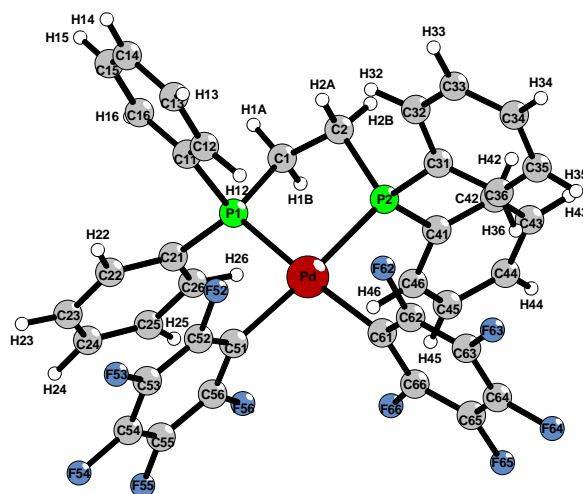
Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-117,4	m	2F	
FX4	-161,5	t	1F	$^3J(\text{FX4} - \text{FX3/X5}) = 20$
FX3/X5	-163,3	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	59,44	dt	1P	$^2J(\text{P} - \text{P}) = 16$ $^4J(\text{P} - \text{F}) = 6$
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	44,48	m	1P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.2. *cis*-Bispentafluorphenyl[ethan-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.7 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.1 und 15.2 aufgeführt.

Abbildung 9.1.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)] liegen in Tabelle 9.6 vor.

Tabelle 9.5.: C-H...F-Abstände und -Winkel in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C2-H2A...F53	96(3)	245(3)	333,0(4)	152(2)
C2-H2B...F65	96(3)	253(3)	325,0(4)	132(2)
C12-H12...F52	100(4)	256(4)	322,0(4)	123(3)
C13-H13...F55	96(5)	265(5)	333,8(4)	129(3)
C15-H15...F62	90(4)	289(4)	377,8(5)	166(3)
C15-H15...F64	90(4)	289(4)	326,9(5)	107(3)
C16-H16...F64	96(3)	276(3)	315,9(4)	106(2)
C25-H25...F52	96(5)	246(5)	332,7(5)	151(4)
C32-H32...F54	99(4)	289(4)	359,2(5)	128(3)
C33-H33...F54	102(5)	285(5)	360,0(6)	131(3)
C33-H33...F66	102(5)	281(4)	356,0(4)	131(3)
C42-H42...F54	98(3)	255(3)	334,4(4)	138(2)
C43-H43...F55	96(4)	243(4)	324,1(4)	142(3)
C44-H44...F63	99(4)	261(4)	313,9(4)	114(3)
C45-H45...F63	98(4)	276(4)	323,0(4)	110(3)
C45-H45...F62	98(4)	285(4)	374,8(4)	153(3)
C46-H46...F66	96(3)	253(3)	305,4(4)	115(2)

Tabelle 9.6.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-P1	227,92(8)	C51-Pd-P1	91,01(8)	P1-Pd-C51-C52	-93,6(2)
Pd-P2	228,51(8)	P1-Pd-P2	85,02(3)	P2-Pd-C51-C52	-96(1)
Pd-C51	206,6(3)	C61-Pd-P2	90,32(8)	Pd-C51-C52-F52	-3,9(4)
Pd-C61	207,2(3)	C51-Pd-C61	93,6(1)	Pd-C61-C62-F62	8,3(4)

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
P1-C1	184,0(3)	C51-Pd-P2	176,02(8)	C61-Pd-C51-C52	90,2(2)
P1-C11	181,3(3)	C61-Pd-P1	174,04(8)	C61-Pd-C51-C56	-92,9(2)
P1-C21	181,5(3)	C1-P1-Pd	107,1(1)	C51-Pd-P1-C1	-162,8(1)
P2-C2	184,5(3)	C2-P2-Pd	107,9(1)	C61-Pd-P1-C1	-21,6(8)
P2-C31	181,0(3)	C2-C1-P1	107,5(2)	Pd-P2-C2-C1	-38,5(2)
P2-C41	181,6(3)			P2-Pd-P1-C1	17,0(1)
C1-C2	152,4(4)			P1-C1-C2-P2	53,1(2)

Tabelle 9.7.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Kristallgestalt	farblose Plättchen
Kristallgröße [mm]	0,35 x 0,20 x 0,18
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1358,1(1) b = 1646,7(1)     β = 98,871(7) c = 1554,7(1)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3435,2(5)
Empirische Formel	C <sub>38</sub> H <sub>24</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	838,91
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,622
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,716
Messgerät	IPDS II
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	3,62° < 2Θ < 55,00°
Indexbereich	-17 ≤ h ≤ 17, -20 ≤ k ≤ 21, -20 ≤ l ≤ 20
F(000)	1672
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	55933
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	7909
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	5152
Verfeinerte Parameter	556
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,371/-0,918

R <sub>int</sub>	0,0616	R <sub>σ</sub>	0,0578
Goodness of fit	0,839		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0328	R1 (alle Daten)	0,0622
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0636	wR2 (alle Daten)	0,0688

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,56-7,44	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,44-7,33	m	8H	
CH <sub>2</sub>	2,49-2,19	m	4H	
FX2/X6	-115,6	m	4F	
FX4	-162,0	m	2F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-164,0	m	4F	
P1/2	48,31	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1701	12	2M + Na <sup>+</sup>
1043	10	M + Tl <sup>+</sup>
893	34	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
861	100	M + Na <sup>+</sup>
703	8	M – (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>–</sup> + MeOH

### IR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3078 vw, 3059 w, 3034 vw, 3024 vw, 3007 vw, 2989 vw, 2957 vw, 2918 vw, 1632 w, 1607 w, 1499 vs, 1454 vs, 1437 vs, 1410 m, 1352 sh, 1344 m, 1313 w, 1279 w, 1252 w, 1188 w, 1161 vw, 1107 s, 1059 s, 1045 s, 1028 w, 999 m, 953 vs, 879 m, 824 m, 777 m, 770 m, 752 m, 743 m, 712 s, 704 s, 690 s, 679 s, 652 s, 617 w, 600 w, 532 s, 482 m, 461 sh, 444 sh und 432 w.

### 9.1.3. *cis*-Chloropentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete leicht gelbliche, nadelförmige und farblose, polyederische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Eine Umkristallisation aus Dichlormethan führte hingegen ausschließlich zu nadelförmigen Kristallen. Zur Aufklärung der Kristallstrukturen wurden mit einem Image-Plate-Diffraction-System (Polyeder) bzw. einem Kappa-CCD-Diffraktometer (Nadeln) ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte in beiden Fällen nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Es stellte sich heraus, dass es sich bei den nadelförmigen Kristallen um die lösungsmittelfreie, hingegen bei den polyedrischen Kristallen um die Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] mit eineinhalb Aceton-Molekülen pro Formeleinheit handelt. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt.

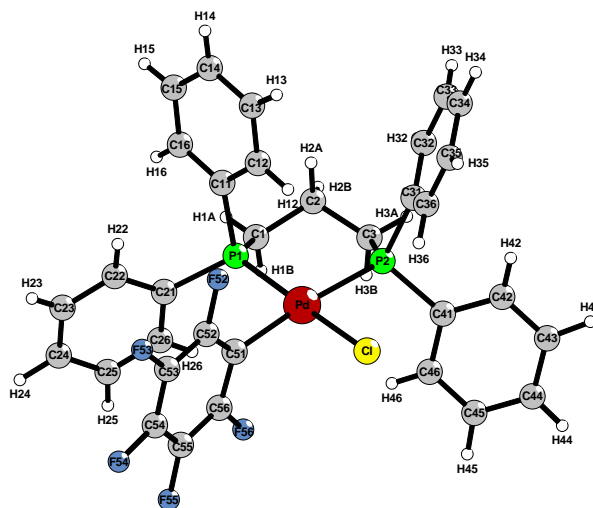


Abbildung 9.2.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Die Tabellen 9.12 und 9.13 geben eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.3, 15.5, 15.4 und 15.6 aufgeführt. Tabelle 15.7 gibt die unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführten Wasserstofflagen der Aceton-Moleküle wieder. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert

der verknüpften Kohlenstoffatome. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton liegen in Tabelle 9.11 vor.

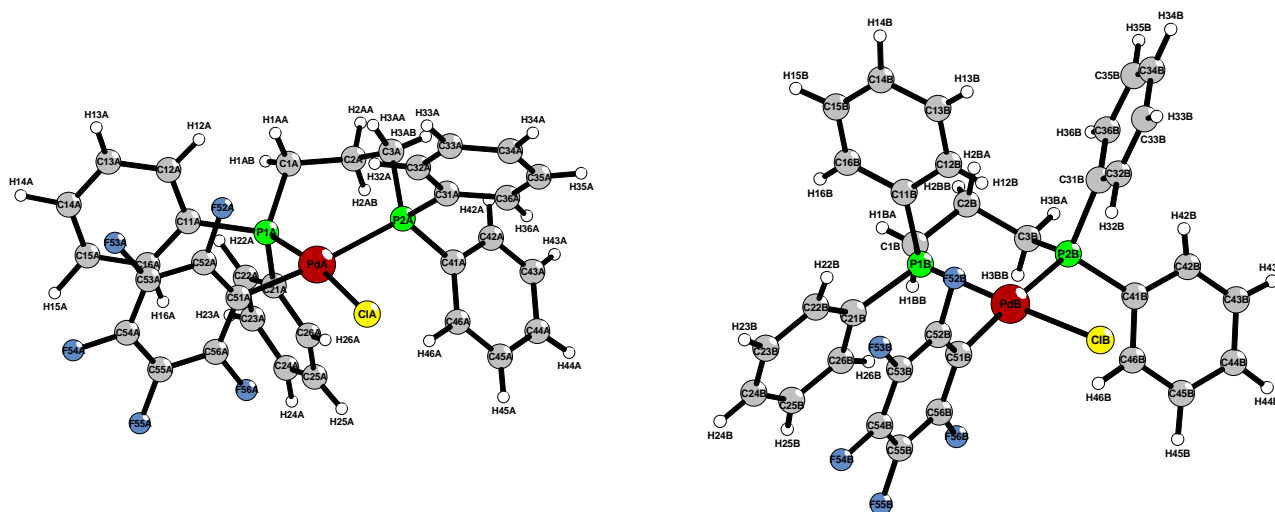


Abbildung 9.3.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen Moleküle A und B in der Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Tabelle 9.10.: Mögliche C-H...Cl- und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in den Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA) [°]
<b><i>cis</i>-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]</b>				
C2-H2B...Cl1	96(4)	275(4)	353,0(3)	139(3)
C36-H36...Cl1	100(4)	270(4)	359,0(3)	149(3)
C13-H13...F52	90(4)	247(4)	326,8(4)	148(3)
C15-H15...F55	91(4)	281(4)	311,0(4)	101(2)
C23-H23...F56	87(4)	253(4)	324,0(4)	140(3)
C34-H34...F53	93(4)	286(3)	337,7(4)	116(3)
C35-H35...F55	96(4)	266(4)	353,7(5)	153(3)
<b><i>cis</i>-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton</b>				
C2A-H2AA...ClB	104(6)	280(6)	352,6(5)	126(4)
C2B-H2BB...ClA	116(7)	271(7)	360,7(5)	133(4)
C3B-H3BA...ClA	101(5)	285(5)	365,1(5)	136(3)
C14A-H14A...Cl1B	112(7)	274(7)	373,6(7)	147(5)
C24B-H24B...ClA	96(6)	287(6)	375,3(6)	153(4)
C32B-H32B...ClB	108(5)	279(5)	373,8(6)	145(4)
C46A-H46A...ClA	111(5)	284(5)	379,7(5)	144(3)
C1A-H1AB...F54B	92(6)	259(5)	344,7(6)	155(4)

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C1B-H1BA...F54A	80(5)	273(5)	337,0(6)	138(4)
C1AA-H1A1...F52A	96	273	342,3(9)	129,9
C1CC-H1C2...F56A	96	263	320,0(7)	118,7
C3CC-H3C3...F53B	96	274	368(1)	164,6
C13B*-H13B...F52B	83(5)	277(5)	352,8(7)	153(4)
C13B-H13B...F52B	83(5)	277(5)	352,8(7)	153(4)
C16B-H16B...F55A	86(5)	258(5)	338,5(6)	157(4)
C22A-H22A...F53B	106(6)	267(6)	345,3(7)	130(5)
C22A-H22A...F54B	106(6)	258(7)	361,8(7)	167(5)
C24A-H24A...F55A	98(7)	251(6)	323,5(8)	130(5)
C24A-H24A...F56A	98(7)	284(6)	342,6(7)	119(4)
C25A-H25A...F55A	99(6)	267(7)	321,2(7)	115(4)
C26A-H26A...F56A	96(5)	272(5)	318,0(6)	110(4)
C33A-H33A...F55B	99(6)	290(6)	341,3(7)	113(4)
C33A-H33A...F56B	99(6)	270(6)	365,3(7)	162(4)
C34B-H34B...F53B	103(7)	258(7)	336,5(7)	132(4)
C34A-H34A...F55B	96(7)	267(7)	332,3(7)	126(5)
C36A-H36A...F54A	95(6)	256(5)	333,7(6)	140(4)
C43B-H43B...F55B	95(7)	268(7)	350,4(7)	146(6)
C44B-H44B...F53A	96(7)	248(7)	314,3(7)	126(5)
C45B-H45B...F52A	100(7)	267(7)	366,2(7)	172(5)
C45B-H45B...F53A	100(7)	272(7)	323,9(7)	112(4)

Tabelle 9.11.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] und *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]					
Pd-C51	206,4(3)	C51-Pd-P1	89,59(8)	P1-Pd-C51-C52	-90,4(3)
Pd-P1	223,47(8)	C51-Pd-P2	174,78(9)	P2-Pd-C51-C52	144,7(8)
Pd-P2	232,61(8)	P1-Pd-P2	93,39(3)	Cl-Pd-C51-C52	82,1(3)
Pd-Cl	237,78(7)	C51-Pd-Cl	87,07(8)	Pd-C51-C52-F52	8,3(4)
P1-C1	183,1(3)	P1-Pd-Cl	171,78(3)	C51-Pd-P1-C1	-143,6(2)
P1-C11	181,7(3)	P2-Pd-Cl	90,52(3)	P2-Pd-P1-C1	32,16(1)
P1-C21	181,7(3)	C1-P1-Pd	117,1(1)	Cl-Pd-P1-C1	150,5(2)
P2-C3	181,9(3)	C3-P2-Pd	115,7(1)	C51-Pd-P2-C3	97(1)
P2-C31	182,1(3)	C2-C1-P1	113,5(2)	P1-Pd-P2-C3	-28,1(1)
P2-C41	181,9(3)	C1-C2-C3	113,5(3)	Cl-Pd-P2-C3	159,2(1)
C1-C2	153,1(4)	C2-C3-P2	116,9(2)	C1-P1-C1-C2	63,5(3)
C2-C3	153,7(5)			Pd-P1-C1-C2	-57,2(3)
				Pd-P2-C3-C2	48,6(3)
				P1-C1-C2-C3	73,9(4)

	Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
					C1-C2-C3-P2	-70,9(4)
<b><i>cis</i>-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül A</b>						
PdA-C51A	206,8(5)	C51A-PdA-P1A	86,6(1)	C1A-PdA-C51A-C52A	98,2(4)	
PdA-P1A	224,6(1)	P1A-PdA-P2A	92,66(4)	PdA-C51A-C52A-F52A	-2,5(6)	
PdA-P2A	233,2(1)	P2A-PdA-C1A	91,91(4)	C51A-PdA-P1A-C1A	145,8(3)	
PdA-C1A	238,8(1)	C51A-PdA-C1A	89,6(1)	P2A-PdA-P1A-C1A	-28,7(2)	
P1A-C1A	181,5(5)	C51A-PdA-P2A	174,5(2)	C1A-PdA-P1A-C1A	-148,6(3)	
P1A-C11A	180,9(5)	P1A-PdA-C1A	170,85(5)	PdA-P1A-C1A-C2A	51,0(5)	
P1A-C21A	181,0(5)	C1A-P1A-PdA	118,1(2)	C1A-C2A-C3A-P2A	76,4(5)	
P2A-C3A	181,8(5)	C3A-P2A-PdA	114,4(2)	P1A-PdA-C51A-C52A	-90,2(4)	
P2A-C31A	182,2(5)	C2A-C1A-P1A	115,6(4)	P2A-PdA-C51A-C52A	-7(2)	
P2A-C41A	181,5(5)	C3A-C2A-C1A	112,0(5)	PdA-P2A-C3A-C2A	-56,8(4)	
C1A-C2A	152,6(7)	C2A-C3A-P2A	114,9(4)	P1A-C1A-C2A-C3A	-72,2(6)	
C2A-C3A	151,4(7)					
<b><i>cis</i>-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton Molekül B</b>						
PdB-C51B	206,0(5)	C51B-PdB-P1B	86,6(1)	C1B-PdB-C51B-C52B	87,7(4)	
PdB-P1B	225,5(1)	P1B-PdB-P2B	93,36(5)	PdB-C51B-C52B-F52B	-3,9(7)	
PdB-P2B	232,9(1)	P2B-PdB-C1B	92,67(4)	C51B-PdB-P1B-C1B	-147,6(3)	
PdB-C1B	238,5(1)	C51B-PdB-C1B	88,0(1)	P2B-PdB-P1B-C1B	27,5(2)	
P1B-C1B	181,2(6)	C51B-PdB-P2B	175,2(2)	C1B-PdB-P1B-C1B	157,5(3)	
P1B-C11B	181,5(5)	P1B-PdB-C1B	170,63(5)	PdB-P1B-C1B-C2B	-50,9(5)	
P1B-C21B	181,3(5)	C1B-P1B-PdB	117,5(2)	C1B-C2B-C3B-P2B	-74,7(6)	
P2B-C3B	182,2(5)	C3B-P2B-PdB	115,2(2)	P1B-PdB-C51B-C52B	-84,6(4)	
P2B-C31B	181,1(5)	C2B-C1B-P1B	116,1(4)	P2B-PdB-C51B-C52B	-174(1)	
P2B-C41B	181,6(5)	C1B-C2B-C3B	112,8(5)	PdB-P2B-C3B-C2B	53,8(4)	
C1B-C2B	152,3(7)	C2B-C3B-P2B	114,8(4)	C1B-C2B-C3B-P2B	-74,7(6)	
C2B-C3B	152,8(7)					

Tabelle 9.12.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Kristallgestalt	leicht gelbliche Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,78 x 0,12 x 0,11
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1348,86(1) b = 1506,24(1)    β = 106,593(1) c = 1533,34(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2985,57(5)
Empirische Formel	C <sub>33</sub> H <sub>26</sub> ClF <sub>5</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	721,33
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,605
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,872



Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	$7,10^\circ < 2\Theta < 50,00^\circ$		
Indexbereich	$-16 \leq h \leq 16, -17 \leq k \leq 17, -18 \leq l \leq 18$		
F(000)	1448		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	33706		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	5239		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	4285		
Verfeinerte Parameter	483		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	0,993/-0,558		
$R_{\text{int}}$	0,0807	$R_\sigma$	0,0430
Goodness of fit	1,034		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0330	R1 (alle Daten)	0,0448
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0838	wR2 (alle Daten)	0,0897

Tabelle 9.13.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Kristallgestalt	farblose Polyeder		
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,25 x 0,15		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1449,4(1)		
	b = 1327,2(8)	$\beta = 95,053(6)$	
	c = 3721,1(3)		
Zellvolumen [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	7130,1(9)		
Empirische Formel	C <sub>37,5</sub> H <sub>35</sub> ClF <sub>5</sub> P <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	808,45		
Zahl der Formeleinheiten	8		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,506		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,742		
Messgerät	IPDS II		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	Tieftemperatur		
Messbereich	$2,94^\circ < 2\Theta < 50,00^\circ$		
Indexbereich	$-17 \leq h \leq 17, -15 \leq k \leq 15, -44 \leq l \leq 44$		
F(000)	3280		

Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	58839		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	12263		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	7378		
Verfeinerte Parameter	1079		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	0,815/-0,973		
$R_{\text{int}}$	0,0787	$R_{\sigma}$	0,0791
Goodness of fit	0,845		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0431	R1 (alle Daten)	0,0786
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0951	wR2 (alle Daten)	0,1035

### NMR-spektroskopische Daten von $\text{cis-[PdCl(C}_6\text{F}_5\text{)(dpp)]}$

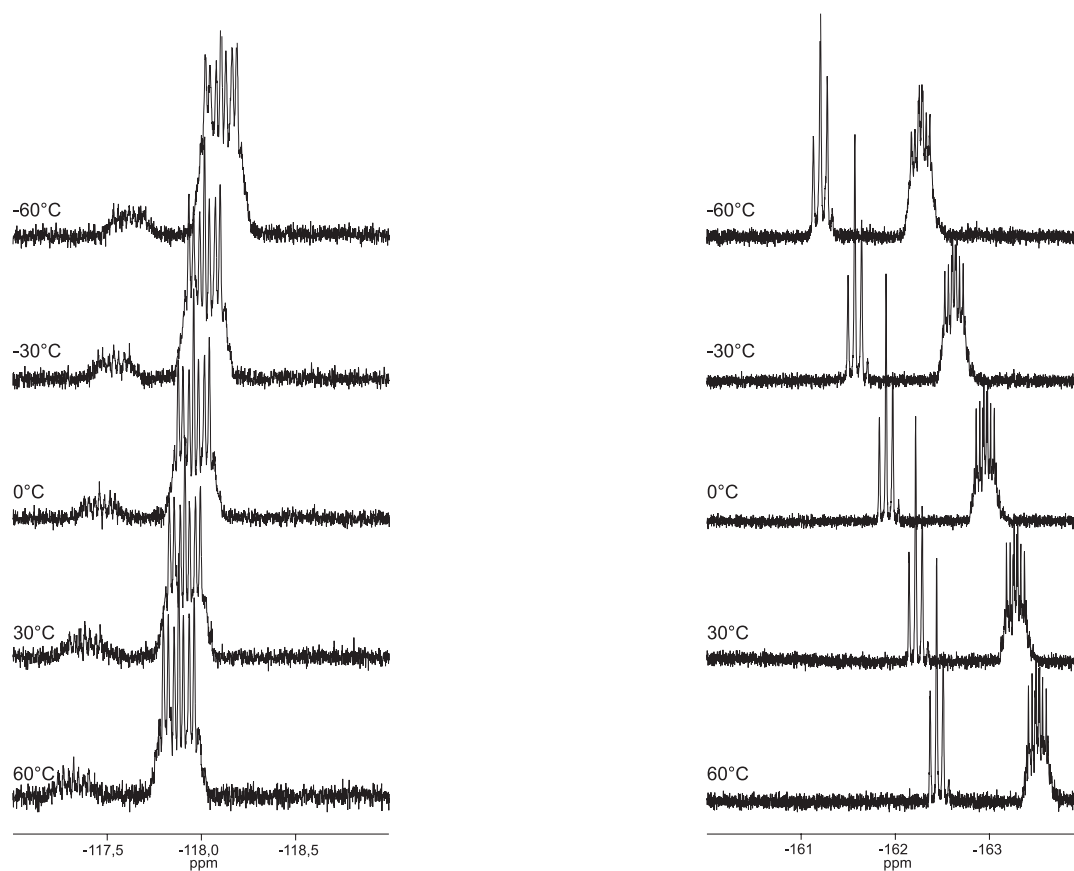
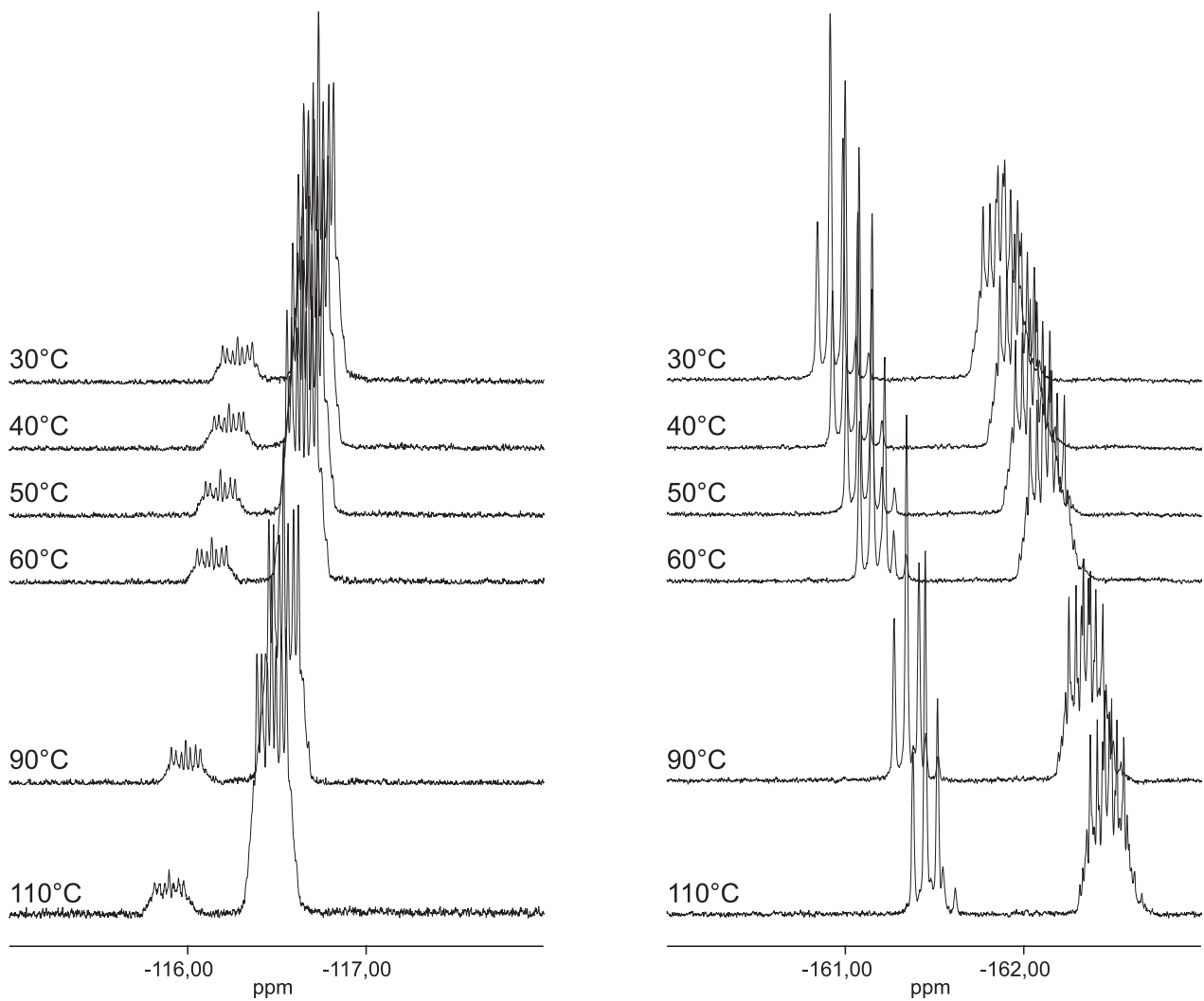
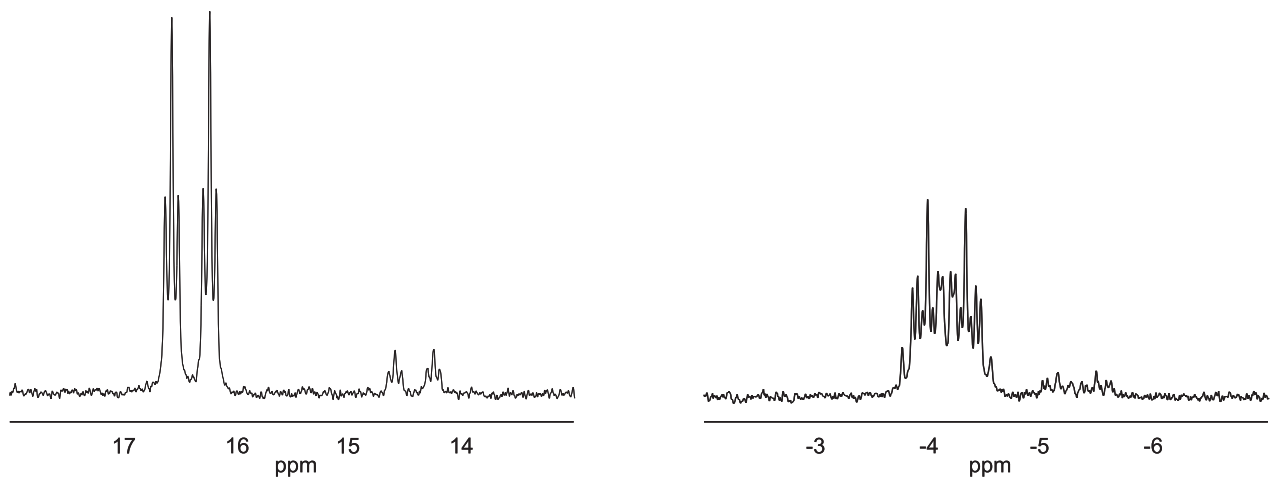


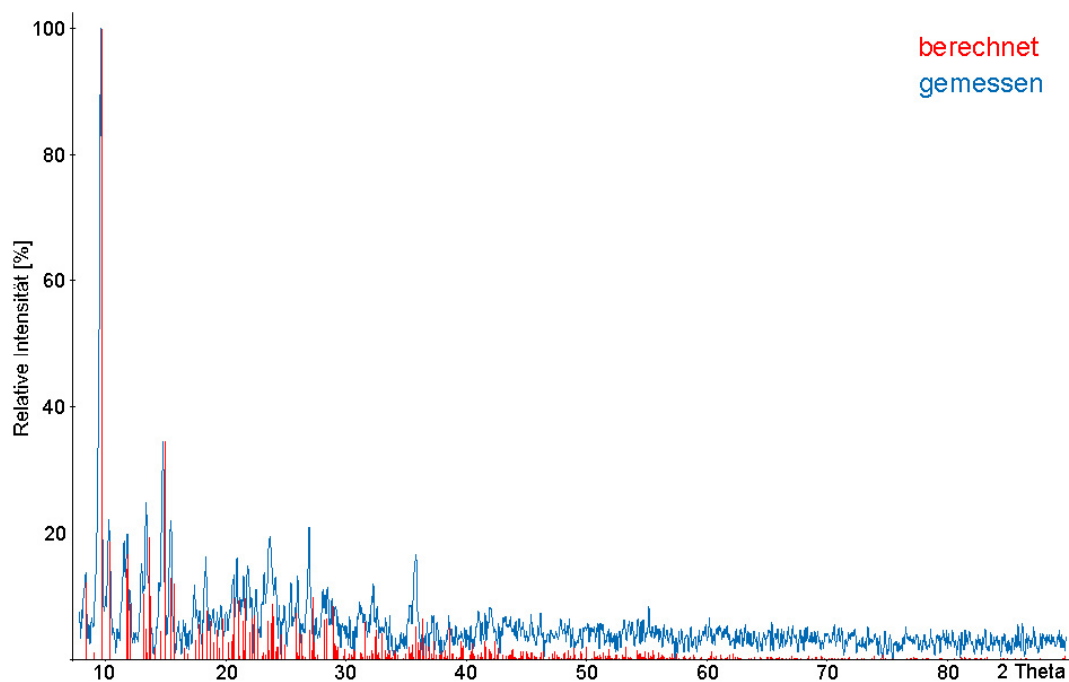
Abbildung 9.4.: Temperaturabhängige  $^{19}\text{F}$ -NMR-Messungen in  $\text{CDCl}_3$

Abbildung 9.5.: Temperaturabhängige  $^{19}\text{F}$ -NMR-Messungen in 1,1,2,2-TetrachlorethanAbbildung 9.6.:  $^{31}\text{P}$ -NMR-Spektrum von *cis*- $[\text{PdCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppp})]$  in 1,1,2,2-Tetrachlorethan

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,85-7,69	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,53-7,29	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,22-7,10	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,73-2,55	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,38-2,21	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,15-1,86	m	2H	
FX2/X6	-117,4	m	12%	
FX2/X6	-117,9	m	2F	
FX4	-162,3	t	1F	$^3J(\text{FX4} - \text{FX3/X5}) = 20$
FX3/X5	-163,3	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	16,97	dt	1P	$^2J(\text{P} - \text{P}) = 42$ $^4J(\text{P} - \text{F}) = 7$
P <i>trans</i> Cl	14,65	dt	12%	$^2J(\text{P} - \text{P}) = 42$ $^4J(\text{P} - \text{F}) = 7$
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-3,75	m	1P	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-4,73	m	12%	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Pulverdiffraktogramm von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]



**Massenspektrometrische Daten von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]**

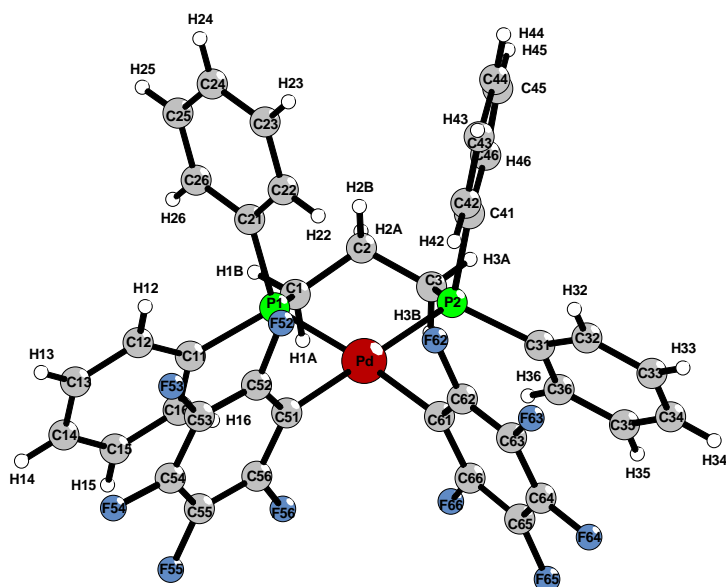
m/z	relative Intensität		Zuordnung
	konz.	verd.	
1465	2		2M + Na <sup>+</sup>
1451	2		2M - Cl <sup>-</sup> + EtOH
1407	18	7	2M - Cl <sup>-</sup>
1275	3		2M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup>
817	1	7	M + K <sup>+</sup> + Aceton
791	1		M + K <sup>+</sup> + MeOH
775	1		M + Na <sup>+</sup> + MeOH
759	1	100	M + K <sup>+</sup>
743	19	4	M + Na <sup>+</sup>
717	70	13	M - Cl <sup>-</sup> + MeOH
703	2	4	M - Cl <sup>-</sup> + H <sub>2</sub> O
685	100	18	M - Cl <sup>-</sup>
585	4		M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> + MeOH
553	8		M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup>

**IR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3078 vw, 3054 w, 3036 vw, 3022 vw, 3009 vw, 2989 vw, 2935 vw, 2924 vw, 2899 vw, 2868 vw, 1632 vw, 1608 vw, 1587 vw, 1574 vw, 1495 s, 1485 m, 1456 vs, 1437 vs, 1414 m, 1400 w, 1356 m, 1350 m, 1337 sh, 1310 w, 1279 vw, 1256 vw, 1188 w, 1153 m, 1101 s, 1057 s, 1045 sh, 1030 w, 999 w, 970 m, 953 vs, 833 w, 789 m, 775 m, 744 s, 696 s, 663 m, 527 w, 511 vs, 496 m, 482 m, 459 vw und 436 w.

**9.1.4. cis-Bis(pentafluorphenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]palladium(II), cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)]****Röntgenographische Charakterisierung von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyederische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/a (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen

Abbildung 9.7.: Molekülstruktur von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.18 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.8, 15.9 und 15.10 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton liegen in Tabelle 9.17 vor.

Tabelle 9.16.: Mögliche C-H···F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von  $cis$ -[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

C-H···F	C-H [pm]	H···F [pm]	C···F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1A···F55	97	266	349,2(3)	143,9
C1A-H1A1···F66	96	255	331,5(3)	136,7
C1A-H1A3···F65	96	289	333,0(3)	109,3
C1B-H1B2···F53	96	292	371,2(5)	140,4
C1B-H1B2···F52	96	252	344,1(5)	160,4
C1B-H1B3···F63	96	279	350,7(5)	132,0
C1B-H1B3···F62	96	289	374,3(6)	148,8
C2-H2A···F64	97	283	379,8(3)	172,5
C3-H3A···F54	97	272	323,8(3)	113,7
C3-H3B···F55	97	254	337,7(3)	144,3
C3-H3B···F54	97	284	323,8(2)	105,5
C3A-H3A3···F62	96	282	367,6(4)	149,1
C3B-H3B1···F63	96	263	330,9(5)	127,7

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C3B-H3B2...F53	96	261	347,9(6)	151,1
C13-H13...F64	93	256	346,2(3)	162,2
C14-H14...F65	93	275	342,4(3)	130,6
C15-H15...F64	93	257	342,6(3)	152,5
C22-H22...F52	93	281	338,7(3)	121,1
C23-H23...F63	93	271	329,3(3)	121,5
C24-H24...F63	93	288	338,1(4)	115,1
C35-H35...F65	93	293	375,1(3)	148,0
C36-H36...F54	93	292	356,2(3)	127,7
C36-H36...F56	93	266	351,4(3)	153,6
C42-H42...F62	93	247	339,3(3)	174,5
C43-H43...F52	93	266	359,0(3)	178,5
C43-H43...F53	93	282	341,0(3)	122,1

Tabelle 9.17.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
<b><i>cis</i>-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton</b>					
Pd-P1	230,95(6)	C51-Pd-P1	88,34(6)	Pd-C51-C52-F52	-5,1(3)
Pd-P2	231,75(6)	P1-Pd-P2	92,04(2)	Pd-C61-C62-F62	-0,6(3)
Pd-C51	206,6(2)	C61-Pd-P2	91,80(6)	P1-Pd-C51-C52	-89,3(2)
Pd-C61	206,7(2)	C51-Pd-C61	87,86(8)	P2-Pd-C51-C52	29(5)
P1-C1	182,4(2)	C61-Pd-P1	175,27(6)	P1-Pd-C61-C62	-116,9(7)
P1-C11	182,3(2)	C51-Pd-P2	179,20(6)	P2-Pd-C61-C62	99,0(2)
P1-C21	181,6(2)	C1-P1-Pd	114,64(8)	C51-Pd-C61-C62	-80,3(2)
P2-C3	183,0(2)	C3-P2-Pd	115,32(7)	C61-Pd-C51-C52	-93,5(2)
P2-C31	183,0(2)	C2-C1-P1	113,5(2)	Pd-P1-C1-C2	-59,2(2)
P2-C41	182,4(2)	C3-C2-C1	113,7(2)	Pd-P2-C3-C2	54,4(2)
C1-C2	153,6(3)	C2-C3-P2	114,9(2)	C51-Pd-P1-C1	-144,4(1)
C2-C3	152,4(3)			C61-Pd-P1-C1	-107,8(8)
				C51-Pd-P2-C3	-152(5)
				C61-Pd-P2-C3	143,2(1)
				P1-Pd-P2-C3	-34,07(9)
				P2-Pd-P1-C1	36,3(9)
				P1-C1-C2-C3	75,8(2)
				C1-C2-C3-P2	-73,2(2)
<b><i>cis</i>-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton</b>					
Pt-P1	229,4(3)	C51-Pt-P1	88,0(4)	Pt-C51-C52-F52	-3(2)
Pt-P2	229,8(4)	P1-Pt-P2	92,2(1)	Pt-C61-C62-F62	-1(2)
Pt-C51	209(1)	C61-Pt-P2	91,4(4)	P1-Pt-C51-C52	-92(1)
Pt-C61	208(2)	C61-Pt-C51	88,4(5)	P2-Pt-C51-C52	24(49)
P1-C1	182(2)	C61-Pt-P1	175,2(4)	P1-Pt-C61-C62	-121(5)

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
P1-C11	181(2)	C51-Pt-P2	179,5(4)	P2-Pt-C61-C62	99(1)
P1-C21	183(2)	C1-P1-Pt	114,5(5)	C51-Pt-C61-C62	-80(1)
P2-C3	182(1)	C3-P2-Pt	115,1(5)	C61-Pt-C51-C52	93(1)
P2-C31	179(2)	C2-C1-P1	113(1)	Pt-P1-C1-C2	-60(1)
P2-C41	184(2)	C1-C2-C3	113(1)	Pt-P2-C3-C2	55(1)
C1-C2	153(2)	C2-C3-P2	115(1)	C61-Pt-P1-C1	-103(5)
C2-C3	155(2)			C51-Pt-P1-C1	-143(1)
				C51-Pt-P2-C3	-150(53)
				C61-Pt-P2-C3	142(1)
				P1-Pt-P2-C3	-35,3(6)
				P2-Pt-P1-C1	37,4(6)
				P1-C1-C2-C3	76(2)
				C1-C2-C3-P2	-73(2)

Tabelle 9.18.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Kristallgestalt	farblose Polyeder
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,20 x 0,20
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1210,02(8) b = 3028,0(2)      β = 117,992(5) c = 1286,29(9)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4161,5(5)
Empirische Formel	C <sub>45</sub> H <sub>38</sub> F <sub>10</sub> O <sub>2</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	969,09
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,547
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,606
Messgerät	IPDS II
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	2,68° < 2Θ < 49,99°
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 13, -36 ≤ k ≤ 36, -15 ≤ l ≤ 15
F(000)	1960
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	46179
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	7324



Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	5735		
Verfeinerte Parameter	545		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- pm^{-3}$ ]	0,359/-0,533		
$R_{int}$	0,0422	$R_\sigma$	0,0284
Goodness of fit	0,839		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0253	R1 (alle Daten)	0,0364
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0602	wR2 (alle Daten)	0,0624

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,46-7,18	m	20H	
CH <sub>2</sub>	2,75-2,63	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,19-1,89	m	2H	
FX2/X6	-114,9	m	4F	
FX4	-162,9	t	2F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-163,7	m	4F	
P1/2	3,96	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1745	8	2M + Na <sup>+</sup> + H <sub>2</sub> O und 2M + K <sup>+</sup>
1729	11	2M + Na <sup>+</sup>
907	100	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
891	70	M + K <sup>+</sup>
875	60	M + Na <sup>+</sup>
717	14	M – (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> + MeOH

### IR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3076 w, 3060 w, 3024 w, 3007 vw, 2993 vw, 2945 vw, 2928 w, 2867 w, 1632 m, 1607 m, 1589 w, 1576 w, 1553 w, 1541 w, 1527 w, 1499 vs, 1452 vs, 1437 vs, 1404 sh, 1356 m, 1344 m, 1313 m, 1279 m, 1261 m, 1190 m, 1153 m, 1101 s, 1059 s, 1043 s, 1030 sh, 1014 sh, 1001 m, 972 s, 955 vs, 920 m, 831 m, 793 m, 775 m, 770 m, 754 m, 739 s, 704 s, 690 s, 660 m, 617 w, 604 w, 517 vs, 490 s, 471 m, 447 w, 436 sh und 422 m.

### 9.1.5. *cis*-Chloropentafluorphenyl[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppb)]

#### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppb)]

Die Substanz hatte sich komplett zersetzt; dies bestätigten auch die <sup>31</sup>P- und <sup>19</sup>F-NMR-Spektren.

### 9.1.6. *cis*-Bispentafluorphenyl[butan-1,4-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

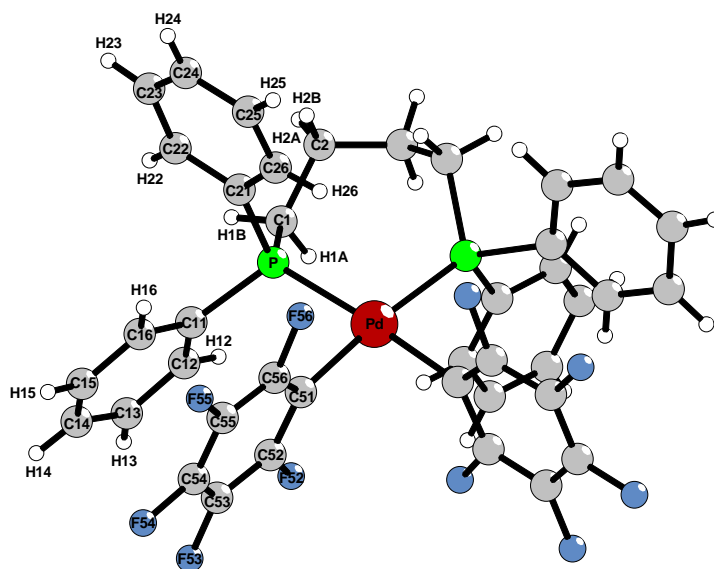


Abbildung 9.8.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyederische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe C 2 (Nr. 5) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.23 gibt eine Übersicht über die kristallographischen

Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.11, 15.12 und 15.13 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)] liegen in Tabelle 9.22 vor.

Tabelle 9.21.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C12-H12...F52	93	274	338(1)	127,3
C12-H12...F53	93	247	328(1)	144,4
C22-H22...F54	93	287	364(1)	141,4
C23-H23...F54	93	266	356(1)	161,0
C24-H24...F55	93	280	344(2)	127,8
C24-H24...F56	93	261	354(1)	174,1
C25-H25...F55	93	287	349(1)	124,9
C26-H26...F56	93	271	321(1)	114,2

Tabelle 9.22.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)] und *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
<b><i>cis</i>-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]</b>					
Pd-P	232,4(4)	C51-Pd-P	88,3(3)	Pd-C51-C52-F52	1(2)
Pd-C51	206(1)	P-Pd-P*	96,6(2)	Pd-P-C1-C2	-81,2(8)
P-C1	183(1)	C51-Pd-C51*	86,8(7)	P-C1-C2-C2*	87(1)
P-C11	185(1)	C51-Pd-P*	174,8(4)		
P-C21	176,3(9)	C2-C1-P	117,7(8)		
C1-C2	155(1)	C1-C2-C2*	116,7(8)		
C2-C2*	149(2)				
<b><i>cis</i>-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]</b>					
Pt-P1	230,9(2)	C51-Pt-P	88,6(2)	Pt-C51-C52-F52	-1,6(8)
Pt-C51	206,5(8)	P-Pt-P*	96,3(1)	Pt-P-C1-C2	82,7(5)
P-C1	186,5(6)	C51-Pt-C51*	86,6(4)	P-C1-C2-C2*	-85,4(7)
P-C11	182,8(5)	C51-Pt-P*	175,1(2)		
P-C21	182,5(7)	C2-C1-P	117,8(4)		
C1-C2	151,5(8)	C1-C2-C2*	116,8(5)		
C2-C2*	153(1)				

Tabelle 9.23.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Kristallgestalt	farblose Polyeder		
Kristallgröße [mm]	0,20 x 0,05 x 0,05		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	C 2 (Nr. 5)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1686,6(6)		
	b = 1004,5(1)	$\beta = 109,24(3)$	
	c = 1109,0(3)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1774,0(8)		
Empirische Formel	C <sub>40</sub> H <sub>28</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	866,96		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,623		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,696		
Messgerät	IPDS I		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	4,80° < 2 $\Theta$ < 50,00°		
Indexbereich	-20 ≤ h ≤ 20, -11 ≤ k ≤ 11, -13 ≤ l ≤ 13		
F(000)	868		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	7957		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2981		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	1545		
Verfeinerte Parameter	240		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,406/-0,575		
R <sub>int</sub>	0,1349	R $\sigma$	0,2160
Goodness of fit	0,657		
R1 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,0450	R1 (alle Daten)	0,1105
wR2 (I <sub>o</sub> > 2 $\sigma$ (I))	0,0715	wR2 (alle Daten)	0,939
Flack-x-Parameter	-0,11(5)		

### NMR-spektroskopische Daten von $\text{cis-[Pd(C}_6\text{F}_5)_2(\text{dppb})]$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-115,5	m	4F	
FX4	-161,0	m	2F	${}^3J(\text{FX4} - \text{FX3/X5}) = 20$
FX3/X5	-163,8	m	4F	
P1/2	17,79	m	2P	

$\text{CDCl}_3$ , TMS- und  $\text{CFCl}_3$ -Standard, externer  $\text{H}_3\text{PO}_4$ -Standard

### 9.1.7. $\text{cis-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-phenyl[propan-1,3-diybis(diphenylphosphan)-}\kappa^2\text{P]}palladium(II)$ , $\text{cis-[PdCl(C}_6\text{F}_4\text{OMe)(dppp)]}$

#### Röntgenographische Charakterisierung von $\text{cis-[PdCl(C}_6\text{F}_4\text{OMe)(dppp)]}$

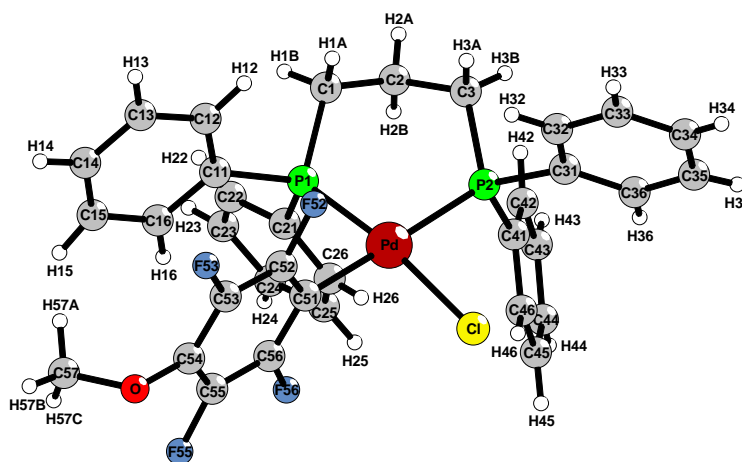


Abbildung 9.9.: Molekülstruktur von  $\text{cis-[PdCl(C}_6\text{F}_4\text{OMe)(dppp)]}$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete gelbliche, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen H57A - H57C der Methoxygruppe wurden aufgrund des hohen Temperaturfaktors des Kohlenstoffatoms C57 unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert des Kohlenstoffatoms C57. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.27 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und

ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.14, 15.15 und 15.16 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)] liegen in Tabelle 9.26 vor.

Tabelle 9.25.: Mögliche C-H $\cdots$ Cl und C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

C-H $\cdots$ A	C-H [pm]	H $\cdots$ A [pm]	C $\cdots$ A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C1-H1A $\cdots$ Cl	93(4)	272(4)	361,5(6)	162(3)
C3-H3A $\cdots$ Cl	97(4)	287(4)	374,6(5)	152(3)
C46-H46 $\cdots$ Cl	91(4)	277(4)	358,3 (5)	149(3)
C3-H3A $\cdots$ F52	97(4)	289(3)	316,6 (5)	97(3)
C3-H3B $\cdots$ F52	91(3)	266(3)	316,6(5)	116(2)
C16-H16 $\cdots$ F55	91(4)	260(4)	331,7(6)	136(3)
C24-H24 $\cdots$ F53	100(5)	249(5)	327,5(7)	134(3)
C24-H24 $\cdots$ F52	100(5)	247(5)	340,3(6)	155(4)
C35-H35 $\cdots$ F53	84(5)	282(5)	363,2(6)	161(5)
C44-H44 $\cdots$ F56	84(4)	278(4)	313,5(6)	107(3)
C45-H45 $\cdots$ F56	93(4)	264(4)	310,8 (5)	112(3)
C57-H57C $\cdots$ F55	96	274	321,8(6)	112
C57-H57C $\cdots$ F56	96	246	339,6(6)	166

Tabelle 9.26.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-Cl	237,1(1)	C51-Pd-P1	87,7(1)	Pd-C51-C52-F52	0.6(5)
Pd-P1	224,2(1)	P1-Pd-P2	92,64(4)	P1-Pd-C51-C52	-91.7(3)
Pd-P2	232,2(1)	P2-Pd1-Cl	90,92(4)	P2-Pd-C51-C52	5(3)
Pd-C51	206,2(4)	C51-Pd-Cl	89,1(1)	P1-Pd-P2-C3	27.7(2)
P1-C1	181,4(5)	C51-Pd-P2	177,1(1)	P2-Pd-P1-C1	-31.4(2)
P1-C11	180,7(4)	P1-Pd1-Cl	171,41(4)	C53-C54-O-C57	102.2(5)
P1-C21	181,8(4)	O-C54-C53	120,4(4)	C55-C54-O-C57	-80.4(6)
P2-C3	182,0(5)	O-C54-C55	122,8(5)		
P2-C31	181,3(4)	C54-O-C57	114,5(4)		
P2-C41	181,5(4)				
C54-O	136,3(5)				
C57-O	139,1(5)				
C1-C2	152,0(7)				
C2-C3	152,3(7)				

Tabelle 9.27.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Kristallgestalt	gelbliche Plättchen		
Kristallgröße [mm]	0,12 x 0,11 x 0,07		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1289,80(2)	b = 1173,86(2)	β = 102,545(1)
	c = 2108,54(5)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3116,2(1)		
Empirische Formel	C <sub>34</sub> H <sub>29</sub> ClF <sub>4</sub> OP <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	733,36		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,563		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,835		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	223(2)		
Messbereich	6,82° < 2Θ < 53,00°		
Indexbereich	-16 ≤ h ≤ 16, -14 ≤ k ≤ 14, -26 ≤ l ≤ 26		
F(000)	1480		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Strefaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	32674		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	6435		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	3306		
Verfeinerte Parameter	493		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,696/-1,055		
R <sub>int</sub>	0,1377	R <sub>σ</sub>	0,1714
Goodness of fit	0,939		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0464	R1 (alle Daten)	0,1496
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0603	wR2 (alle Daten)	0,0785

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,85-7,63	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,58-7,28	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,19-7,08	m	4H	
OCH <sub>3</sub>	3,75	s	3H	
CH <sub>2</sub>	2,73-2,58	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,34-2,21	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,13-1,87	m	2H	
FX2/X6	-119,6	m	2F	
FX3/X5	-158,4	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-4,15	m	1P	
P <i>trans</i> Cl	17,22	dt	1P	<sup>2</sup> J(P - P) = 42 <sup>4</sup> J(P - F) = 7

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**9.1.8. cis-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-phenyl)[propan-1,3-diybis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II),  
cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]**

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,51-7,16	m	20H
OCH <sub>3</sub>	3,71	s	6H
CH <sub>2</sub>	2,74-2,58	m	4H
CH <sub>2</sub>	2,13-1,87	m	2H
FX2/X6	-116,3	m	4F
FX3/X5	-159,0	m	4F
P1/2	4,12	m	2P

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard



### 9.1.9. *cis*-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl[propan-1,3-diylobis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

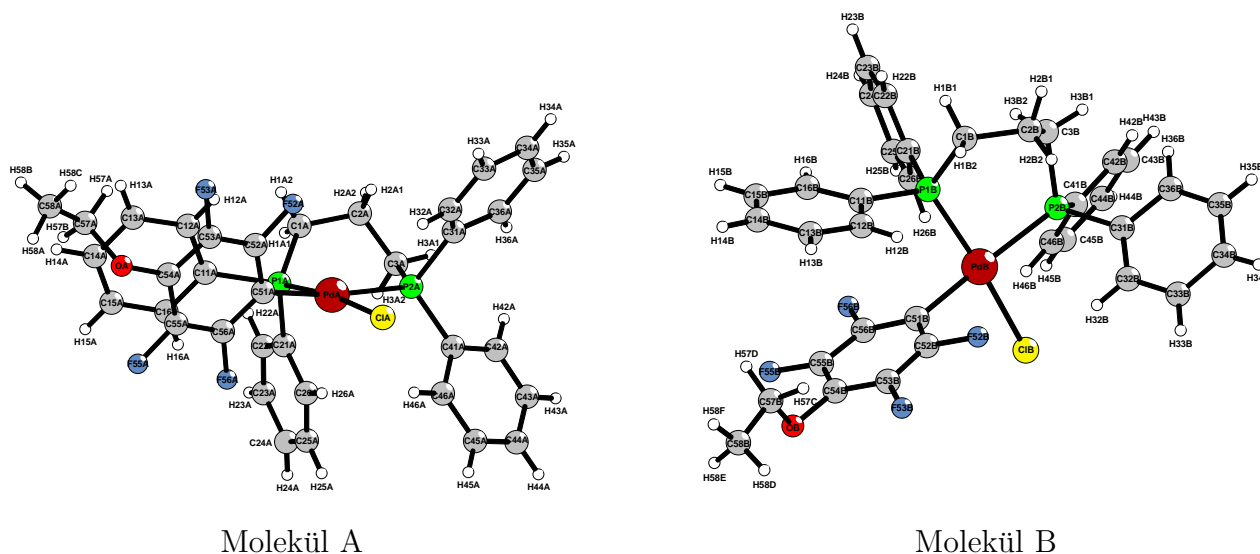


Abbildung 9.10.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]-Moleküle A und B

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete gelbliche, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe  $Pc$  (Nr. 7) gefunden werden. Jedoch zeigte sich bei der Berechnung der Daten ein Zwei-Individuen-Problem. So lag eine Verteilung von 88 % der kristallographisch unterschiedlichen Moleküle A und B zu 12 % unterbesetzten Molekülen C und D des zweiten Kristallindividuums vor. Es war möglich, sowohl die erste Koordinationssphäre der zentralen Palladiumatome PdC und PdD als auch die entsprechende verbrückende Kohlenstoffkette einzulesen. Alle weiteren unterbesetzten Atomlagen der Moleküle C und D konnten aufgrund ihrer geringen Elektronendichte in Nähe der vollbesetzten Moleküle C und D nicht in die Berechnung mit aufgenommen werden. Dies erklärt die relativ hohe Restelextronendichte. Zusätzlich konnten aufgrund der vorliegenden Problematik nur die Atome PdC, ClC, PdD, ClD und P1D der Moleküle C und D anisotrop berechnet werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde

nicht durchgeführt. Tabelle 9.33 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.17, 15.18 und 15.19 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] liegen in den Tabellen 9.30, 9.31 und 9.32 vor.

Tabelle 9.30.: Ausgewählte Bindungslängen von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] in pm

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
PdA-C51A	205,7(6)	PdB-C51B	204,2(6)	PdC-C51C	199(4)	PdD-C51D	203(4)
PdA-P1A	224,8(2)	PdB-P1B	224,6(2)	PdC-P1C	225,9(9)	PdD-P1D	226,5(9)
PdA-P2A	233,8(2)	PdB-P2B	234,2(2)	PdC-P2C	229(3)	PdD-P2D	231(3)
PdA-Cl1A	236,7(2)	PdB-Cl1B	236,3(2)	PdC-ClC	238(1)	PdD-ClD	237(1)
P1A-C1A	183,2(7)	P1B-C1B	183,1(6)	P1C-C1C	181(4)	P1D-C1D	187(4)
P1A-C11A	183,4(6)	P1B-C11B	180,7(6)				
P1A-C21A	182,9(6)	P1B-C21B	182,5(6)				
P2A-C3A	184,4(6)	P2B-C3B	185,2(6)	P2C-C3C	187(6)	P2D-C3D	196(6)
P2A-C31A	180(2)	P2B-C41B	180,8(7)				
P2A-C41A	180,1(7)	P2B-C31B	182(2)				
C1A-C2A	150,5(9)	C1B-C2B	155,2(9)	C1C-C2C	146(6)	C1D-C2D	142(5)
C2A-C3A	151(1)	C2B-C3B	151,0(9)	C2C-C3C	143(7)	C2D-C3D	167(6)
C54A-OA	139,0(8)	C54B-OB	141,1(9)				
C57A-OA	147(1)	C57B-OB	151(1)				
C57A-C58A	140(1)	C57B-C58B	139(1)				

Tabelle 9.31.: Ausgewählte Winkel von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] in °

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
C51A-PdA-P1A	89,6(2)	C51B-PdB-P1B	89,7(2)	C51C-PdC-P1C	92(1)	C51D-PdD-P1D	91(1)
P1A-PdA-P2A	90,40(5)	P1B-PdB-P2B	90,14(5)	P1C-PdC-P2C	90,5(8)	P1D-PdD-P2D	91,7(8)
P2A-PdA-ClA	92,89(6)	P2B-PdB-ClB	92,91(6)	P2C-PdC-ClC	92,2(8)	P2D-PdD-ClD	91,4(8)
C51A-PdA-ClA	87,9(2)	C51B-PdB-ClB	88,1(2)	C51C-PdC-ClC	86(1)	C51D-PdD-ClD	87(1)
C51A-PdA-P2A	172,8(2)	C51B-PdB-P2B	172,5(2)	C51C-PdC-P2C	174(1)	C51D-PdD-P2D	176(1)
P1A-PdA-ClA	173,09(6)	P1B-PdB-ClB	172,87(6)	P1C-PdC-ClC	173,1(4)	P1D-PdD-ClD	173,8(4)
C1A-P1A-PdA	114,3(2)	C1B-P1B-PdB	114,8(2)	C1C-P1C-PdC	113(1)	C1D-P1D-PdD	115(1)
C3A-P2A-PdA	112,7(2)	C3B-P2B-PdB	112,8(2)	C3C-P2C-PdC	115(2)	C3D-P2D-PdD	115(2)
C2A-C1A-P1A	117,8(4)	C2B-C1B-P1B	115,8(4)	C2C-C1C-P1C	120(3)	C2D-C1D-P1D	115(3)
C2A-C3A-P2A	110,7(5)	C2B-C3B-P2B	109,6(5)	C2C-C3C-P2C	115(3)	C2D-C3D-P2D	102(3)
C3A-C2A-C1A	114,3(6)	C3B-C2B-C1B	114,8(5)	C3C-C2C-C1C	119(4)	C1D-C2D-C3D	119(3)
C53A-C54A-OA	121,6(7)	C53B-C54B-OB	123,9(7)				
C55A-C54A-OA	121,9(7)	C55B-C54B-OB	117,8(7)				
C58A-C57A-OA	108,6(8)	C58B-C57B-OB	108,0(9)				
C54A-OA-C57A	114,2(6)	C54B-OB-C57B	111,7(7)				

Tabelle 9.32.: Ausgewählte Torsionswinkel von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] in °

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
C51A-PdA-P2A-C3A	-80(1)	C51B-PdB-P2B-C3B	-79(1)	C51C-PdC-P2C-C3C	-95(12)	C51D-PdD-P2D-C3D	-114(18)
P1A-PdA-P2A-C3A	9,8(3)	P1B-PdB-P2B-C3B	9,6(3)	P1C-PdC-P2C-C3C	19(2)	P1D-PdD-P2D-C3D	10(2)
ClA-PdA-P2A-C3A	-176,3(3)	ClB-PdB-P2B-C3B	-176,8(3)	ClC-PdC-P2C-C3C	-167(2)	ClD-PdD-P2D-C3D	-175(2)
P1A-C1A-C2A-C3A	36,3(8)	P1B-C1B-C2B-C3B	35,4(8)	P1C-C1C-C2C-C3C	36(5)	C1D-C2D-C3D-P1D	47(4)
C1A-C2A-C3A-P2A	-83,9(7)	C1B-C2B-C3B-P2B	-84,2(6)	C1C-C2C-C3C-P2C	-73(5)	P2D-C3D-C2D-C3D	-87(4)
PdA-P2A-C3A-C2A	50,3(5)	PdB-P2B-C3B-C2B	51,0(5)	PdC-P2C-C3C-C2C	35(5)	PdD-P2D-C3D-C2D	44(3)
C51A-PdA-P1A-ClA	125,6(3)	C51B-PdB-P1B-ClB	123,3(3)				
P2A-PdA-P1A-ClA	-47,2(3)	P2B-PdB-P1B-ClB	-49,2(2)				
ClA-PdA-P1A-ClA	-165,7(5)	ClB-PdB-P1B-ClB	-164,6(5)				

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
PdA-P1A-C1A-C2A	35,4(7)	PdB-P1B-C1B-C2B	37,9(6)				
P1A-PdA-C51A-C52A	-105,8(5)	P1B-PdB-C51B-C52B	-106,0(5)				
P2A-PdA-C51A-C52A	-16(2)	P2B-PdB-C51B-C52B	-17(2)				
C1A-PdA-C51A-C52A	80,6(5)	C1B-PdB-C51B-C52B	80,8(5)				
P1A-PdA-C51A-C56A	71,4(5)	P1B-PdB-C51B-C56B	73,6(5)				
P2A-PdA-C51A-C56A	162(1)	P2B-PdB-C51B-C56B	162,6(9)				
C1A-PdA-C51A-C56A	-102,2(5)	C1B-PdB-C51B-C56B	-99,6(5)				
PdA-C51A-C56A-F56A	1,7(9)	PdB-C51B-C52B-F52B	-0,5(7)				

Tabelle 9.33.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Kristallgestalt	gelbliche Nadeln		
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,25 x 0,08		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P c (Nr. 7)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1487,07(2) b = 1547,46(1)    β = 103,727(1) c = 1411,10(1)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3154,45(5)		
Empirische Formel	C <sub>35</sub> H <sub>31</sub> ClF <sub>4</sub> OP <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	747,39		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,574		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,827		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	223(2)		
Messbereich	2,64° < 2θ < 56,18°		
Indexbereich	-19 ≤ h ≤ 19, -20 ≤ k ≤ 20, -18 ≤ l ≤ 17		
F(000)	1512		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	49893		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	14877		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	11531		
Verfeinerte Parameter	885		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,520/-0,570		
R <sub>int</sub>	0,0583	R <sub>σ</sub>	0,0618
Goodness of fit	1,056		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0524	R1 (alle Daten)	0,0790
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,1326	wR2 (alle Daten)	0,1508
Flack-x-Parameter	-0,01(3)		

**NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]**

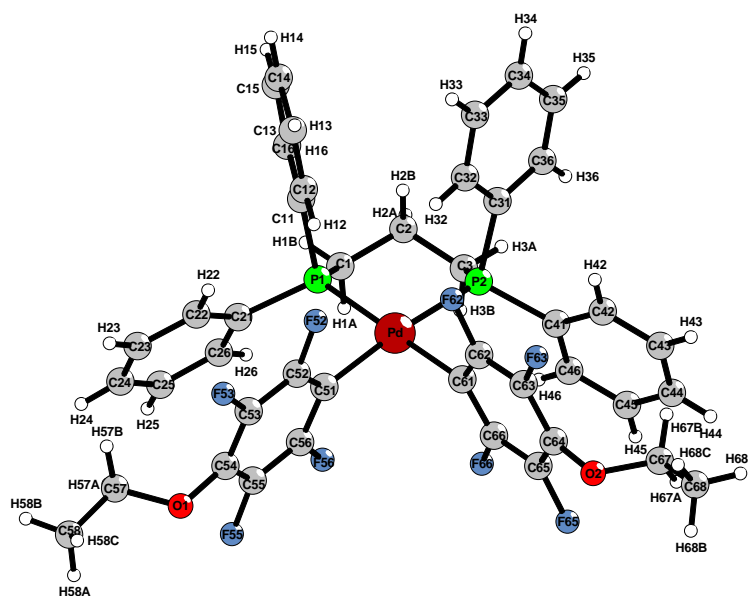
Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,88-7,71	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,53-7,27	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,19-7,08	m	4H	
OCH <sub>2</sub>	3,93	q	2H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
CH <sub>2</sub>	2,69-2,58	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,32-2,20	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,13-1,86	m	2H	
CH <sub>3</sub>	1,25	t	3H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
FX2/X6	-119,8	m	2F	
FX3/X5	-157,8	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-4,17	m	1P	
P <i>trans</i> Cl	17,19	dt	1P	<sup>2</sup> J(P – P) = 42 <sup>4</sup> J(P – F) = 7

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**9.1.10. *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl)[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen U<sub>eq</sub>-Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.37 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.20, 15.21 und 15.22 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton liegen in Tabelle 9.36 vor.

Abbildung 9.11.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 AcetonTabelle 9.35.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F53	97	255	350,3(3)	168,7
C1A-H1A2...F62	96	282	312,0(4)	99,4
C1A-H1A2...F63	96	267	357,6(5)	156,8
C1A-H1A3...F55	96	254	332,7(5)	139,7
C3-H3A...F63	97	277	358,0(4)	141,6
C3A-H3A3...F62	96	290	333,3(5)	108,4
C12-H12...F52	93	255	346,3(4)	168,0
C16-H16...F53	93	254	341,1(4)	155,3
C32-H32...F62	93	264	334,5(4)	132,6
C34-H34...F55	93	270	335,1(4)	128,0
C35-H35...F65	93	262	341,4(4)	144,2
C36-H36...F63	93	256	311,3(4)	118,4
C43-H43...F56	93	261	314,5(4)	116,8
C43-H43...F66	93	253	332,4(4)	143,7
C44-H44...F56	93	254	311,3(4)	119,8
C57-H57B...F53	97	260	331,8(5)	130,7
C57-H57B...F53	97	285	331,8(5)	110,5
C67-H67A...F55	97	279	364,8(5)	147,8
C67-H67A...F56	97	276	342,0(4)	125,9
C67-H67A...F65	97	290	333,2(4)	108,1
C67-H67B...F66	97	231	325,8(4)	164,8

Tabelle 9.36.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-P1	231,74(8)	C51-Pd-P1	91,60(8)	Pd-C51-C52-F52	-0,6(4)
Pd-P2	230,75(8)	P1-Pd-P2	92,09(3)	Pd-C61-C62-F62	-1,1(4)
Pd-C51	207,7(3)	C61-Pd-P2	89,06(8)	P1-Pd1-C51-C52	-95,9(2)
Pd-C61	206,1(3)	C61-Pd-C51	87,4(1)	P2-Pd1-C51-C52	124,6(9)
P1-C1	182,6(3)	C51-Pd-P2	175,15(8)	P1-Pd1-C61-C62	-24,(2)
P1-C11	182,2(3)	C61-Pd-P1	177,62(8)	P2-Pd1-C61-C62	94,9(2)
P1-C21	182,3(3)	O1-C54-C53	122,8(3)	C51-Pd-C61-C62	-88,4(2)
P2-C3	184,0(3)	O1-C54-C55	121,2(3)	C61-Pd-C51-C52	81,9(3)
P2-C31	181,9(3)	O1-C57-C58	113,1(4)	P1-C1-C2-C3	72,9(3)
P2-C41	182,2(3)	O2-C64-C63	120,6(3)	C1-C2-C3-P2	-73,5(3)
C1-C2	152,7(4)	O2-C64-C65	122,9(3)	C53-C54-O1-C57	88,0(4)
C2-C3	152,5(4)	O2-C67-C68	111,7(3)	C55-C54-O1-C57	-95,4(4)
C54-O1	137,4(4)	C54-O1-C57	114,6(3)	C58-C57-O1-C54	175,1(4)
C57-O1	141,9(4)	C64-O2-C67	116,6(3)	C65-C64-O2-C67	88,9(4)
C57-C58	144,1(5)			C63-C64-O2-C67	-95,9(4)
C64-O2	136,9(4)				
C67-O2	139,9(4)				
C67-C68	147,5(4)				

Tabelle 9.37.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,43 x 0,11 x 0,16
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 979,57(1) b = 3594,10(4)    β = 102,529(1) c = 2160,06(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4330,61(9)
Empirische Formel	C <sub>42</sub> H <sub>42</sub> F <sub>8</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	963,14
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,477
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,577
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	223(2)
Messbereich	4,82° < 2θ < 55,00°
Indexbereich	-12 ≤ h ≤ 12, -41 ≤ k ≤ 46, -16 ≤ l ≤ 16
F(000)	1960
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren

Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	36604		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	9913		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	6105		
Verfeinerte Parameter	545		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- pm^{-3}$ ]	0,717/-0,354		
$R_{int}$	0,0879	$R_\sigma$	0,0924
Goodness of fit	0,947		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0424	R1 (alle Daten)	0,0955
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0831	wR2 (alle Daten)	0,0967

### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,50-7,36	m	8H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,34-7,17	m	12H	
OCH <sub>2</sub>	3,90	q	4H	<sup>3</sup> J(H57/67 – H58/68) = 7
CH <sub>2</sub>	2,75-2,61	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,14-1,86	m	2H	
CH <sub>3</sub>	1,22	t	6H	<sup>3</sup> J(H57/67 – H58/68) = 7
FX2/X6	-116,5	m	4F	
FX3/X5	-158,5	m	4F	
P1/2	3,99	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### IR-spektroskopische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)]

IR [ $cm^{-1}$ ] Intensität: 3082w, 3061 m, 2978 s, 2922 m, 2894 m, 1632 w, 1589 w, 1574 w, 1475 vs, 1450 vs, 1437 vs, 1418 sh, 1387 s, 1365 m, 1345 s, 1315 m, 1276 m, 1244 w, 1188 w, 1161 w, 1138 m, 1107 s, 1076 vs, 1051 sh, 1028 m, 1013 m, 999 m, 951 vs, 910 m, 864 m, 829 w, 775 s, 744 vs, 698 sh, 690 vs, 658 m, 552 m, 513 vs, 503 sh, 457 m und 434 m.

**9.1.11. cis-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl[propan-1,3-diybis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II),  
cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]**

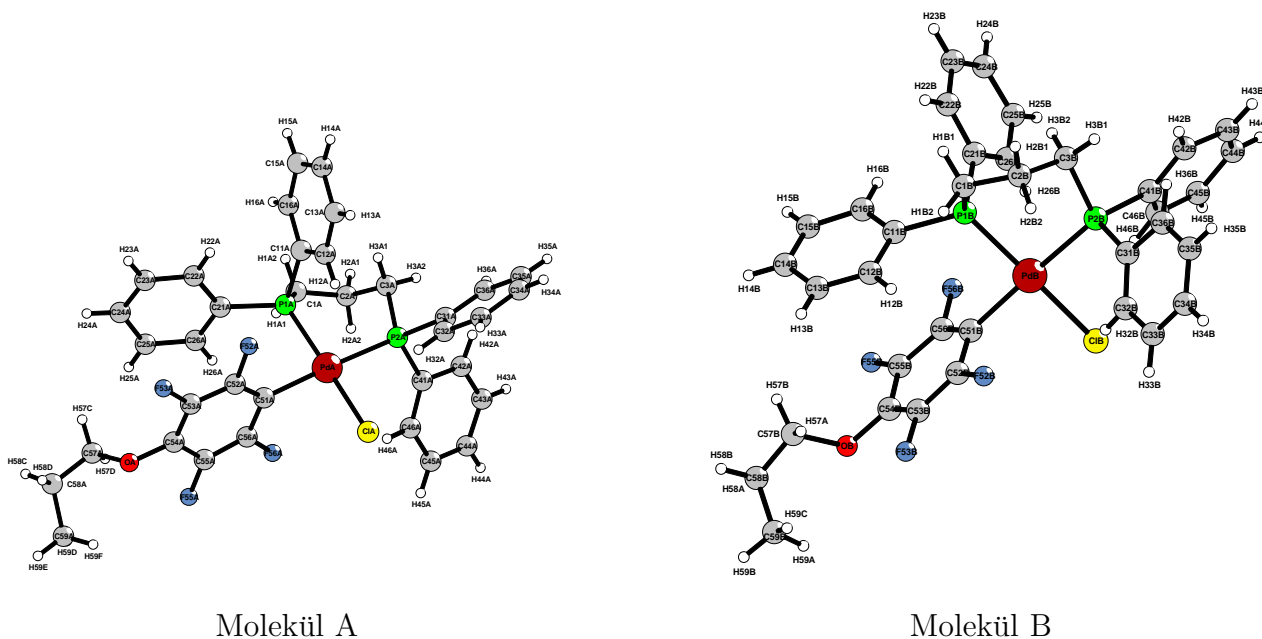


Abbildung 9.12.: Molekülstrukturen der zwei kristallographisch unterschiedlichen *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]-Moleküle A und B

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe  $Pc$  (Nr. 7) gefunden werden. Jedoch zeigte sich bei der Berechnung der Daten ein Zwei-Individuen-Problem. So lag eine Verteilung von 90 % der kristallographisch unterschiedlichen Moleküle A und B zu 10 % unterbesetzten Molekülen C und D des zweiten Kristallindividuums vor. Es war möglich, die erste Koordinationssphäre der zentralen Palladiumatome PdC und PdD zu bestimmen. Alle weiteren unterbesetzten Atomlagen der Moleküle C und D konnten aufgrund ihrer geringen Elektronendichte in Nähe der vollbesetzten Moleküle C und D nicht in die Berechnung mit aufgenommen werden. Dies erklärt die relativ hohe Restelektronendichte. Zusätzlich konnten aufgrund der vorliegenden Problematik nur die Palladiumatome PdC und PdD der Moleküle C und D anisotrop berechnet werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen



$U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.42 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.23, 15.24 und 15.25 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] liegen in den Tabellen 9.39, 9.40 und 9.41 vor.

Tabelle 9.39.: Ausgewählte Bindungslängen von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] in pm

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
PdA-C51A	204,2(7)	PdB-C51B	205,8(6)				
PdA-P1A	224,8(2)	PdB-P1B	224,9(2)	PdC-P1C	227(1)	PdD-P1D	226(1)
PdA-P2A	234,0(2)	PdB-P2B	234,1(2)	PdC-P2C	221(3)	PdD-P2D	222(3)
PdA-Cl1A	236,0(2)	PdB-Cl1B	235,9(2)	PdC-ClC	240(1)	PdD-ClD	235(1)
P1A-C1A	182,7(7)	P1B-C1B	182,9(7)				
P1A-C11A	183,3(7)	P1B-C11B	180,0(7)				
P1A-C21A	181,3(7)	P1B-C21B	183,1(7)				
P2A-C3A	183,5(7)	P2B-C3B	182,9(7)				
P2A-C31A	182,3(7)	P2B-C31B	177(2)				
P2A-C41A	182(1)	P2B-C41B	183,7(8)				
C1A-C2A	150(1)	C1B-C2B	153(1)				
C2A-C3A	152(1)	C2B-C3B	153(1)				
C54A-OA	138,4(9)	C54B-OB	141(1)				
C57A-C58A	143(1)	C57B-C58B	141(2)				
C57A-OA	148(1)	C57B-OB	157(1)				
C58A-C59A	151(1)	C58B-C59B	148(2)				

Tabelle 9.40.: Ausgewählte Winkel von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] in °

Molekül A		Molekül B		Molekül C		Molekül D	
C51A-PdA-P1A	88,6(2)	C51B-PdB-P1B	89,7(2)				
P1A-PdA-P2A	90,21(6)	P1B-PdB-P2B	90,21(6)	P2C-PdC-P1C	91,9(9)	P2D-PdD-P1D	92(1)
P2A-PdA-ClA	93,40(6)	P2B-PdB-ClB	93,33(6)	P2C-PdC-ClC	92,0(9)	P2D-PdD-ClD	92(1)
C51A-PdA-ClA	88,5(2)	C51B-PdB-ClB	87,7(2)				
C51A-PdA-P2A	172,6(2)	C51B-PdB-P2B	171,6(2)				
P1A-PdA-ClA	173,61(7)	P1B-PdB-ClB	172,93(7)	P1C-PdC-ClC	175,1(5)	P1D-PdD-ClD	172,9(5)
C1A-P1A-PdA	113,9(3)	C1B-P1B-PdB	114,4(3)				
C3A-P2A-PdA	113,5(2)	C3B-P2B-PdB	113,4(2)				
C2A-C1A-P1A	118,2(5)	C2B-C1B-P1B	116,3(5)				
C1A-C2A-C3A	116,4(7)	C3B-C2B-C1B	116,4(6)				
C2A-C3A-P2A	111,1(6)	C2B-C3B-P2B	110,4(5)				
C53A-C54AOA	121,0(8)	C53B-C54B-OB	122,1(7)				
C55A-C54AOA	121,8(7)	C55B-C54B-OB	118,9(7)				
C58A-C57AOA	108,6(7)	C58B-C57B-OB	107,0(9)				
C57A-C58A-C59A	112,8(8)	C57B-C58B-C59B	115(1)				
C54A-OA-C57A	115,1(6)	C54B-OB-C57B	112,9(8)				

Tabelle 9.41.: Ausgewählte Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] in °

Molekül A		Molekül B	
PdA-C51A-C52A-F52A	-1(1)	PdB-C51B-C52B-F52B	2,5(8)
C51A-PdA-P2A-C3A	72(2)	C51B-PdB-P2B-C3B	-80(1)
P1A-PdA-P2A-C3A	-8,7(3)	P1B-PdB-P2B-C3B	8,6(3)
C1A-PdA-P2A-C3A	176,6(3)	C1B-PdB-P2B-C3B	-177,5(3)
P1A-C1A-C2A-C3A	-30(1)	P1B-C1B-C2B-C3B	31,3(9)
C1A-C2A-C3A-P2A	79,5(8)	C1B-C2B-C3B-P2B	-81,1(7)
PdA-P2A-C3A-C2A	-49,9(6)	PdB-P2B-C3B-C2B	50,4(6)

Tabelle 9.42.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Kristallgestalt	farblose Nadeln		
Kristallgröße [mm]	0,35 x 0,14 x 0,10		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P c (Nr. 7)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1501,35(4) b = 1564,53(2)     β = 103,613(1) c = 1413,35(1)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3226,6(1)		
Empirische Formel	C <sub>36</sub> H <sub>33</sub> ClF <sub>4</sub> OP <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	761,41		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,567		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,801		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	223(2)		
Messbereich	2,64° < 2Θ < 56,18°		
Indexbereich	-19 ≤ h ≤ 19, -20 ≤ k ≤ 20, -18 ≤ l ≤ 18		
F(000)	1544		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	37978		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	14592		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	10517		
Verfeinerte Parameter	856		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,298/-0,559		
R <sub>int</sub>	0,0649	R <sub>σ</sub>	0,0885

Goodness of fit	1,018		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0552	R1 (alle Daten)	0,0922
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1304	wR2 (alle Daten)	0,1512
Flack-x-Parameter	-0,01(3)		

### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

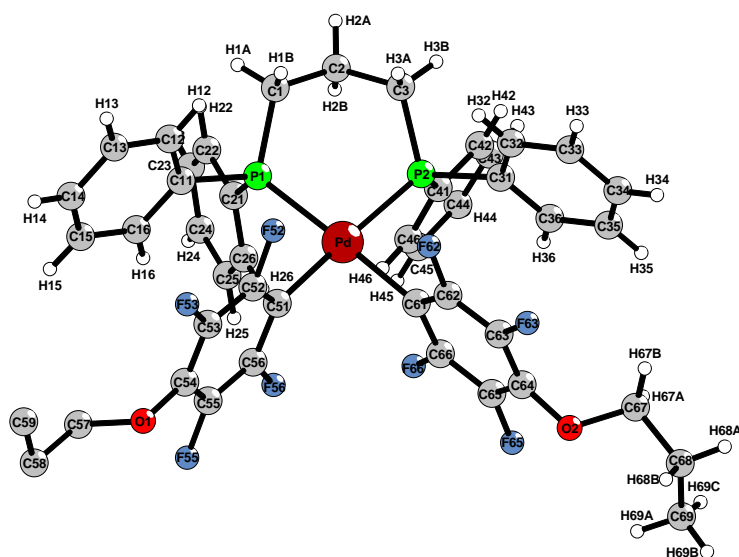
Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,85-7,70	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,50-7,30	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,21-7,08	m	4H	
OCH <sub>2</sub>	3,83	t	2H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
CH <sub>2</sub>	2,71-2,56	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,32-2,21	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,14-1,86	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,64	sxt	2H	<sup>3</sup> J(H57,H59 – H58) = 7
CH <sub>3</sub>	0,94	t	3H	<sup>3</sup> J(H58 – H59) = 7
FX2/X6	-119,9	m	2F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 273
FX3/X5	-157,8	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-4,20	m	1P	
P <i>trans</i> Cl	17,18	dt	1P	<sup>2</sup> J(P – P) = 42 <sup>4</sup> J(P – F) = 7

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFC<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.12. *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl)[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen U<sub>eq</sub>-Wert der verknüpften Kohlenstoffatome.

Abbildung 9.13.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Aufgrund der starken Fehlordnung der n-Propoxy-Gruppe C57-C59 (Abb. 4.44) wurden die entsprechenden Wasserstoffatome H57-H59 nicht bestimmt. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.46 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.26, 15.27 und 15.28 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton liegen in Tabelle 9.45 vor.

Tabelle 9.44.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1A...F55	97	253	350,1(4)	176,2
C1A-H1A1...F66	96	283	336,4(7)	116,0
C3-H3B...F65	97	267	350,9(4)	144,6
C3A-H3A2...F53	96	241	334,4(6)	164,9
C3A-H3A3...F65	96	269	362,2(6)	163,3
C3A-H3A3...F66	96	278	317,3(5)	105,2
C22-H22...F55	93	258	347,8(4)	163,2
C26-H26...F56	93	255	344,3(4)	161,1
C34-H34...F52	93	259	320,0(4)	123,3
C35-H35...F62	93	249	334,9(4)	153,1
C35-H35...F52	93	259	319,9(4)	123,3
C42-H42...F65	93	265	325,9(4)	123,4
C43-H43...F63	93	277	354,9(4)	142,0
C46-H46...F66	93	260	328,2(4)	130,6

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C67-H67A...F62	97	242	337,6(5)	166,9
C67-H67B...F52	97	290	342,3(4)	115,0
C67-H67B...F53	97	287	357,7(5)	130,1
C67-H67B...F63	97	283	329,4(4)	109,9
C68-H68A...F53	97	285	351,8(5)	126,5

Tabelle 9.45.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-P1	231,30(8)	C51-Pd-P1	91,12(8)	Pd-C51-C56-F56	1,2(4)
Pd-P2	230,94(8)	P1-Pd-P2	92,54(3)	Pd-C61-C66-F66	-2,0(4)
Pd-C51	207,1(3)	P2-Pd-C61	88,87(7)	P1-Pd-C51-C52	-81,0(2)
Pd-C61	206,1(3)	C61-Pd-C51	87,5(1)	P2-Pd-C51-C52	57(1)
P2-C3	182,7(3)	C51 Pd1 P2	175,05(8)	P1-Pd-C61-C62	-125(3)
P2-C31	181,9(3)	C61 Pd1 P1	178,32(8)	P2-Pd-C61-C62	87,9(2)
P2-C41	182,0(3)	O1-C54-C53	120,4(3)	C51-Pd-C61-C62	-88,7(2)
P1-C1	182,7(3)	O1-C54-C55	122,6(3)	C61-Pd-C51-C52	100,0(2)
P1-C11	182,8(3)	O1-C57-C58	111,9(6)	P1-C1-C2-C3	-73,2(3)
P1-C21	182,6(3)	O2-C64-C63	122,2(3)	C1-C2-C3-P2	75,5(3)
C1-C2	152,6(5)	O2-C64-C65	121,0(3)	C58-C57-O1-C54	-174,9(7)
C2-C3	153,7(4)	O2-C67-C68	107,8(3)	P1-Pd-C51-C56	98,4(2)
O1-C54	137,6(4)	C54-O1-C57	114,9(4)	P2-Pd-C51-C56	-124,0(8)
O1-C57	140,7(7)	C64-O2-C67	115,5(2)	P1-Pd-C61-C66	58(3)
O2-C64	137,6(3)			P2-Pd-C61-C66	-89,4(2)
O2-C67	142,2(4)				
C57-C58	150,9(9)				
C58-C59	123(1)				
C67-C68	152,0(5)				
C68-C69	142,1(6)				

Tabelle 9.46.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,29 x 0,25 x 0,20
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 975,05(1) b = 3657,72(3)     β = 102,384(1) c = 1309,67(1)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4562,20(7)
Empirische Formel	C <sub>48</sub> H <sub>46</sub> F <sub>8</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pd

Molmasse [g/mol]	991,19		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,443		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,570		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	223(2)		
Messbereich	4,62° < 2 $\Theta$ < 50,00°		
Indexbereich	-11 $\leq$ h $\leq$ 11, -43 $\leq$ k $\leq$ 43, -15 $\leq$ l $\leq$ 15		
F(000)	2024		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	40464		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	8020		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	6340		
Verfeinerte Parameter	562		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,600/-0,368		
R <sub>int</sub>	0,0573	R $_{\sigma}$	0,0368
Goodness of fit	1,031		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0349	R1 (alle Daten)	0,0514
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0863	wR2 (alle Daten)	0,0932

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,47-7,35	m	8H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,35-7,26	m	12H	
OCH <sub>2</sub>	3,79	t	4H	<sup>3</sup> J(H57/67 – H58/68) = 7
CH <sub>2</sub>	2,73-2,63	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,14-1,88	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,61	sxt	4H	<sup>3</sup> J(H57/67,H59/69 – H58/68) = 7
CH <sub>3</sub>	0,92	t	6H	<sup>3</sup> J(H58/68 – H59/69) = 7
FX2/X6	-116,6	m	4F	
FX3/X5	-158,5	m	4F	
P1/2	4,04	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3078 w, 3057 w, 2968 m, 2933 m, 2879 m, 1711 s, 1630 w, 1589 w, 1574 w, 1479 vs, 1450 vs, 1437 vs, 1387 s, 1344 s, 1314 m, 1276 m, 1242 w, 1221 m, 1188 w, 1159 m, 1134 w, 1103 s, 1078 vs, 1051 sh, 999 m, 951 vs, 910 m, 829 m, 791 sh, 781 m, 758 sh, 743 s, 698 sh, 690 s, 662 m, 550 w, 515 s, 494 m, 455 w und 430 w.

**9.1.13. cis-Chloropentafluorphenyl[ethen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]palladium(II), cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppey)]****NMR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppey)]**

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-117,6	m	2F	
FX4	-160,7	t	1F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-163,4	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	65,46	d	1P	<sup>2</sup> J(P – P) = 42
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	60,09	m	1P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**9.1.14. cis-Bispentafluorphenyl[ethen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]palladium(II), cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppey)]****NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppey)]**

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-115,2	m	4F	
FX4	-161,5	m	2F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-164,1	m	4F	
P1/2	60,10	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.15. **cis-Chloropentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]**

#### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	2,43-2,25	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,16-1,92	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,90-1,55	m	10H	
CH <sub>3</sub>	1,38-1,11	m	12H	
FX2/X6	-117,4	m	2F	
FX4	-160,7	t	1F	${}^3J(\text{FX4} - \text{FX3/X5}) = 20$
FX3/X5	-162,7	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	19,51	d	1P	${}^2J(\text{P} - \text{P}) = 30$
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	7,46	m	1P	

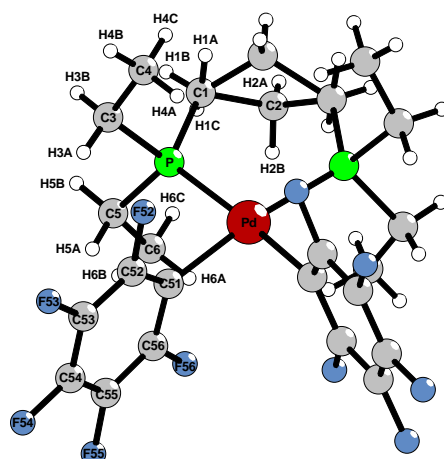
CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.16. **cis-Bispentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

#### Röntgenographische Charakterisierung von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der orthorhombischen Raumgruppe P bcn (Nr. 60) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red [88] und X-Shape [91] durchgeführt. Tabelle 9.53 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.29 und 15.30 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] liegen in Tabelle 9.52 vor.



Abbildung 9.14.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]Tabelle 9.51.: Mögliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

C-H $\cdots$ F	C-H [pm]	H $\cdots$ F [pm]	C $\cdots$ F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B $\cdots$ F54	83(3)	278(4)	349,8(3)	145(3)
C1-H1C $\cdots$ F55	88(5)	249(5)	319,2(3)	137(4)
C1-H1C $\cdots$ F55	88(5)	249(5)	319,2(3)	137(4)
C2-H2A $\cdots$ F55	79(5)	262(5)	312,5(5)	124(4)
C3-H3A $\cdots$ F52	92(3)	285(2)	336,7(3)	117(2)
C4-H4A $\cdots$ F52	94(3)	266(2)	324,3(3)	121(2)
C4-H4C $\cdots$ F55	92(3)	275(3)	335,1(3)	124(2)
C5-H5B $\cdots$ F52	98(2)	285(2)	339,7(2)	116(2)
C5-H5B $\cdots$ F54	98(2)	267(2)	349,3(2)	142(2)
C5-H5B $\cdots$ F56	98(2)	256(2)	330,9(2)	134(2)
C6-H6A $\cdots$ F56	99(2)	269(2)	336,9(3)	126(2)
C6-H6B $\cdots$ F52	93(3)	286(3)	350,3(3)	127(2)

Tabelle 9.52.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-P	228,45(5)	C51-Pd-P	89,16(5)	Pd-C51-C52-F52	6,0(3)
Pd-C51	207,8(2)	P-Pd-P	96,13(3)	Pd-C51-C56-F56	-6,8(2)
P-C1	183,2(2)	C51-Pd-C51	85,8(1)	P-Pd-C51-C56	94,2(2)
P-C3	182,4(2)	C51-Pd-P	173,52(5)	P-Pd-C51-C52	-92,6(2)
P-C5	182,5(2)	C1-C2-C1	114,1(3)	P-Pd-P-C1	-2,0(1)
C1 C2	157,6(5)	C2-C1-P	118,7(2)	C51-Pd-P-C1	-178,2(1)
C2 C1	145,0(5)			Pd-P-C1-C2	34,9(3)
C2 C2	144(1)				

Tabelle 9.53.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Kristallgestalt	farblose Plättchen		
Kristallgröße [mm]	0,12 x 0,10 x 0,10		
Kristallsystem	orthorhombisch		
Raumgruppe	P bcn (Nr. 60)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1332,90(1) b = 1876,02(2) c = 1019,63(1)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2549,44(4)		
Empirische Formel	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	660,78		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,722		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,938		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	6,64° < 2Θ < 49,98°		
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 15, -22 ≤ k ≤ 22, -10 ≤ l ≤ 12		
F(000)	1320		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	31910		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2236		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	1967		
Verfeinerte Parameter	228		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,309/-0,437		
R <sub>int</sub>	0,0456	R <sub>σ</sub>	0,0163
Goodness of fit	1,057		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0192	R1 (alle Daten)	0,0242
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0491	wR2 (alle Daten)	0,0469

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	2,15-1,94	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,73-1,65	m	4H	
CH <sub>2</sub>	1,64-1,49	m	8H	
CH <sub>3</sub>	1,24-1,10	m	12H	
FX2/X6	-114,8	m	4F	
FX4	-161,5	t	2F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-163,3	m	4F	
P1/2	3,99	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**Massenspektrometrische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

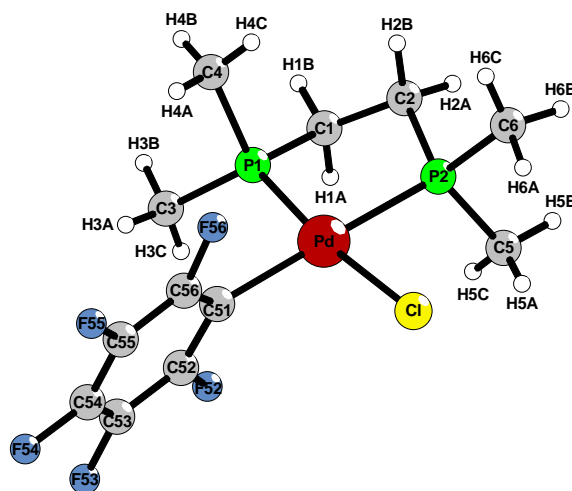
m/z	relative Intensität	Zuordnung
1343	5	2M + Na <sup>+</sup>
757	45	M + Na <sup>+</sup> + Aceton
715	100	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
683	28	M + Na <sup>+</sup>
525	10	M – (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> + MeOH

**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2972 s, 2940 m, 2926 m, 2904 m, 2879 m, 1634 m, 1606 w, 1543 w, 1526 m, 1500 vs, 1461 sh, 1450 vs, 1433 sh, 1418 s, 1379 s, 1365 m, 1352 m, 1340 m, 1279 m, 1265 m, 1254 m, 1159 m, 1059 s, 1043 s, 1020 s, 951 vs, 833 m, 795 m, 766 vs, 734 m, 714 s, 689 m, 654 m, 629 m, 482 vw, 463 w und 446 vw.

**9.1.17. cis-Chloropentafluorphenyl[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2$ P]palladium(II), cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)]****Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur

Abbildung 9.15.: Molekülstruktur von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

in der orthorhombischen Raumgruppe *P bca* (Nr. 61) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red [88] und X-Shape [91] durchgeführt. Tabelle 9.58 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.31 und 15.32 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py liegen in Tabelle 9.57 vor.

Tabelle 9.56.: Mögliche C-H...Cl- und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1A...Cl	101(5)	285(5)	381,7(4)	161(3)
C2-H2B...Cl	106(5)	272(5)	376,6(4)	169(4)
C5-H5C...Cl	97(6)	276(6)	372,0(5)	171(4)
C1-H1B...F56	100(5)	251(5)	341,4(5)	149(4)
C2-H2A...F52	101(5)	231(5)	320,1(5)	147(4)
C3-H3A...F55	92(6)	278(6)	369,4(6)	170(4)
C3-H3B...F54	107(6)	276(6)	367,9(7)	144(4)
C3-H3B...F56	107(6)	278(6)	369,2(6)	144(4)
C4-H4A...F54	95(5)	247(5)	337,9(6)	160(4)
C4-H4B...F56	97(5)	275(5)	357,2(6)	143(4)

Tabelle 9.57.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-Cl	238,6(1)	C51-Pd-P1	92,8(1)	Pd-C51-C52-F52	-8,1(6)
Pd-P1	221,9(1)	P1-Pd-P2	85,31(4)	P1-Pd-P2-C2	4,1(2)
Pd-P2	228,5(1)	P2-Pd-Cl	88,20(4)	P2-Pd-P1-C1	18,8(2)
Pd-C51	209,8(4)	Cl-Pd-C51	93,8(1)	C51-Pd-P1-C1	-157,7(2)
P1-C1	182,6(4)	P2-Pd-C51	176,1(1)	C51-Pd-P2-C2	-66(2)
P2-C2	184,0(4)	P1-Pd-Cl	173,04(4)	Cl-Pd-P1-C1	40,2(4)
P1-C3	180,1(5)			Cl-Pd-P2-C2	-173,3(2)
P1-C4	181,1(5)			P1-C1-C2-P2	47,1(4)
P2-C5	180,5(5)				
P2-C6	181,3(4)				
C1-C2	152,7(6)				

Tabelle 9.58.: Kristallographische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

Kristallgestalt	farblose Polyeder
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,15 x 0,10
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	P bca (Nr. 61)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1286,44(2) b = 1184,24(1) c = 2370,04(3)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3610,65(8)
Empirische Formel	C <sub>14,5</sub> H <sub>18,5</sub> ClF <sub>5</sub> N <sub>0,5</sub> P <sub>2</sub> Pd
Molmasse [g/mol]	
Zahl der Formeleinheiten	8
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,821
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,395
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	6,88° < 2Θ < 54,99°
Indexbereich	-16 ≤ h ≤ 16, -15 ≤ k ≤ 15, -30 ≤ l ≤ 30
F(000)	1952
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]
Zahl der gemessenen Reflexe	46867
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	4135

Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	3350		
Verfeinerte Parameter	266		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- pm^{-3}$ ]	1,851/-0,713		
$R_{int}$	0,0600	$R_\sigma$	0,0314
Goodness of fit	1,099		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0421	R1 (alle Daten)	0,0596
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0882	wR2 (alle Daten)	0,0943

### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)]

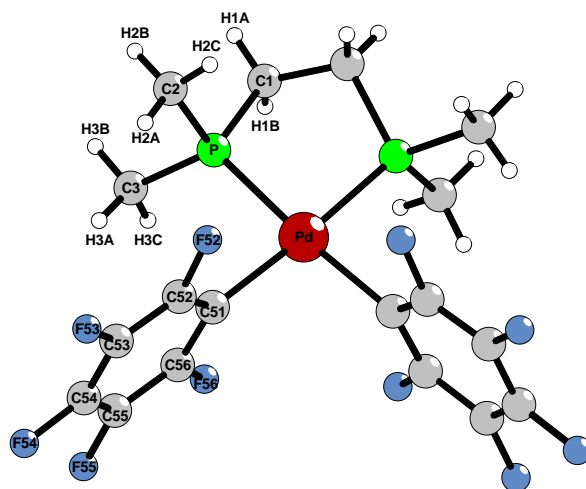
Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	2,38	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,96	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,72	m	6H	
CH <sub>3</sub>	1,54	m	6H	
FX2/X6	-117,3	m	2F	
FX4	-160,4	t	1F	$^3J(FX4 - FX3/X5) = 20$
FX3/X5	-162,8	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	47,15	m	1P	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	42,76	m	1P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.18. *cis*-Bispentafluorphenyl[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)- $\kappa^2P$ ]palladium(II), *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, C-zentrierten Raumgruppe C 2/c (Nr. 15) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red [88] und X-Shape [91] durchgeführt. Tabelle 9.62 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.33 und 15.34 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)] liegen in Tabelle 9.61 vor.

Abbildung 9.16.: Molekülstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]Tabelle 9.60.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F56	90(3)	248(4)	335,2(3)	161(3)
C2-H2A...F52	96(3)	281(3)	351,9(4)	131(2)
C2-H2A...F53	96(3)	272(4)	337,8(4)	126(3)
C2-H2A...F54	96(3)	284(4)	346,4(4)	124(3)
C2-H2B...F53	95(4)	287(4)	374,6(4)	153(3)
C2-H2C...F55	92(4)	289(4)	351,3(4)	126(3)
C3-H3A...F54	93(3)	258(3)	331,2(4)	135(3)
C3-H3A...F53	93(3)	281(3)	335,0(4)	118(2)
C3-H3B...F52	99(3)	269(3)	313,0(4)	107(2)
C3-H3B...F54	99(3)	260(3)	353,2(4)	157(3)
C3-H3C...F52	95(4)	272(4)	313,0(4)	107(2)
C3-H3C...F56	95(4)	254(4)	329,8(4)	137(3)

Tabelle 9.61.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pd-P	226,73(8)	C51-Pd-P	90,09(8)	Pd-C51-C52-F52	-2,7(4)
Pd-C51	209,2(3)	P-Pd-P*	85,89(4)	Pd-C51*-C56*-F56*	2,5(4)
P-C1	183,5(3)	C51-Pd-C51*	94,0(2)	P-Pd-C51-C52	-86,8(2)
P-C2	181,0(3)	C51-Pd-P*	175,86(8)	P*-Pd-C51*-C56*	88,4(2)
P-C3	181,1(3)			P-Pd-P-C1	10,9(1)
C1-C1*	153,0(6)				

Tabelle 9.62.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Kristallgestalt	farblose Plättchen		
Kristallgröße [mm]	0,39 x 0,26 x 0,20		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	C 2/c (Nr. 15)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1983,35(4)		
	b = 858,90(2)	β = 110,108(1)	
	c = 1310,63(3)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2096,57(8)		
Empirische Formel	C <sub>18</sub> H <sub>16</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pd		
Molmasse [g/mol]	590,65		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,871		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,128		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	7,86° < 2Θ < 50,00°		
Indexbereich	-23 ≤ h ≤ 23, -10 ≤ k ≤ 10, -15 ≤ l ≤ 15		
F(000)	1160		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	11741		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	1836		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	1707		
Verfeinerte Parameter	173		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,631/-0,720		
R <sub>int</sub>	0,0785	R <sub>σ</sub>	0,0364
Goodness of fit	1,081		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0346	R1 (alle Daten)	0,0373
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0878	wR2 (alle Daten)	0,0896



**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	1,94	m	4F	
CH <sub>3</sub>	1,45	m	12F	
FX2/X6	-115,6	m	4F	
FX4	-161,4	t	2F	<sup>3</sup> J(FX4 – FX3/X5) = 20
FX3/X5	-163,4	m	4F	
P1/2	35,48	m	2P	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard**Massenspektrometrische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]**

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1203	7	2M + Na <sup>+</sup>
687	100	M + K <sup>+</sup> + Aceton
645	48	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
613	7	M + Na <sup>+</sup>

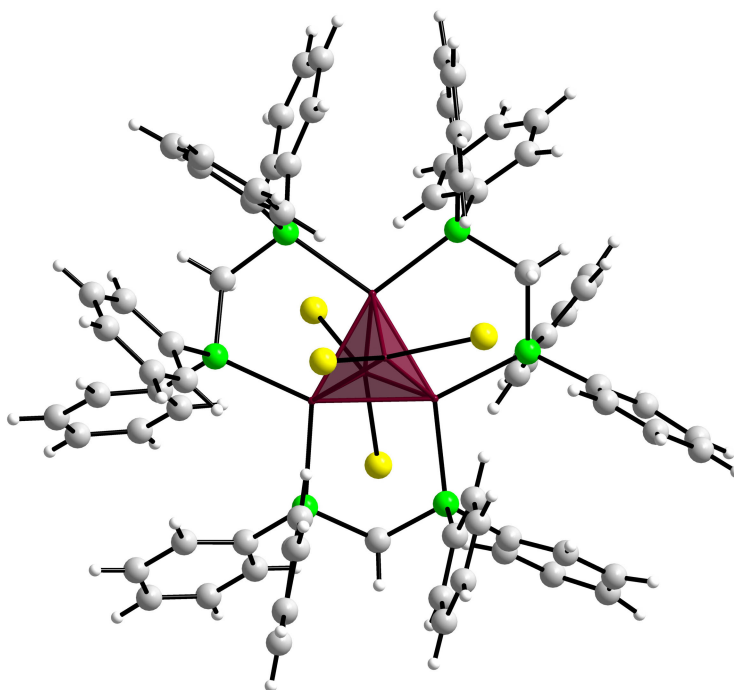
**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2980 w, 2925 w, 2914 w, 1629 m, 1607 m, 1544 m, 1526 m, 1495 vs, 1452 vs, 1431 vs, 1419 vs, 1364 m, 1340 s, 1306 m, 1292 s, 1283 m, 1248 m, 1132 m, 1121 w, 1103 m, 1089 m, 1057 vs, 1041 vs, 1011 m, 993 m, 951 vs(br), 916 s, 899 vs, 862 m, 839 m, 791 m, 770 vs, 752 s, 719 s, 656 m und 451 m.

**9.1.19. Tris( $\mu$ -[methan-1,1-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa$ P: $\kappa$ P'])-  
(tetrachloropentaplatin) N-Methyl-2-pyrrolidinon (1/3)  
Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP**

**Röntgenographische Charakterisierung von Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP**

Aus der rötlichen Aceton-Lösung der Reaktionsprodukte kristallisierte ein rotbrauner parallelogramm-förmiger Kristall, der zur Röntgenstrukturanalyse geeignet war. Zur Aufklärung der

Abbildung 9.17.: Molekülstruktur von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$ 

Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde aufgrund des hohen Schweratomanteils trotz des triklinen Kristallsystems mit den Programmen X-Red und X-Shape [88, 91] durchgeführt. Die optimierte Kristallgestalt zeigte große Ähnlichkeit mit der realen, so dass die Absorptionskorrektur zu einer deutlichen Verbesserung der R-Werte führte. Die verbliebene Restelektronendichte ist um die Platinatome des Clusters lokalisiert. Tabelle 9.66 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 16.4, 16.5 und 16.6 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen und -winkel in  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$  liegen in Tabelle 9.65 vor.

Tabelle 9.65.: Ausgewählte Bindungslängen und Winkel in  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$ 

Abstände [pm]		Winkel [°]	
Pt1-Pt2	279,28(9)	Pt4-Pt1-Pt2	56,13(2)
Pt1-Pt4	278,66(8)	Pt4-Pt1-Pt3	55,37(2)
Pt1-Pt3	291,13(8)	Pt2-Pt1-Pt3	55,40(2)
Pt2-Pt3	265,35(9)	Pt4-Pt2-Pt3	60,25(2)
Pt3-Pt4	264,94(8)	Pt4-Pt3-Pt2	59,35(2)

Abstände [pm]		Winkel [°]	
Pt4-Pt2	262,52(8)	Pt2-Pt4-Pt3	60,40(2)
Pt2-Pt5	286,11(8)	Pt3-Pt5-Pt2	56,22(2)
Pt3-Pt5	276,76(9)	Pt3-Pt5-Pt4	56,79(2)
Pt4-Pt5	280,32(8)	Pt4-Pt5-Pt2	55,21(2)
Pt1-Cl1	249,2(4)	Cl1-Pt1-Cl2	89,0(1)
Pt1-Cl2	261,1(4)	Cl3-Pt5-Cl4	91,3(2)
Pt5-Cl3	250,6(4)	Cl1-Pt1-Pt2	134,1(1)
Pt5-Cl4	255,6(4)	Cl2-Pt1-Pt2	117,8(1)
Pt2-P1A	229,5(3)	Cl1-Pt1-Pt3	111,0(1)
Pt2-P2C	229,3(4)	Cl2-Pt1-Pt3	157,5(1)
Pt3-P2B	230,1(4)	Cl1-Pt1-Pt4	158,0(1)
Pt3-P1C	230,4(4)	Cl2-Pt1-Pt4	102,4(1)
Pt4-P1B	228,6(4)	Cl3-Pt5-Pt2	106,6(1)
Pt4-P2A	228,7(4)	Cl4-Pt5-Pt2	161,9(1)
P1A-C1A	182(1)	Cl3-Pt5-Pt3	125,2(1)
P1A-C11A	182(1)	Cl4-Pt5-Pt3	115,0(1)
P1A-C21A	180(2)	Cl3-Pt5-Pt4	159,0(1)
P2A-C1A	186(1)	Cl4-Pt5-Pt4	106,8(1)
P2A-C31A	181(2)	P2C-Pt2-P1A	107,4(1)
P2A-C41A	185(2)	P2B-Pt3-P1C	110,9(1)
P1B-C1B	181(1)	P1B-Pt4-P2A	110,8(1)
P1B-C11B	180(2)	P1A-C1A-P2A	112,0(6)
P1B-C21B	182(1)	P1B-C1B-P2B	111,9(6)
P2B-C1B	186(1)	P1C-C1C-P2C	112,8(7)
P2B-C31B	183(2)		
P2B-C41B	183(1)		
P1C-C1C	185(1)		
P1C-C11C	181(2)		
P1C-C21C	183(1)		
P2C-C1C	185(1)		
P2C-C31C	182(2)		
P2C-C41C	182(2)		

Tabelle 9.66.: Kristallographische Daten von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{NMP}$ 

Kristallgestalt	rot-braunes Plättchen	
Kristallgröße [mm]	0,49 x 0,30 x 0,16	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	$P \bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1321,4(2)	$\alpha$ = 102,04(1)
	b = 1546,5(2)	$\beta$ = 96,92(1)
	c = 2452,4(2)	$\gamma$ = 110,22(1)
Zellvolumen [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	4497(1)	

Empirische Formel	C <sub>90</sub> H <sub>93</sub> Cl <sub>4</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> P <sub>6</sub> Pt <sub>5</sub>		
Molmasse [g/mol]	2567,74		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,897		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	8,025		
Messgerät	IPDS II		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	3,78° < 2Θ < 50,00°		
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 15, -16 ≤ k ≤ 18, -29 ≤ l ≤ 29		
F(000)	2452		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	57263		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	15849		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	7892		
Verfeinerte Parameter	943		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,795/-2,263		
R <sub>int</sub>	0,1358	R <sub>σ</sub>	0,1539
Goodness of fit	0,790		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0469	R1 (alle Daten)	0,1137
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0849	wR2 (alle Daten)	0,0998

### 9.1.20. cis-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-phenyl[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II), cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14) gefunden werden.

Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.69 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.35 und 15.36 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)] liegen in Tabelle 9.68 vor.

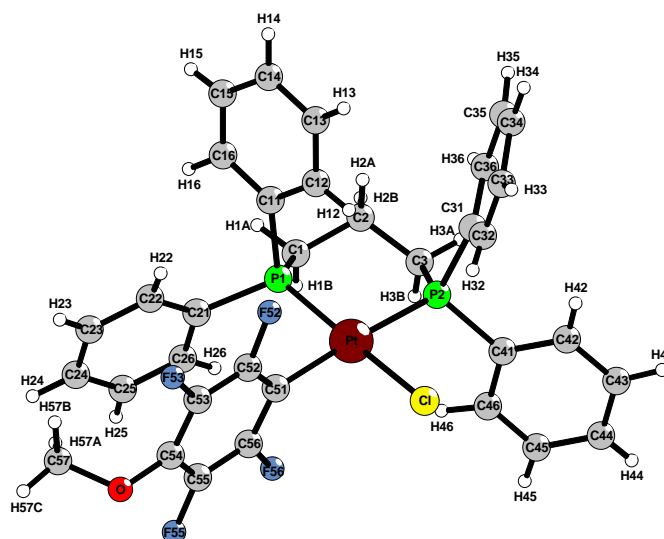


Abbildung 9.18.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Tabelle 9.67.: Mögliche C-H...Cl und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C1-H1B...Cl	89(6)	277(6)	362,1(5)	161(5)
C32-H32...Cl	82(6)	287(6)	3599,5 (5)	150(5)
C3-H3A...F56	101(5)	263(5)	310,7(5)	109(3)
C3-H3B...F56	88(4)	286(4)	3107,3 (5)	98(3)
C14-H14...F55	94(5)	248(5)	323,2(7)	137(4)
C14-H14...F56	94(5)	250(6)	337,1(7)	154(4)
C22-H22...F53	83(5)	267(5)	330,3(6)	134(4)
C33-H33...F52	95(5)	259(4)	3071,9 (6)	112(3)
C34-H34...F52	94(6)	267(5)	3096,4 (6)	108(3)
C43-H43...F55	97(7)	265(7)	356,3(7)	157(5)
C57-H57B...F52	108(6)	235(6)	335,9(7)	155(4)
C57-H57B...F53	108(6)	267(6)	321,4(7)	111(4)

Tabelle 9.68.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	237,0(1)	C51-Pt-P1	88,8(1)	Pt-C51-C52-F52	0,8(6)
Pt-P1	222,2(1)	C51-Pt-P2	176,5(1)	Cl-Pt-C51-C52	86,6(4)
Pt-P2	229,9(1)	P1-Pt-P2	92,99(4)	P1-Pt-C51-C52	-86,5(4)
Pt-C51	207,2(4)	C51-Pt-Cl	88,0(1)	P2-Pt-C51-C52	153(2)
P1-C1	182,7(5)	P1-Pt-Cl	172,43(4)	Cl-Pt-P1-C1	148,8(3)
P1-C11	182,4(5)	P2-Pt-Cl	90,46(4)	Cl-Pt-P2-C3	158,5(2)
P1-C21	181,8(5)	C1-P1-Pt	117,4(2)	P1-Pt-P2-C3	-28,2(2)
P2-C3	182,0(5)	C3-P2-Pt	116,8(2)	P2-Pt-P1-C1	31,7(2)
P2-C31	181,9(5)	C2-C1-P1	114,3(3)	C51-Pt-P1-C1	-145,3(2)
P2-C41	182,7(5)	C3-C2-C1	113,3(4)	C51-Pt-P2-C3	93(2)
C1-C2	153,0(7)	C2-C3-P2	116,6(3)	Pt-P1-C1-C2	-56,4(4)
C2-C3	152,6(7)	O-C54-C55	120,2(4)	Pt-P2-C3-C2	48,8(4)
O-C54	137,2(6)	O-C54-C53	123,0(4)	P1-C1-C2-C3	72,7(5)
O-C57	142,1(7)	C54-O-C57	114,1(4)	C1-C2-C3-P2	-69,6(5)
				C55-C54-O-C57	-102,5(5)
				C53-C54-O-C57	79,0(6)

Tabelle 9.69.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Kristallgestalt	farblose Plättchen
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,21 x 0,17
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1282,10(1) b = 1163,93(1)    β = 102,412(1) c = 2112,44(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3078,66(5)
Empirische Formel	C <sub>34</sub> H <sub>29</sub> ClF <sub>4</sub> OP <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	822,05
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,774
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	4,800
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	6,12° < 2θ < 50,00°
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 15, -13 ≤ k ≤ 13, -25 ≤ l ≤ 24
F(000)	1608
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]

Bestimmung der Schweratomlagen	Patterson-Synthese [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	15993		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	5190		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	4719		
Verfeinerte Parameter	504		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,447/-2,941		
$R_{\text{int}}$	0,0512	$R_{\sigma}$	0,0397
Goodness of fit	1,066		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0341	R1 (alle Daten)	0,0377
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0924	wR2 (alle Daten)	0,0948

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,84-7,70	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,53-7,36	m	10H	
<i>m</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,35-7,26	m	2H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,22-7,09	m	4H	
OCH <sub>3</sub>	3,78	s	3H	
CH <sub>2</sub>	2,94-2,56	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,53-2,25	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,14-1,85	m	2H	
FX2/X6	-120,9	m	2F	$^3J(\text{Pt} - \text{F}) = 272$
FX3/X5	-159,4	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-3,80	m	1P	$^1J(\text{Pt} - \text{P}) = 2037$
P <i>trans</i> Cl	-3,48	d	1P	$^1J(\text{Pt} - \text{P}) = 3636$ $^2J(\text{P} - \text{P}) = 28$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1665	3	2M + Na <sup>+</sup>
1607	14	2M - Cl <sup>-</sup>
876	3	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
860	5	M + K <sup>+</sup>
844	10	M + Na <sup>+</sup>
818	100	M - Cl <sup>-</sup> + MeOH
786	40	M - Cl <sup>-</sup>

**IR-spektroskopische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3076 vw, 3051 w, 3007 w, 2991 vw, 2943 w, 2910 m, 2860 w, 2833 vw, 1633 m, 1587 w, 1574 w, 1487 vs, 1450 vs, 1435 vs, 1400 m, 1354 m, 1310 w, 1275 w, 1186 w, 1157 m, 1103 vs, 1086 vs, 1054 sh, 1028 w, 999 w, 974 m, 957 s, 943 vs, 922 sh, 841 m, 798 m, 783 m, 743 s, 696 vs(br), 669 s, 617 w, 532 w, 519 vs, 505 vs, 480 s, 465 m, 450 w, 435 w und 423 w.

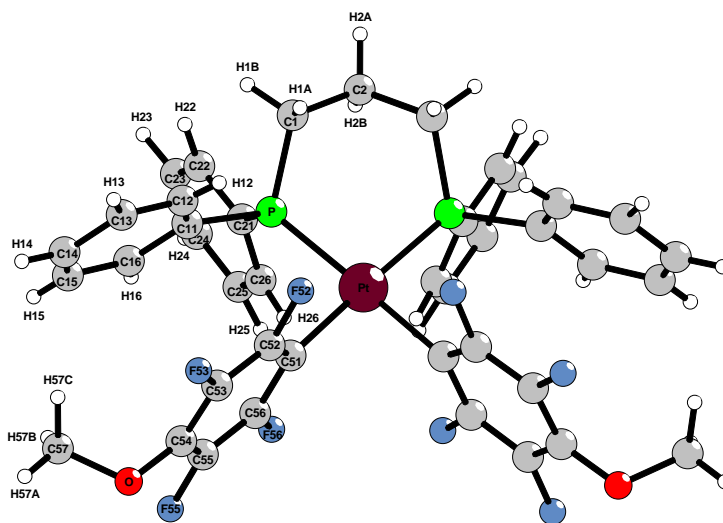
**9.1.21. *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II), *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]****Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Abbildung 9.19.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der orthorhombischen Raumgruppe *P nma* (Nr. 62) gefunden werden. Die Wasserstofflagen des Aceton-Moleküls der asymmetrischen Einheit wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen



dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.74 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.37, 15.38 und 15.39 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton liegen in Tabelle 9.73 vor.

Tabelle 9.72.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F55	105(3)	263(3)	364,2(4)	162(3)
C1A-H1A1...F52	98	323	370,0(9)	111,0
C1A-H1A1...F52	98	274	370,0(9)	166,6
C1A-H1A3...F56	98	322	376,0(8)	116,2
C1A-H1A3...F56	98	280	376,0(8)	165,0
C12-H12...F52	84(4)	269(4)	306,5(4)	109(3)
C13-H13...F55	98(3)	281(4)	335,1(4)	116(3)
C14-H14...F55	96(4)	253(4)	317,0(4)	124(3)
C22-H22...F55	97(4)	274(4)	366,7(4)	160(3)
C25-H25...F52	102(5)	259(4)	350,3(4)	148(3)
C26-H26...F56	90(3)	272(3)	348,9(4)	144(3)
C57-H57B...F53	85(5)	265(5)	346,5(5)	160(4)
C57-H57C...F53	114(7)	276(8)	328,6(5)	108(4)
C57-H57C...F55	114(7)	254(7)	365,5(6)	165(5)

Tabelle 9.73.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-C51	206,6(3)	P-Pt-P	91,99(4)	Pt-C51-C56-F56	-3,4(4)
Pt-P1	229,42(7)	C51-Pt-P	176,05(8)	C51-Pt-C51-C52	-89,4(3)
P-C21	182,3(3)	C51-Pt-P	90,69(8)	C51-Pt-P-C1	-92(1)
P-C11	182,7(3)	C51-Pt-C51	86,5(2)	P-Pt-P-C1	40,7(1)
P-C1	183,4(3)	Pt-P-C1	113,5(1)	P-Pt-C51-C52	87,9(2)
O-C54	136,7(4)	P-C1-C2	114,1(2)	P-C1-C2-C1	72,7(4)
O-C57	144,0(5)	C1-C2-C1	114,3(4)	C57-O-C54-C55	95,3(4)
C1-C2	153,6(4)	O-C54-C53	121,8(3)	C57-O-C54-C53	-85,8(4)
		O-C54-C55	122,0(3)		
		C54-O-C57	112,6(3)		

Tabelle 9.74.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Kristallgestalt	farblose Nadeln		
Kristallgröße [mm]	0,52 x 0,24 x 0,14		
Kristallsystem	orthorhombisch		
Raumgruppe	P nma (Nr. 62)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1980,77(2)		
	b = 2044,36(2)		
	c = 1026,27(1)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4155,79(7)		
Empirische Formel	C <sub>44</sub> H <sub>38</sub> F <sub>8</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	1023,77		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,636		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,528		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	6,98° < 2Θ < 56,52°		
Indexbereich	-26 ≤ h ≤ 24, -27 ≤ k ≤ 27, -13 ≤ l ≤ 13		
F(000)	2024		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	41392		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	5263		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	4312		
Verfeinerte Parameter	339		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,278/-0,989		
R <sub>int</sub>	0,0527	R <sub>σ</sub>	0,0294
Goodness of fit	1,100		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0251	R1 (alle Daten)	0,0381
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0647	wR2 (alle Daten)	0,0697

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,50-7,37	m	8H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,34-7,18	m	12H	
OCH <sub>3</sub>	3,71	s	6H	
CH <sub>2</sub>	2,92-2,69	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,16-1,86	m	2H	
FX2/X6	-118,8	m	4F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 326
FX3/X5	-159,8	m	4F	
P1/2	-3,77	m	2P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 2168

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**Massenspektrometrische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]**

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1953	3	2M + Na <sup>+</sup>
1020	40	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
988	100	M + Na <sup>+</sup>
818	7	M – (C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sup>–</sup> + MeOH

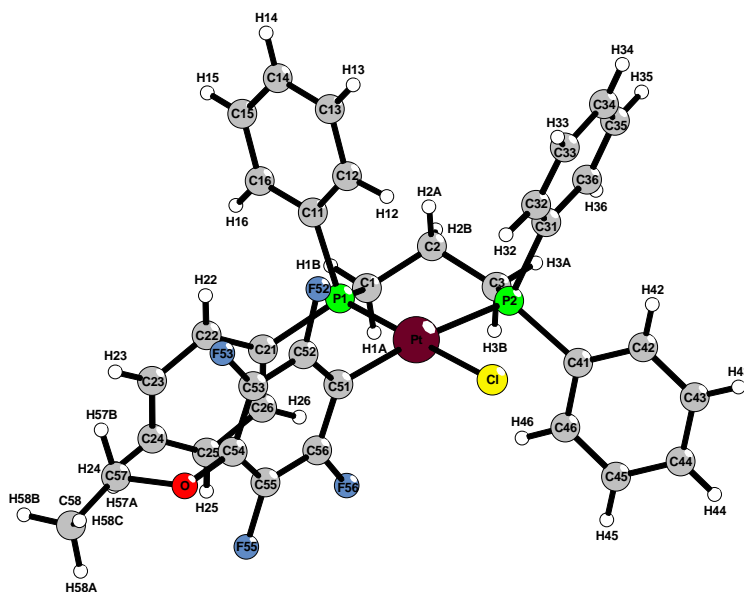
**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3054 w, 2941 m, 2835 w, 1632 m, 1587 w, 1576 w, 1487 vs, 1452 vs, 1436 vs, 1387 m, 1354 m, 1313 w, 1275 w, 1188 m, 1156 m, 1101 vs, 1090 vs, 1082 sh, 1028 w, 999 m, 968 sh, 951 vs, 831 m, 787 s, 779 s, 750 sh, 742 s, 694 vs, 663 s, 519 vs, 499 s, 489 w und 436 m.

**9.1.22. cis-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II),  
cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell

Abbildung 9.20.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Bis auf die Wasserstofflagen H12 und H32 wurden alle anderen Wasserstofflagen unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.79 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.40, 15.41 und 15.42 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton liegen in Tabelle 9.78 vor.

Tabelle 9.77.: Mögliche C-H...Cl und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C15-H15...Cl	93	292	359,5(6)	130,9
C32-H32...Cl	101(5)	287(5)	363,0(6)	133(3)
C58-H58B...Cl	96	293	348,0(6)	117,8
C1A-H1A2...F55	96	259	337,4(7)	138,6
C1A-H1A2...F56	96	264	344,0(8)	141,3
C1B-H1B3...F53	96	241	331,7(9)	158,5
C3A-H3A2...F56	96	275	347,9(8)	133,4
C14-H14...F52	93	232	316,4(7)	150,7
C35-H35...F55	93	250	319,8(7)	131,6
C45-H45...F56	93	292	380,0(7)	159,0

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C45-H45...F55	93	271	338,2(7)	129,8

Tabelle 9.78.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	235,6(1)	C51-Pt-P1	89,5(1)	P1-Pt-C51-C52	-89,8(4)
Pt-P1	222,4(1)	P1-Pt-P2	94,86(5)	P2-Pt-C51-C52	131(1)
Pt-P2	229,4(1)	P2-Pt-Cl	88,15(4)	Cl-Pt-C51-C52	86,5(4)
Pt-C51	207,0(5)	C51-Pt-Cl	87,7(1)	Pt-P1-C1-C2	-53,5(4)
P1-C1	183,0(5)	C51-Pt-P2	174,2(1)	Pt-P2-C3-C2	48,2(4)
P1-C11	181,8(5)	P1-Pt-Cl	175,35(5)	C51-Pt-P1-C1	-149,0(3)
P1-C21	181,5(5)	C1-P1-Pt	117,3(2)	C51-Pt-P2-C3	114(2)
P2-C3	182,2(5)	C3-P2-Pt	116,2(2)	P1-Pt-P2-C3	-24,8(2)
P2-C31	182,1(5)	C2-C1-P1	112,5(4)	P2-Pt-P1-C1	27,3(2)
P2-C41	182,3(5)	C2-C3-P2	114,3(4)	Cl-Pt-P1-C1	157,5(6)
C1-C2	152,5(7)	C1-C2-C3	113,2(4)	Cl-Pt-P2-C3	158,7(2)
C2-C3	153,5(7)	O-C54-C53	122,5(5)	P1-C1-C2-C3	77,2(5)
C54-O	137,0(6)	O-C54-C55	121,6(5)	C1-C2-C3-P2	-75,2(5)
C57-O	144,3(6)	O-C57-C58	107,9(5)	C53-C54-O1-C57	91,1(7)
C57-C58	150,1(8)	C54-O-C57	113,8(4)	C58-C57-O1-C54	171,0(5)

Tabelle 9.79.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Kristallgestalt	farblose Plättchen
Kristallgröße [mm]	0,28 x 0,28 x 0,15
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1416,88(1) b = 1033,83(1)    β = 103,9144(4) c = 2782,47(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3956,20(6)
Empirische Formel	C <sub>41</sub> H <sub>43</sub> ClF <sub>4</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	952,23
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,599
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,751
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	7,12° < 2θ < 50,00°
Indexbereich	-16 ≤ h ≤ 16, -12 ≤ k ≤ 10, -33 ≤ l ≤ 33

F(000)		1896	
Datenkorrektur		Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren	
Streufaktoren		nach Intern. Tables, Vol. C [87]	
Verwendete Programmsysteme		SHELX-97 [58], X-SEED [86]	
Bestimmung der Schweratomlagen		Direkte Methoden [58]	
Strukturverfeinerung		„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]	
Absorptionskorrektur		numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]	
Zahl der gemessenen Reflexe		31122	
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe		6912	
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )		5774	
Verfeinerte Parameter		492	
Restelektronendichte [ $10^6 e^- pm^{-3}$ ]		1,727/-1,816	
$R_{int}$	0,0858	$R_\sigma$	0,0544
Goodness of fit	1,081		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0405	R1 (alle Daten)	0,0506
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0984	wR2 (alle Daten)	0,1032

### NMR-spektroskopische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,83-7,71	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,51-7,35	m	10H	
<i>m</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,34-7,26	m	2H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,22-7,08	m	4H	
OCH <sub>2</sub>	3,93	q	2H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
CH <sub>2</sub>	2,92-2,59	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,53-2,25	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,12-1,88	m	2H	
CH <sub>3</sub>	1,25	t	3H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
FX2/X6	-121,0	m	2F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 274
FX3/X5	-158,8	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-3,77	m	1P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 2050
P <i>trans</i> Cl	-3,53	d	1P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 3642
				<sup>2</sup> J(P – P) = 28

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**Massenspektrometrische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]**

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1694	2	2M + Na <sup>+</sup>
1636	8	2M – Cl <sup>–</sup>
890	5	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
859	11	M + Na <sup>+</sup>
832	100	M – Cl <sup>–</sup> + MeOH
800	40	M – Cl <sup>–</sup>

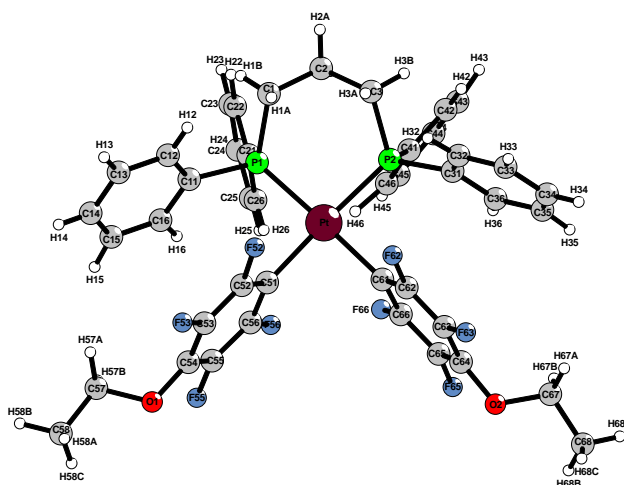
**IR-spektroskopische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3063 m, 2976 m, 2941 w, 2923 w, 2895 w, 1630 m, 1587 m, 1572 m, 1483 vs, 1475 vs, 1452 vs, 1435 vs, 1400 s, 1387 s, 1354 s, 1310 m, 1273 m, 1257 w, 1219 vw, 1193 sh, 1184 m, 1159 m, 1117 sh, 1099 vs, 1074 vs, 1055 sh, 1026 m, 1015 m, 999 m, 972 w, 949 vs, 928 m, 862 m, 829 m, 787 m, 773 m, 752 s, 743 s, 698 vs(br), 681 s, 538 m, 517 vs, 501 m, 490 s, 453 s und 430 w.

**9.1.23. *cis*-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-ethoxy-phenyl)[propan-1,3-diylbis(diphenylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II),  
*cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen H2A, H2B, H67A, H67B, H68A, H68B und H68C wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen U<sub>eq</sub>-Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.84 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.43, 15.44 und 15.45 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton liegen in Tabelle 9.83 vor.

Abbildung 9.21.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 AcetonTabelle 9.82.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F55	86(4)	262(4)	344,3(5)	160(3)
C3-H3B...F65	94(4)	275(4)	348,7(5)	136(3)
C3A-H3AB...F63	107(5)	280(5)	374,1(6)	147(3)
C3A-H3AB...F65	107(5)	263(5)	358,8(6)	148(3)
C3A-H3AB...F66	107(5)	285(5)	306,9(5)	91(3)
C3A-H3AC...F53	86(5)	256(5)	330,9(6)	147(4)
C22-H22...F55	101(4)	245(5)	339,4(4)	154(4)
C26-H26...F56	84(4)	259(4)	342,6(5)	170(3)
C34-H34...F52	94(5)	252(4)	306,8(5)	118(3)
C35-H35...F52	90(4)	257(4)	311,2(5)	120(3)
C35-H35...F62	90(4)	254(4)	327,1(4)	139(3)
C42-H42...F65	87(5)	253(4)	309,0(4)	123(4)
C43-H43...F53	98(4)	285(4)	337,3(5)	114(3)
C43-H43...F63	98(4)	258(4)	341,6(5)	143(3)
C44-H44...F53	84(5)	270(5)	325,5(5)	125(4)
C46-H46...F66	106(4)	272(4)	335,2(5)	118(3)
C57-H57A...F53	106(7)	283(8)	337,5(7)	113(5)
C57-H57B...F55	97(6)	282(6)	336,8(6)	116(4)
C57-H57B...F55	97(6)	264(6)	326,1(6)	122(5)
C67-H67A...F52	97	259	342,9(5)	144,7
C67-H67A...F53	97	287	369,2(6)	143,2
C67-H67B...F62	97	238	324,7(5)	148,2
C67-H67B...F63	97	286	373,4(6)	150,7
C67-H67B...F65	97	287	332,0(6)	109,2



Tabelle 9.83.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-C51	208,3(3)	C51-Pt-P1	91,5(1)	Pt-C51-C52-F52	0,6(5)
Pt-C61	206,8(4)	P1-Pt-P2	92,09(3)	Pt-C61-C62-F62	-1,9(5)
Pt-P1	229,38(9)	C61-Pt-P2	89,4(1)	C61-Pt-C51-C52	98,8(3)
Pt-P2	229,24(9)	C61-Pt-C51	87,2(1)	C51-Pt-C61-C62	-92,9(3)
P2-C3	183,3(4)	C51-Pt-P2	175,7(1)	P1-Pt-C51-C52	-83,3(3)
P2-C31	181,1(4)	C61-Pt-P1	177,5(1)	P2-Pt-C51-C52	62(1)
P2-C41	182,7(4)	C1-P1-Pt	114,4(1)	P1-Pt-C61-C62	-150(2)
P1-C1	183,4(4)	C3-P2-Pt	114,0(1)	P2-Pt-C61-C62	84,6(3)
P1-C11	183,2(4)	C2-C1-P1	114,5(3)	C51-Pt-P1-C1	139,8(2)
P1-C21	182,1(4)	C1-C2-C3	113,6(3)	C61-Pt-P1-C1	-163(2)
C1-C2	151,9(5)	C2-C3-P2	114,8(3)	C51-Pt-P2-C3	-108(1)
C2-C3	152,5(5)	O1-C54-C53	122,0(3)	C61-Pt-P2-C3	-144,3(2)
C54-O1	138,0(4)	O1-C54-C55	121,5(3)	P1-Pt-P2-C3	37,7(2)
C57-O1	144,7(6)	O1-C57-C58	109,3(4)	P2-Pt-P1-C1	-37,8(1)
C57-C58	149,1(7)	O2-C64-C63	121,9(4)	Pt-P1-C1-C2	58,1(3)
C64-O2	137,5(5)	O2-C64-C65	122,0(4)	P1-C1-C2-C3	-73,1(4)
C67-O2	140,8(5)	O2-C67-C68	111,6(4)	C1-C2-C3-P2	73,6(4)
C67-C68	148,2(6)	C54-O1-C57	113,7(3)	Pt-P2-C3-C2	-58,3(3)
		C64-O2-C67	115,4(3)	C58-C57-O1-C54	-179,8(5)

Tabelle 9.84.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Kristallgestalt	farblose Polyeder
Kristallgröße [mm]	0,35 x 0,19 x 0,13
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 983,97(1) b = 3557,27(5)    β = 102,578(1) c = 1241,15(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4240,1(1)
Empirische Formel	C <sub>46</sub> H <sub>42</sub> F <sub>8</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	1051,83
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,648
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,461
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	5,90° < 2θ < 50,00°
Indexbereich	-7 ≤ h ≤ 11, -42 ≤ k ≤ 42, -14 ≤ l ≤ 14
F(000)	2088

Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	24440		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	7299		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	6354		
Verfeinerte Parameter	682		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,384/-1,595		
$R_{\text{int}}$	0,0488	$R_{\sigma}$	0,0391
Goodness of fit	1,035		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0278	R1 (alle Daten)	0,0353
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0667	wR2 (alle Daten)	0,0698

### NMR-spektroskopische Daten von $\text{cis-[Pt(C}_6\text{F}_4\text{OEt)}_2(\text{dppp})]$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,51-7,37	m	8H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,34-7,15	m	12H	
OCH <sub>2</sub>	3,90	q	4H	$^3J(\text{H}57/67 - \text{H}58/68) = 7$
CH <sub>2</sub>	2,93-2,66	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,15-1,91	m	2H	
CH <sub>3</sub>	1,22	t	6H	$^3J(\text{H}57/67 - \text{H}58/68) = 7$
FX2/X6	-119,0	m	4F	$^3J(\text{Pt} - \text{F}) = 326$
FX3/X5	-159,2	m	4F	
P1/2	-3,92	m	2P	$^1J(\text{Pt} - \text{P}) = 2167$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von $\text{cis-[Pt(C}_6\text{F}_4\text{OEt)}_2(\text{dppp})]$

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1198	100	M + Tl <sup>+</sup>
1048	5	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
1016	14	M + Na <sup>+</sup>

**IR-spektroskopische Daten von  $\text{cis-[Pt(C}_6\text{F}_4\text{OEt)}_2(\text{dppp})]$** 

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3059 m, 2978 m, 2922 m, 2895 m, 1645 m, 1631 m, 1608 m, 1562 s(br), 1500 m, 1477 vs, 1454 vs, 1437 vs, 1418 sh, 1387 s, 1354 s, 1316 w, 1279 m, 1246 w, 1188 w, 1159 sh, 1136 m, 1107 s, 1078 vs, 1014 m, 999 m, 984 m, 955 vs, 912 m, 855 m, 833 w, 822 w, 789 m, 781 sh, 758 sh, 744 s, 698 sh, 692 s, 663 m, 555 m, 513 vs, 561 m und 440 m.

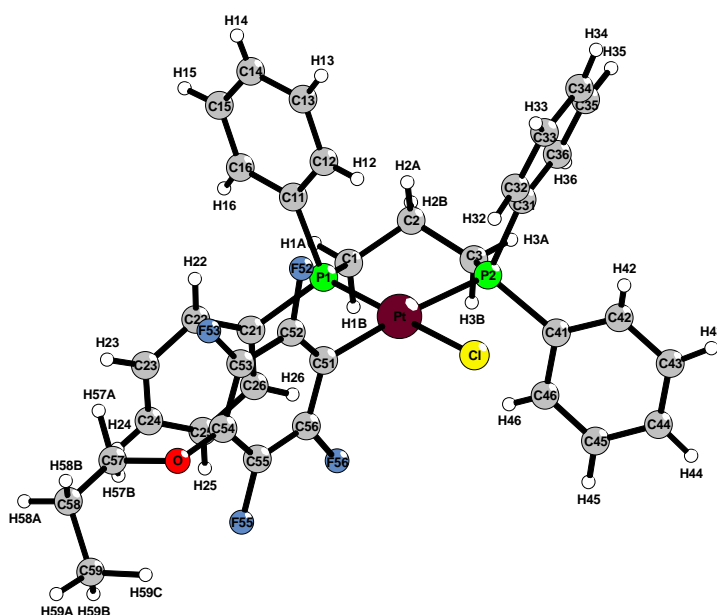
**9.1.24.  $\text{cis-Chloro-2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)-\kappa^2P}$ platin(II),  
 $\text{cis-[PtCl(C}_6\text{F}_4\text{OnPr)}(\text{dppp})]$** **Röntgenographische Charakterisierung von  $\text{cis-[PtCl(C}_6\text{F}_4\text{OnPr)}(\text{dppp})] \cdot 2 \text{ Aceton}$** 

Abbildung 9.22.: Molekülstruktur von  $\text{cis-[PtCl(C}_6\text{F}_4\text{OnPr)}(\text{dppp})] \cdot 2 \text{ Aceton}$

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstrukturen wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe  $P 2_1/n$  (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstoffatome H58A, H58B, H1A1, H1A2, H1A3, H3A1, H3A2 und H3A3 wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Auf die geometrische

Bestimmung der Wasserstoffatome des Aceton-Moleküls B wurde aufgrund der starken Fehlordnung verzichtet. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.89 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.46, 15.47 und 15.48 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton liegen in Tabelle 9.88 vor.

Tabelle 9.87.: Mögliche C-H...Cl und C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C32-H32...Cl	95(4)	280(4)	356,5(4)	139(3)
C59-H59A...Cl	110(6)	284(6)	365,7(5)	131(4)
C1A-H1A3...F56	96	264	343,1(7)	139,5
C3A-H3A2...F55	96	257	339,5(6)	144,5
C3A-H3A2...F56	96	263	343,9(6)	142,0
C12-H12...F52	86(3)	287(3)	319,3(5)	105(3)
C14-H14...F52	82(4)	243(5)	316,2(5)	149(4)
C34-H34...F53	93(4)	290(4)	349,5(6)	123(3)
C35-H35...F55	99(6)	284(6)	348,3(5)	123(4)
C57-H57B...F55	106(5)	271(5)	325,1(6)	112(3)

Tabelle 9.88.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	235,71(9)	C51-Pt-P1	88,7(1)	P1-Pt-C51-C52	-87,8(3)
Pt-P1	222,62(9)	P1-Pt-P2	95,16(3)	P2-Pt-C51-C52	123(1)
Pt-P2	229,10(9)	P2-Pt-Cl	88,05(3)	Cl-Pt-C51-C52	89,0(3)
Pt-C51	209,2(3)	C51-Pt-Cl	88,2(1)	Pt-P1-C1-C2	-52,3(4)
P1-C1	181,8(4)	C51-Pt-P2	175,5(1)	Pt-P2-C3-C2	49,1(4)
P1-C11	181,3(4)	P1-Pt-Cl	175,56(3)	C51-Pt-P1-C1	-152,0(2)
P1-C21	183,0(4)	C1-P1-Pt	117,4(1)	C51-Pt-P2-C3	125(2)
P2-C3	182,3(4)	C3-P2-Pt	115,8(1)	P1-Pt-P2-C3	-23,9(2)
P2-C31	182,1(4)	C2-C1-P1	113,2(3)	P2-Pt-P1-C1	25,7(2)
P2-C41	182,1(4)	C2-C3-P2	114,4(3)	Cl-Pt-P1-C1	161,8(5)
C1-C2	153,8(6)	C3-C2-C1	112,1(4)	Cl-Pt-P2-C3	159,2(2)
C2-C3	153,1(6)	O-C54-C53	121,9(4)	P1-C1-C2-C3	77,2(4)
C54-O	135,8(5)	O-C54-C55	122,3(4)	C1-C2-C3-P2	-76,2(4)
C57-O	144,7(6)	O-C57-C58	107,0(4)	C53-C54-O-C57	97,6(5)
C57-C58	150,6(6)	C54-O-C57	112,4(3)	C55-C54-O-C57	-85,6(5)
C58-C59	151,3(7)	C57-C58-C59	114,0(4)	O-C57-C58-C59	-59,6(6)
				C58-C57-O-C54	176,4(4)

Tabelle 9.89.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Kristallgestalt	farblose Plättchen		
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,20 x 0,12		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1426,39(2)	β = 104,105(1)	
	b = 1037,79(1)	c = 2796,68(4)	
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4015,09(9)		
Empirische Formel	C <sub>42</sub> H <sub>45</sub> ClF <sub>4</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	966,26		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,598		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,697		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	3,00° < 2Θ < 55,00°		
Indexbereich	-18 ≤ h ≤ 18, -10 ≤ k ≤ 13, -36 ≤ l ≤ 36		
F(000)	1928		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	34932		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	9152		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	7238		
Verfeinerte Parameter	597		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,092/-0,595		
R <sub>int</sub>	0,0546	R <sub>σ</sub>	0,0479
Goodness of fit	1,043		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0310	R1 (alle Daten)	0,0491
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0642	wR2 (alle Daten)	0,0699

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,83-7,72	m	4H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,51-7,34	m	10H	
<i>m</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,34-7,26	m	2H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,21-7,08	m	4H	
OCH <sub>2</sub>	3,83	t	2H	<sup>3</sup> J(H57 – H58) = 7
CH <sub>2</sub>	2,91-2,61	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,44-2,26	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,14-1,86	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,63	sxt	2H	<sup>3</sup> J(H57,H59 – H58) = 7
CH <sub>3</sub>	0,94	t	3H	<sup>3</sup> J(H58 – H59) = 7
FX2/X6	-121,1	m	2F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 273
FX3/X5	-158,8	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	-3,83	m	1P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 2043
P <i>trans</i> Cl	-3,61	d	1P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 3640 <sup>2</sup> J(P – P) = 27

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

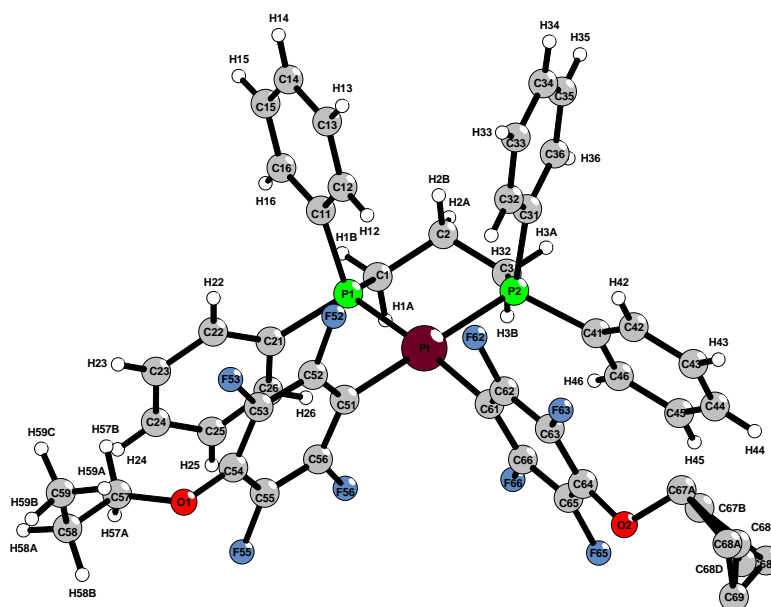
**IR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3060 m, 2966 m, 2930 m, 2877 w, 2854 w, 1630 m, 1585 m, 1572 m, 1481 s, 1452 vs, 1435 vs, 1404 m, 1388 s, 1354 s, 1310 m, 1273 m, 1221 w, 1194 sh, 1184 m, 1161 m, 1119 w, 1099 vs, 1074 vs, 1055 sh, 1026 m, 999 m, 949 vs, 910 sh, 829 w, 793 m, 773 w, 752 sh, 743 s, 700 sh, 692 vs, 679 s, 540 m, 517 vs, 490 s, 450 s und 430 w.

**9.1.25. cis-Bis(2,3,5,6-tetrafluor-4-(1-propoxy)-phenyl)[propan-1,3-diy]bis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II),  
cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/c (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden

Abbildung 9.23.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.93 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.49, 15.50 und 15.51 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton liegen in Tabelle 9.92 vor.

Tabelle 9.91.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F53	97	258	342,7(7)	146,4
C1A-H1A2...F65	96	246	333,9(9)	152,5
C1A-H1A3...F52	96	275	309,0(7)	101,7
C1A-H1A3...F53	96	265	357,3(8)	160,6
C3-H3A...F63	97	248	344,4(7)	173,0
C3A-H3A1...F52	96	283	336,1(9)	115,6
C12-H12...F52	93	260	330,7(7)	133,2
C14-H14...F65	93	289	353,5(7)	127,4
C15-H15...F55	93	280	356,1(7)	139,7
C16-H16...F53	93	260	323,6(6)	126,3
C23-H23...F56	93	244	327,3(7)	149,4
C23-H23...F66	93	261	318,9(7)	120,5

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C24-H24...F66	93	255	315,9(7)	123,5
C32-H32...F62	93	254	344,9(8)	164,7
C36-H36...F63	93	256	347,0(8)	164,6
C57-H57A...F55	97	276	324,7(7)	111,5
C57-H57B...F56	97	242	338,0(7)	171,6
C57-H57A...F65	97	282	354,4(8)	131,8
C57-H57A...F66	97	283	335,8(7)	115,2

Tabelle 9.92.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-C51	208,1(5)	C51-Pt-P1	89,0(1)	Pt-C51-C52-F52	-0,1(7)
Pt-C61	207,9(6)	P1-Pt-P2	92,36(6)	Pt-C61-C62-F62	-0,2(7)
Pt-P1	228,9(2)	C61-Pt-P2	91,1(1)	C61-Pt-C51-C52	90,7(4)
Pt-P2	229,7(2)	C61-Pt-C51	87,6(2)	P1-Pt-C51-C52	-91,9(4)
P1-C1	182,1(5)	C51-Pt-P2	178,3(1)	P2-Pt-C51-C52	50(5)
P1-C11	181,8(6)	C61-Pt-P1	175,7(2)	P1-Pt-C61-C62	-118(2)
P1-C21	182,0(6)	C1-P1-Pt1	114,8(2)	P2-Pt-C61-C62	98,8(5)
P2-C3	182,0(6)	C3-P2-Pt1	115,1(2)	C51-Pt-P1-C1	-144,5(3)
P2-C31	180,1(6)	C2-C1-P1	114,0(4)	C61-Pt-P1-C1	-106(2)
P2-C41	182,1(7)	C3-C2-C1	113,9(5)	C51-Pt-P2-C3	-178(100)
C1-C2	154,8(8)	C2-C3-P2	114,7(4)	C61-Pt-P2-C3	141,7(3)
C2-C3	151,8(8)	O1-C54-C53	121,1(5)	P1-Pt-P2-C3	-35,7(2)
O1-C54	136,4(6)	O1-C54-C55	122,7(5)	P2-Pt-P1-C1	36,5(2)
O1-C57	142,5(7)	O1-C57-C58	108,3(5)	Pt-P1-C1-C2	-57,5(5)
C57-C58	151,2(8)	C54-O1-C57	114,9(4)	Pt-P2-C3-C2	56,1(5)
C58-C59	148,7(8)	C59-C58-C57	113,5(6)	P1-C1-C2-C3	73,6(6)
O2-C64	136,3(7)	O2-C64-C63	123,1(7)	P2-C3-C2-C1	-72,9(6)
O2-C67A	149(2)	O2-C64-C65	121,6(7)		
O2-C67B	160(2)	O2-C67B-C68B	124(2)		
C67A-C68A	169(2)	O2-C67A-C68A	112(1)		
C68A-C69	139(4)	C64-O2-C67A	115,5(8)		
C67A-C68C	154(3)	C64-O2-C67B	104,9(7)		
C68C-C68B	147(5)	C67A-O2-C67B	49,2(8)		
C67B-C68D	159(3)	C69-C68A-C67A	99(2)		
C68D-C68A	140(5)	C68B-C68C-C67A	105(2)		
C67B-C68B	168(3)	C69-C68B-C67B	93(2)		
C68B-C69	144(5)	C68A-C68D-C67B	103(2)		



Tabelle 9.93.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Kristallgestalt	farblose Polyeder		
Kristallgröße [mm]	0,16 x 0,14 x 0,13		
Kristallsystem	monoklin		
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)		
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 977,39(1)		
	b = 3630,95(7)	β = 102,842(2)	
	c = 1284,51(3)		
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	4444,5(1)		
Empirische Formel	C <sub>48</sub> H <sub>46</sub> F <sub>8</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	1079,88		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,614		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,304		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	4,90° < 2Θ < 50,00°		
Indexbereich	-11 ≤ h ≤ 11, -43 ≤ k ≤ 43, -15 ≤ l ≤ 15		
F(000)	2152		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Strefaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	45737		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	7790		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	5596		
Verfeinerte Parameter	569		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	1,111/-0,848		
R <sub>int</sub>	0,1044	R <sub>σ</sub>	0,0745
Goodness of fit	1,045		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0420	R1 (alle Daten)	0,0795
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0670	wR2 (alle Daten)	0,0773

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,54-7,35	m	8H	
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,35-7,09	m	12H	
OCH <sub>2</sub>	3,79	t	4H	<sup>3</sup> J(H57/67 – H58/68) = 7
CH <sub>2</sub>	2,95-2,67	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,10-1,89	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,61	sxt	4H	<sup>3</sup> J(H57/67,H59/69 – H58/68) = 7
CH <sub>3</sub>	0,92	t	6H	<sup>3</sup> J(H58/68 – H59/69) = 7
FX2/X6	-119,0	m	4F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 325
FX3/X5	-159,2	m	4F	
P1/2	-3,88	m	2P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 2164

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3079 w, 3058 w, 2962 sh, 2924 vs, 2881 s, 2854 s, 1711 w, 1630 s(br), 1589 m, 1480 vs, 1454 vs, 1437 vs, 1385 s, 1352 s, 1315 m, 1274 m, 1244 w, 1219 w, 1188 w, 1159 w, 1134 w, 1105 s, 1080 vs, 999 w, 955 vs, 933 sh, 910 s, 835 w, 790 s, 760 m, 744 s, 723 w, 702, 690 vs, 662 m, 554 m, 513 vs, 459 m und 434 m.

**9.1.26. Pentafluorphenyl[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II)-Komplexe**

**cis-Bispentafluorphenyl[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-platin(II), cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)]**

**NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)]**

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
<i>m/p</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,38-7,23	m	12H	
<i>o</i> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	7,21-7,11	m	8H	
CH <sub>2</sub>	2,99-2,86	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,81-2,63	m	4H	
CH <sub>2</sub>	2,16-1,95	m	4H	

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-116,9	m	4F	$^3J(\text{Pt} - \text{F}) = 320$
FX4	-163,5	m	2F	
FX3/X5	-164,6	m	4F	
P1/2	-1,07	m	2P	$^1J(\text{Pt} - \text{P}) = 2296$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFC<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)]

m/z	relative Intensität	Zuordnung
922	100	M + Na <sup>+</sup>

### IR-spektroskopische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dpppe)]

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 3083 w, 3059 w, 2956 sh, 2927 m, 2856 w, 1632 s, 1606 m, 1500 vs, 1458 vs, 1435 vs, 1356 s, 1335 m, 1310 m, 1275 m, 1258 m, 1232 w, 1185 w, 1161 w, 1146 w, 1101 s, 1057 vs, 1045 sh, 1001 m, 957 vs, 893 m, 845 w, 810 m, 793 sh, 784 s, 748 s, 741 s, 732 sh, 696 vs, 673 s, 652 m, 617 w, 525 s, 513 s, 501 s, 478 s, 453 m und 420 s.

### *trans*-Chloro-1 $\kappa$ Cl-tris(pentafluorphenyl)-1 $\kappa$ C,2 $\kappa$ <sup>2</sup>C-bis( $\mu$ -[pentan-1,5-diylbis-(diphenylphosphan) $\kappa$ P: $\kappa$ P'])diplatin(II), *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

### Röntgenographische Charakterisierung von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe P  $\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{\text{eq}}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.100 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.52, 15.53 und 15.54 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>] liegen in den Tabellen 9.97 bis 9.99

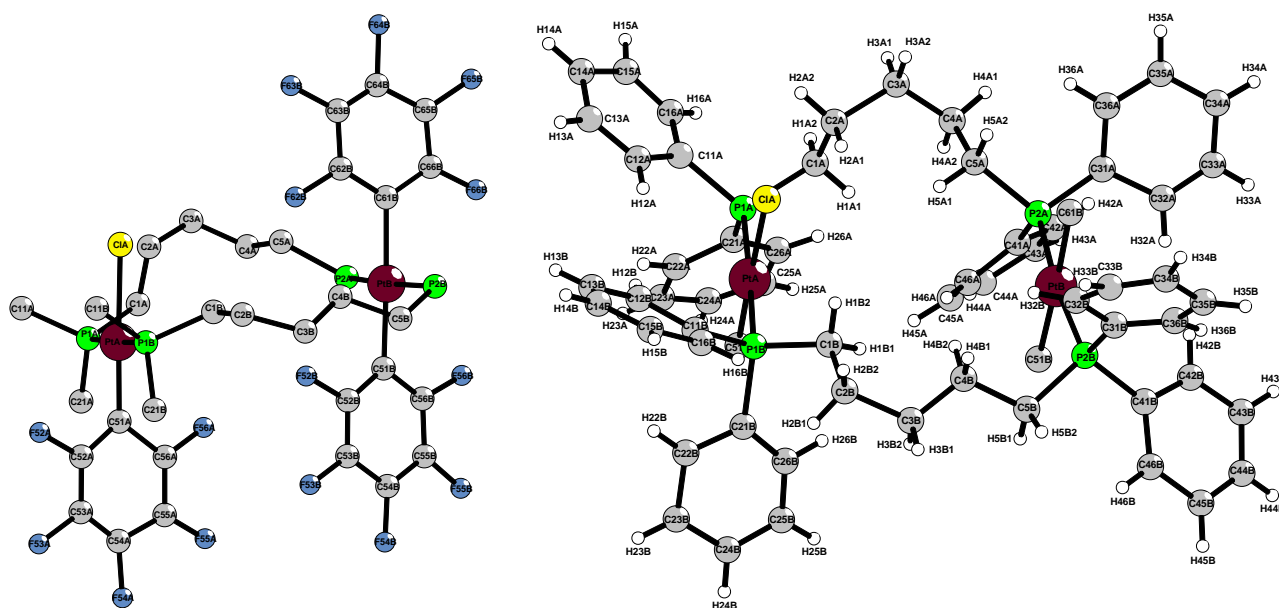


Abbildung 9.24.: Ausschnitte aus der Molekülstruktur von  $trans\text{-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-}(\text{dpppe})\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$

vor. Die Lösung der Kristallstruktur war anhand des vermessenen Kristalls zwar möglich, jedoch ist aufgrund der stark erhöhten R-Werte eine zweite Erstellung eines Intensitätsdatensatzes an einem stärker streuenden Kristall notwendig.

Tabelle 9.97.: Ausgewählte Bindungslängen in  $trans\text{-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-}(\text{dpppe})\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$  in [pm]

PtA-ClA	237(1)	PtB-C51B	205(4)
PtA-C51A	192(4)	PtB-C61B	208(4)
PtA-P1A	232,3(9)	PtB-P2A	229,5(9)
PtA-P1B	231,2(9)	PtB-P2B	231(1)
P1A-C1A	186(3)	P2A-C5A	180(3)
P1A-C11A	179(4)	P2A-C31A	170(3)
P1A-C21A	172(4)	P2A-C41A	181(3)
P1B-C1B	180(3)	P2B-C5B	179(3)
P1B-C11B	180(3)	P2B-C31B	179(4)
P1B-C21B	180(3)	P2B-C41B	175(4)
C1A-C2A	142(5)		
C1B-C2B	151(3)		
C2A-C3A	161(5)		
C2B-C3B	159(4)		
C3A-C4A	148(5)		
C3B-C4B	146(4)		
C4A-C5A	157(3)		
C4B-C5B	156(5)		

Tabelle 9.98.: Ausgewählte Winkel in *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>] in [°]

C51A-PtA-P1A	90,2(9)	C51B-PtB-P2A	93,5(9)
C51A-PtA-P1B	91,6(9)	C51B-PtB-P2B	88,9(9)
P1A-PtA-C1A	91,9(4)	C61B-PtB-P2A	87(1)
P1B-PtA-C1A	86,3(4)	C61B-PtB-P2B	91(1)
P1B-PtA-P1A	177,5(4)	P2A-PtB-P2B	173,8(4)
C51A-PtA-C1A	178(1)	C51B-PtB-C61B	178(2)
C1A-P1A-PtA	113(1)	C1B-P1B-PtA	110,2(9)
C5A-P2A-PtB	115,0(9)	C5B-P2B-PtB	116(1)
C2A-C1A-P1A	118(2)		
C1A-C2A-C3A	113(3)		
C4A-C3A-C2A	117(3)		
C3A-C4A-C5A	114(3)		
C4A-C5A-P2A	117(2)		
C2B-C1B-P1B	119(2)		
C1B-C2B-C3B	112(2)		
C4B-C3B-C2B	117(3)		
C3B-C4B-C5B	115(3)		
C4B-C5B-P2B	114(3)		

Tabelle 9.99.: Ausgewählte Torsionswinkel in *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>] in [°]

C51A-PtA-P1A-C1A	-117(2)	C51B-PtB-P2A-C5A	118(2)
C51A-PtA-P1B-C1B	115(2)	C51B-PtB-P2B-C5B	-60(2)
C1A-PtA-P1A-C1A	62(1)	C61B-PtB-P2A-C5A	-60(2)
C1A-PtA-P1B-C1B	-64(1)	C61B-PtB-P2B-C5B	118(2)
P1B-PtA-P1A-C1A	107(9)	P2B-PtB-P2A-C5A	-129(4)
P1A-PtA-P1B-C1B	-109(9)	P2A-PtB-P2B-C5B	-173(4)
P1B-PtA-C51A-C52A	75(3)	P2A-PtB-C51B-C52B	-103(3)
P1A-PtA-C51A-C52A	-103(3)	P2B-PtB-C51B-C52B	83(3)
PtA-C51A-C52A-F52A	-2(5)	PtB-C51B-C52B-F52B	4(5)
		PtB-C61B-C62B-F62B	1(5)

Tabelle 9.100.: Kristallographische Daten von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

Kristallgestalt	farblose Polyeder	
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,20 x 0,05	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1210,6(3)	$\alpha$ = 67,95(3)
	b = 1613,2(6)	$\beta$ = 88,83(3)
	c = 1977,8(6)	$\gamma$ = 82,06(4)

Zellvolumen [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	3544(2)		
Empirische Formel	$\text{C}_{76}\text{H}_{60}\text{ClF}_{15}\text{P}_4\text{Pt}_2$		
Molmasse [g/mol]	1807,75		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	1,694		
Absorptionskoeffizient [ $\text{mm}^{-1}$ ]	4,154		
Messgerät	IPDS I		
Verwendete Strahlung	Mo- $\text{K}_\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07 \text{ pm}$ )		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	$5,06^\circ < 2\Theta < 50,00^\circ$		
Indexbereich	$-14 \leq h \leq 14, -19 \leq k \leq 19, -23 \leq l \leq 23$		
F(000)	1768		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	31975		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	11744		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1917		
Verfeinerte Parameter	678		
Restelektronendichte [ $10^6 \text{ e}^- \text{ pm}^{-3}$ ]	0,701/-1,119		
$R_{\text{int}}$	0,3756	$R_\sigma$	0,8127
Goodness of fit	0,543		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0592	R1 (alle Daten)	0,3128
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0971	wR2 (alle Daten)	0,1976

**trans-Bis( $\mu$ -[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan) $\kappa\text{P}:\kappa\text{P}'$ ])bis(chloropentafluorphenylplatin(II)),  
trans-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von trans-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton**

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P \bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden

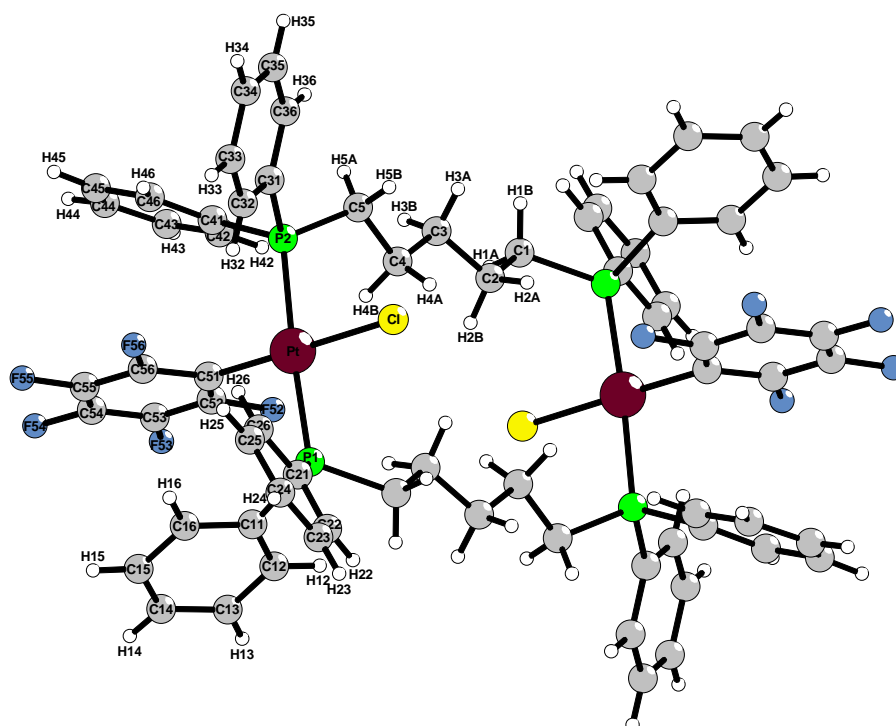


Abbildung 9.25.: Molekülstruktur von  $trans$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde durchgeführt. Tabelle 9.103 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.55, 15.56 und 15.57 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in  $trans$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton liegen in Tabelle 9.102 vor.

Tabelle 9.101.: Mögliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von  $cis$ -[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

C-H $\cdots$ A	C-H [pm]	H $\cdots$ A [pm]	C $\cdots$ A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C1A-H1A1 $\cdots$ Cl	96	297	386(2)	154,5
C24-H24 $\cdots$ Cl	93	287	378,2(9)	167,7
C44-H44 $\cdots$ Cl	93	301	375,6(9)	138,5
C2-H2A $\cdots$ F52	97	279	371,6(8)	158,9
C4-H4B $\cdots$ F52	97	289	384(1)	164,6
C13-H13 $\cdots$ F53	93	265	330(1)	128,0
C14-H14 $\cdots$ F53	93	283	340(1)	120,8
C25-H25 $\cdots$ F55	93	268	351(2)	148,0
C33-H33 $\cdots$ F55	93	274	358(2)	150,6

Tabelle 9.102.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){μ-(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	236,9(2)	P1-Pt-Cl	88,93(6)	Pt-C51-C52-F52	3,7(11)
Pt-P1	230,3(2)	P2-Pt-Cl	88,12(6)	Cl-Pt-P1-C1	-51,5(3)
Pt-P2	230,1(2)	C51-Pt-P1	91,7(2)	Cl-Pt-P2-C5	57,1(3)
Pt-C51	201,5(7)	C51-Pt-P2	91,2(2)	Cl-Pt-C51-C52	29(10)
P1-C1	183,0(6)	C51-Pt-Cl	178,5(2)	P1-Pt-P2-C5	28(1)
P1-C11	182,7(7)	P1-Pt-P2	176,63(6)	P1-Pt-C51-C52	-85,5(7)
P1-C21	182,4(7)	C1-P1-Pt	112,9(2)	P2-Pt-C51-C52	92,8(7)
P2-C5	182,6(6)	C5-P2-Pt	112,7(2)	P2-Pt-P1-C1	-23(1)
P2-C31	181,7(8)	C2-C1-P1	114,5(4)	C51-Pt-P1-C1	127,1(4)
P2-C41	182,8(6)	C3-C2-C1	113,3(6)	C51-Pt-P2-C5	-121,6(4)
C1-C2	152,0(9)	C2-C3-C4	113,9(6)	Pt-P1-C1-C2	-37,8(7)
C2-C3	151(1)	C3-C4-C5	112,4(6)	P1-C1-C2-C3	-155,0(6)
C3-C4	152,2(9)	C4-C5-P2	115,5(5)	C1-C2-C3-C4	-169,3(6)
C4-C3	152,2(9)			C3-C4-C5-P2	153,4(5)
C4-C5	153(1)			Pt-P2-C5-C4	29,9(6)

Tabelle 9.103.: Kristallographische Daten von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){μ-(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Kristallgestalt	farblose Plättchen	
Kristallgröße [mm]	0,69 x 0,31 x 0,07	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1113,3(2)	$\alpha$ = 72,48(2)
	b = 1143,3(2)	$\beta$ = 75,99(2)
	c = 1596,9(3)	$\gamma$ = 78,73(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1864,1(6)	
Empirische Formel	C <sub>38</sub> H <sub>36</sub> ClF <sub>5</sub> OP <sub>2</sub> Pt	
Molmasse [g/mol]	896,15	
Zahl der Formeleinheiten	2	
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,597	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	3,975	
Messgerät	IPDS I	
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda$ = 71,07 pm)	
Messtemperatur [K]	298(2)	
Messbereich	4,98° < 2 $\theta$ < 50,00°	
Indexbereich	-13 ≤ h ≤ 13, -13 ≤ k ≤ 13, -18 ≤ l ≤ 18	
F(000)	884	
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren	
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]	
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]	



Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	16740		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	6173		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	4886		
Verfeinerte Parameter	435		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,834/-0,857		
$R_{\text{int}}$	0,0766	$R_{\sigma}$	0,0750
Goodness of fit	0,973		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0393	R1 (alle Daten)	0,0551
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0845	wR2 (alle Daten)	0,0889

### NMR-spektroskopische Daten von $\text{trans-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
P1/2	17,42	m	2P	$^1J(\text{Pt} - \text{P}) = 2674$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### Massenspektrometrische Daten von $\text{trans-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1697	100	M + Na <sup>+</sup>

### IR-spektroskopische Daten von $\text{trans-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$

IR [ $\text{cm}^{-1}$ ] Intensität: 3078 w, 3057 w, 2955 s, 2926 vs, 2854 s, 1721 m, 1695 m, 1634 m, 1608 m, 1502 vs, 1485 m, 1460 vs, 1437 s, 1377 m, 1364 m, 1329 m, 1308 m, 1275 m, 1223 w, 1186 w, 1159 w, 1101 s, 1059 s, 1027 m, 999 w, 957 vs, 805 m, 779 w, 740 s, 723 m, 692 s, 541 m, 514 s, 492 m, 449 w und 426 w.

**cis-Carbonato-O,O'-[pentan-1,5-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]-  
platin(II), cis-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]**

**Röntgenographische Charakterisierung von cis-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]**

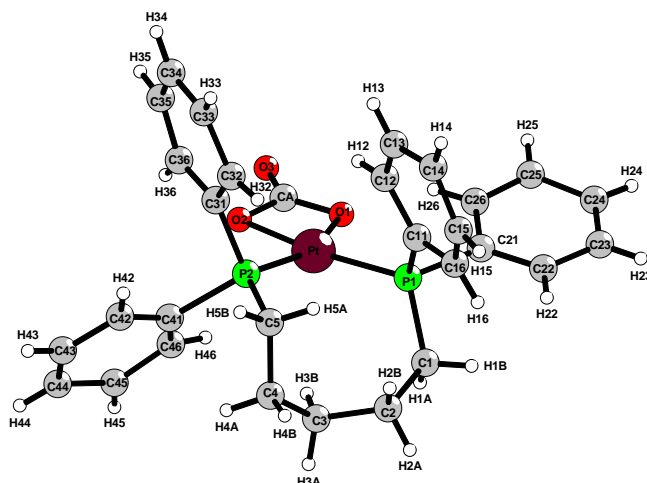


Abbildung 9.26.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, nadelförmige Kristalle wurden durch langsame Diffusion von Wasser in die acetone Lösung der Decarboxylierungsreaktions-Rohprodukte erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen, azentrischen Raumgruppe  $P 2_1$  (Nr. 4) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.107 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 16.1, 16.2 und 16.3 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)] liegen in Tabelle 9.106 vor.

Tabelle 9.106.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-O1	200(2)	O1-Pt-O2	65,5(7)	CA-Pt-P1-C1	-113(1)
Pt-O2	203(2)	O1-Pt-P1	104,0(5)	CA-Pt-P2-C5	172(1)
Pt-CA	250(3)	O2-Pt-P1	169,4(6)	O1-Pt-P2-C5	177(2)
Pt-P1	225,7(9)	O1-Pt-P2	157,9(4)	O2-Pt-P2-C5	167(1)
Pt-P2	224,7(9)	O2-Pt-P2	92,8(6)	P1-Pt-P2-C5	-15(1)

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
P1-C1	179(3)	P2-Pt-P1	97,6(3)	Pt-O1-CA-O2	-4(2)
P1-C11	182(3)	CA-O1-Pt	96(2)	Pt-O1-CA-O3	173(3)
P1-C21	182(3)	CA-O2-Pt	91(2)	Pt-O2-CA-O1	4(2)
P2-C5	183(3)	C1-P1-Pt	117(1)	Pt-O2-CA-O3	-174(3)
P2-C31	176(3)	C5-P2-Pt	124(1)		
P2-C41	192(3)	O3 CA Pt	173(2)		
O1-CA	130(3)	O1-CA-O2	107(2)		
O2-CA	141(3)	O2-CA-O3	122(3)		
O3-CA	118(3)	O3-CA-O1	131(3)		
C1-C2	159(4)	P1-C1-C2	123(2)		
C2-C3	155(4)	C1-C2-C3	112(3)		
C3-C4	156(6)	C2-C3-C4	109(3)		
C4-C5	151(5)	C3-C4-C5	113(3)		
		C4-C5-P2	117(3)		

Tabelle 9.107.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Kristallgestalt	farblose Nadeln
Kristallgröße [mm]	0,10 x 0,03 x 0,03
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> (Nr. 4)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 880,2(2) b = 1819,4(2)      β = 114,07(2) c = 899,8(3)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1315,7(4)
Empirische Formel	C <sub>30</sub> H <sub>30</sub> O <sub>3</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	695,57
Zahl der Formeleinheiten	2
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,756
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	5,485
Messgerät	IPDS I
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	298(2)
Messbereich	4,96° < 2Θ < 49,98°
Indexbereich	-10 ≤ h ≤ 10, -21 ≤ k ≤ 21, -10 ≤ l ≤ 10
F(000)	684
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]
Absorptionskorrektur	keine
Zahl der gemessenen Reflexe	11863

Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	4639		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	1598		
Verfeinerte Parameter	301		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,370/-1,337		
$R_{\text{int}}$	0,2130	$R_{\sigma}$	0,4280
Goodness of fit	0,631		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0584	R1 (alle Daten)	0,1886
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1149	wR2 (alle Daten)	0,1771
Flack-x-Parameter	-0,04(3)		

### 9.1.27. cis-Chloropentafluorphenyl[ethen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ]platin(II), cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppey)]

#### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppey)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-119,3	m	2F	$^3\text{J}(\text{Pt} - \text{F}) = 253$
FX4	-161,6	m	1F	
FX3/X5	-164,3	m	2F	
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	55,62	m	1P	$^1\text{J}(\text{Pt} - \text{P}) = 2268$
P <i>trans</i> Cl	46,77	d	1P	$^1\text{J}(\text{Pt} - \text{P}) = 3784$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.28. cis-Bispentafluorphenyl[ethen-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ]platin(II), cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppey)]

#### NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppey)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
FX2/X6	-117,9	m	4F	$^3\text{J}(\text{Pt} - \text{F}) = 308$
FX4	-162,3	m	2F	
FX3/X5	-164,7	m	4F	
P1/2	56,08	m	2P	$^1\text{J}(\text{Pt} - \text{P}) = 2328$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

### 9.1.29. *cis*-Chloropentafluorphenyl[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II), *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

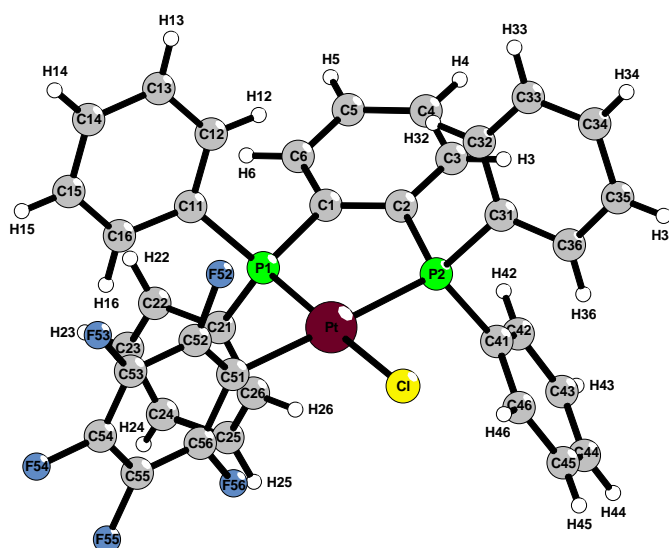


Abbildung 9.27.: Molekülstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der triklinen Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen  $U_{eq}$ -Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Tabelle 9.112 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.58, 15.59 und 15.60 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)] liegen in Tabelle 9.111 vor.

Tabelle 9.110.: Mögliche C-H $\cdots$ Cl und C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

C-H $\cdots$ A	C-H [pm]	H $\cdots$ A [pm]	C $\cdots$ A [pm]	Winkel(CHA)[°]
C46-H46 $\cdots$ Cl	93	269	352(1)	148,8
C5-H5 $\cdots$ F52	93	257	350(2)	172,7
C12-H12 $\cdots$ F55	93	235	318(2)	148,8

C-H...A	C-H [pm]	H...A [pm]	C...A [pm]	Winkel(CHA) [°]
C13-H13...F53	93	275	323(2)	113,2
C13-H13...F54	93	264	347(2)	149,5
C23-H23...F53	93	251	326(2)	137,7
C23-H23...F54	93	291	349(2)	122,0
C24-H24...F52	93	247	309(2)	124,2
C26-H26...F56	93	267	303(2)	103,6
C32-H32...F55	93	263	349(2)	152,7
C44-H44...F56	93	235	315(2)	143,7

Tabelle 9.111.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-Cl	235,4(3)	C51-Pt-P1	90,5(3)	Pt-C51-C52-F52	2(2)
Pt-P1	221,4(3)	P1-Pt-P2	87,0(1)	Pt-P1-C1-C2	3(1)
Pt-P2	228,0(3)	P2-Pt-Cl	93,1(1)	Pt-P2-C2-C1	-9(1)
Pt-C51	209(1)	C51-Pt-Cl	89,4(3)	C51-Pt-P1-C1	174,0(5)
P1-C1	183(1)	C51-Pt-P2	177,5(3)	P1-Pt-P2-C2	7,8(4)
P1-C11	182(1)	P1-Pt-Cl	177,5(1)	P2-Pt-P1-C1	-6,4(4)
P1-C21	182(1)	C1-P1-Pt	108,9(4)	Cl-Pt-P1-C1	87(3)
P2-C2	183(1)	C2-P2-Pt	106,5(4)	C51-Pt-P2-C2	16(8)
P2-C31	185(1)	C2-C1-P1	118(1)	P1-C1-C2-P2	4(1)
P2-C41	182(1)	C6-C1-P1	122(1)	C6-C1-C2-C3	0(2)
C1-C2	135(2)	C1-C2-P2	119(1)	C3-C4-C5-C6	0(2)
C2-C3	140(2)	C3-C2-P2	121(1)	C4-C5-C6-C1	0(2)
C3-C4	136(2)	C2-C1-C6	120(1)	C2-C1-C6-C5	0(2)
C4-C5	139(2)	C1-C2-C3	121(1)		
C5-C6	139(2)	C4-C3-C2	120(1)		
C1-C6	140(2)	C3-C4-C5	120(1)		
		C6-C5-C4	120(1)		
		C5-C6-C1	119(1)		

Tabelle 9.112.: Kristallographische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

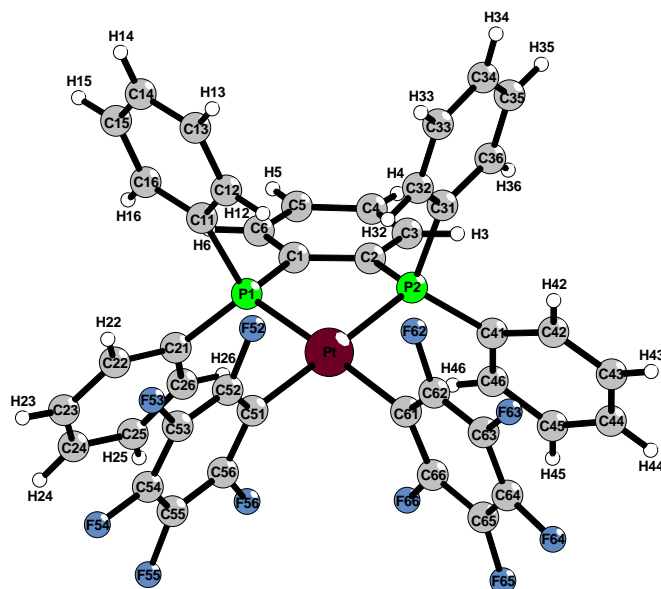
Kristallgestalt	farblose Polyeder	
Kristallgröße [mm]	0,17 x 0,13 x 0,08	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$ (Nr. 2)	
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 956,20(2)	$\alpha$ = 91,149(1)
	b = 1022,28(3)	$\beta$ = 92,311(1)
	c = 1789,47(7)	$\gamma$ = 117,570(2)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	1547,84(8)	
Empirische Formel	C <sub>36</sub> H <sub>24</sub> ClF <sub>5</sub> P <sub>2</sub> Pt	

Molmasse [g/mol]	844,03		
Zahl der Formeleinheiten	2		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,811		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	4,779		
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD		
Verwendete Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochrom., $\lambda = 71,07$ pm)		
Messtemperatur [K]	123(2)		
Messbereich	2,28° < 2 $\Theta$ < 50,00°		
Indexbereich	-11 $\leq$ h $\leq$ 11, -12 $\leq$ k $\leq$ 12, -21 $\leq$ l $\leq$ 21		
F(000)	820		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	keine		
Zahl der gemessenen Reflexe	23711		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	5464		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	3824		
Verfeinerte Parameter	406		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	2,415/-1,902		
R <sub>int</sub>	0,1956	R $_{\sigma}$	0,1434
Goodness of fit	1,037		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0667	R1 (alle Daten)	0,1049
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,1550	wR2 (alle Daten)	0,1705

### 9.1.30. cis-Bis(pentafluorphenyl)[benzol-1,2-diylbis(diphenylphosphan)- $\kappa^2$ P]platin(II), cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

#### Röntgenographische Charakterisierung von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, polyedrische Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Kappa-CCD-Diffraktometer ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der monoklinen Raumgruppe P 2<sub>1</sub>/n (Nr. 14) gefunden werden. Die Wasserstofflagen wurden unter Berücksichtigung geometrischer Aspekte eingeführt. Die isotropen Temperaturfaktoren dieser Wasserstoffatome entsprechen dem 1,2-fachen U<sub>eq</sub>-Wert der verknüpften Kohlenstoffatome. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung [88, 91] wurde

Abbildung 9.28.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

durchgeführt. Tabelle 9.115 gibt eine Übersicht über die kristallographischen Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.61, 15.62 und 15.63 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)] liegen in Tabelle 9.114 vor.

Tabelle 9.113.: Mögliche C-H $\cdots$ F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

C-H $\cdots$ F	C-H [pm]	H $\cdots$ F [pm]	C $\cdots$ F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C5-H5 $\cdots$ F53	93	266	349,0(9)	148,9
C5-H5 $\cdots$ F63	93	286	324,6(9)	106,1
C6-H6 $\cdots$ F63	93	246	304,3(9)	121,0
C12-H12 $\cdots$ F52	93	272	337,1(9)	128,2
C13-H13 $\cdots$ F66	93	268	360(1)	170,0
C15-H15 $\cdots$ F55	93	266	321(1)	118,6
C15-H15 $\cdots$ F64	93	233	320(1)	154,8
C25-H25 $\cdots$ F55	93	255	347(1)	169,2
C25-H25 $\cdots$ F56	93	282	346,8(9)	127,5
C32-H32 $\cdots$ F62	93	257	326,5(8)	131,7
C35-H35 $\cdots$ F54	93	266	350,0(8)	150,2
C35-H35 $\cdots$ F63	93	275	340,4(9)	127,9
C43-H43 $\cdots$ F56	93	289	379(1)	160,9
C44-H44 $\cdots$ F53	93	284	342(1)	120,7
C45-H45 $\cdots$ F52	93	248	325,8(9)	141,1



Tabelle 9.114.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-P1	226,4(2)	C51-Pt-P1	93,25(2)	Pt-C51-C52-F52	1,2(9)
Pt-P2	226,2(2)	P2-Pt-P1	86,03(6)	Pt-C61-C62-F62	-2,0(9)
Pt-C51	208,1(6)	C61-Pt-P2	93,8(2)	C51-Pt-C61-C62	-89,0(6)
Pt-C61	207,3(6)	C51-Pt-C61	87,2(2)	C61-Pt-C51-C52	88,1(6)
P1-C1	183,8(6)	C51-Pt-P2	179,2(2)	P1-Pt-C51-C52	-96,5(5)
P1-C11	179,8(7)	C61-Pt-P1	175,4(2)	P2-Pt-C61-C62	90,7(6)
P1-C21	178,8(6)	C1-P1-Pt	106,7(2)	C51-Pt-P1-C1	-161,6(3)
P2-C2	182,5(7)	C2-P2-Pt	107,3(2)	C61-Pt-P1-C1	-67(2)
P2-C31	181,7(6)	C2-C1-P1	118,0(5)	C51-Pt-P2-C2	-48(15)
P2-C41	178,9(6)	C6-C1-P1	122,6(5)	C61-Pt-P2-C2	153,7(3)
C1-C2	141,6(8)	C1-C2-P2	116,1(5)	P1-Pt-P2-C2	-21,6(2)
C2-C3	138,8(8)	C3-C2-P2	124,7(5)	P2-Pt-P1-C1	18,7(2)
C3-C4	135,7(9)	C1-C2-C3	119,0(6)	Pt-P1-C1-C2	-11,7(6)
C4-C5	139,5(8)	C2-C3-C4	120,9(6)	Pt-P2-C2-C1	21,2(5)
C5-C6	138,2(9)	C3-C4-C5	120,3(6)	P1-C1-C2-P2	-6,1(7)
C1-C6	137,6(9)	C4-C5-C6	119,7(7)	P1-C1-C2-C3	177,5(5)
		C5-C6-C1	120,6(6)	P2-C2-C1-C6	175,1(5)
		C6-C1-C2	119,4(6)	C1-C2-C3-C4	0(1)
				C4-C5-C6-C1	0(1)

Tabelle 9.115.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Kristallgestalt	farblose Polyeder
Kristallgröße [mm]	0,30 x 0,30 x 0,15
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1500,21(3) b = 1477,38(3)    β = 103,631(1) c = 1635,45(4)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	3522,7(1)
Empirische Formel	C <sub>42</sub> H <sub>24</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pt
Molmasse [g/mol]	975,64
Zahl der Formeleinheiten	4
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,840
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	4,160
Messgerät	Enraf Nonius Kappa CCD
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)
Messtemperatur [K]	123(2)
Messbereich	5,92° < 2θ < 50,00°
Indexbereich	-17 ≤ h ≤ 17, -17 ≤ k ≤ 17, -19 ≤ l ≤ 15
F(000)	1896

Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streufaktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an $F^2$ [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	21248		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	6193		
Zahl der beobachteten Reflexe ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	3841		
Verfeinerte Parameter	496		
Restelektronendichte [ $10^6 e^- \text{pm}^{-3}$ ]	1,890/-0,759		
$R_{\text{int}}$	0,1028	$R_{\sigma}$	0,1243
Goodness of fit	0,937		
R1 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0415	R1 (alle Daten)	0,0952
wR2 ( $I_o > 2\sigma(I)$ )	0,0647	wR2 (alle Daten)	0,0756

### 9.1.31. cis-Chloropentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)- $\kappa^2\text{P}$ ]platin(II), cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]

#### NMR-spektroskopische Daten von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]

Zuordnung	$\delta$ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	2,41-2,20	m	2H	
CH <sub>2</sub>	2,17-1,98	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,96-1,84	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,84-1,58	m	8H	
CH <sub>3</sub>	1,35-1,10	m	12H	
FX2/X6	-118,8	m	2F	$^3\text{J}(\text{Pt} - \text{F}) = 272$
FX4	-162,0	t	1F	
FX3/X5	-163,7	m	2F	
P <i>trans</i> Cl	-1,87	d	1P	$^1\text{J}(\text{Pt} - \text{P}) = 3540$ $^2\text{J}(\text{P} - \text{P}) = 23$
P <i>trans</i> C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	1,10	m	1P	$^1\text{J}(\text{Pt} - \text{P}) = 2162$

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**IR-spektroskopische Daten von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2968 s, 2953 m, 2933 m, 2908 m, 2876 m, 1632 s, 1602 m, 1578 w, 1556 sh, 1541 m, 1526 w, 1499 vs, 1460 sh, 1445 vs, 1431 vs, 1418 vs, 1377 s, 1363 s, 1348 s, 1315 m, 1267 s, 1251 s, 1229 m, 1161 s, 1107 m, 1094 m, 1062 sh, 1053 vs, 1041 sh, 1024 vs, 995 sh, 947 vs, 917 s, 839 s, 798 s, 769 vs, 737 s, 716 vs, 689 s, 658 s, 639 s, 484 vw, 469 m, 444 vw und 403 m.

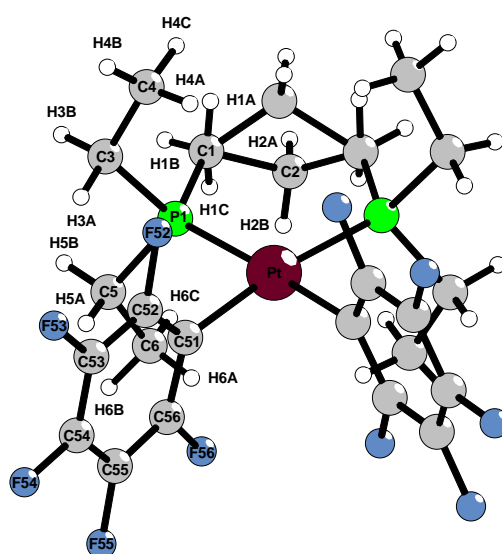
**9.1.32. *cis*-Bispentafluorphenyl[propan-1,3-diylbis(diethylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II), *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]****Röntgenographische Charakterisierung von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

Abbildung 9.29.: Molekülstruktur von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Zur Röntgenstrukturanalyse geeignete farblose, plättchenförmige Kristalle wurden durch Umkristallisation aus Aceton erhalten. Zur Aufklärung der Kristallstruktur wurde mit einem Image-Plate-Diffraction-System ein Intensitätsdatensatz erstellt. Ein sinnvolles Strukturmodell konnte nur in der orthorhombischen Raumgruppe *P* *bcn* (Nr. 60) gefunden werden. Eine numerische Absorptionskorrektur nach Kristallgestaltoptimierung wurde mit den Programmen X-Red [88] und X-Shape [91] durchgeführt. Tabelle 9.119 gibt eine Übersicht über die kristallographischen

Daten und ihre Bestimmung. Die Atomkoordinaten, äquivalente und anisotrope Temperaturfaktoren sind in den Tabellen 15.64 und 15.65 aufgeführt. Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)] liegen in Tabelle 9.118 vor.

Tabelle 9.117.: Mögliche C-H...F-Wasserstoffbrückenbindungen in der Kristallstruktur von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

C-H...F	C-H [pm]	H...F [pm]	C...F [pm]	Winkel(CHF)[°]
C1-H1B...F54	86(5)	275(5)	356,8(5)	159(4)
C1-H1B...F55	86(5)	266(5)	319,3(5)	122(3)
C2-H2A...F55	104(9)	248(8)	313,3(9)	120(6)
C3-H3A...F52	99(4)	273(4)	333,2(5)	120(3)
C3-H3B...F56	101(4)	288(4)	356,3(5)	125(3)
C4-H4A...F52	91(5)	277(5)	325,9(7)	115(4)
C4-H4C...F55	110(5)	269(5)	334,8(6)	118(3)
C5-H5B...F52	94(4)	285(4)	337,2(4)	116(3)
C5-H5B...F54	94(4)	276(4)	353,5(5)	141(3)
C5-H5B...F56	94(4)	259(4)	334,9(5)	139(3)
C6-H6B...F52	103(5)	283(4)	349,5(5)	123(3)
C6-H6A...F56	96(4)	266(4)	339,3(5)	133(3)

Tabelle 9.118.: Ausgewählte Bindungslängen, Winkel und Torsionswinkel in *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Abstände [pm]		Winkel [°]		Torsionswinkel [°]	
Pt-P	227,59(9)	C51-Pt-P	89,63(9)	Pt-C51-C52-F52	5,9(5)
Pt-C51	208,0(4)	P-Pt-P	96,50(5)	Pt-C51-C56-F56	-6,5(4)
P-C1	182,1(4)	C51-Pt-C51	84,5(2)	P-Pt-C51-C56	95,4(3)
P-C3	181,5(4)	C51-Pt-P	172,86(9)	P-Pt-C51-C52	-90,9(3)
P-C5	182,5(4)	C1-C2-C1	113,0(6)	P-Pt-P-C1	-1,2(2)
C1 C2	158(1)	C2-C1-P	118,7(4)	C51-Pt-P-C1	-177,6(2)
C2 C1	147(1)			Pt-P-C1-C2	34,0(6)
C2 C2	146(2)				

Tabelle 9.119.: Kristallographische Daten von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Kristallgestalt	farblose Plättchen
Kristallgröße [mm]	0,14 x 0,11 x 0,10
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	P bcn (Nr. 60)
Gitterkonstanten [pm, °]	a = 1329,1(1) b = 1883,7(2) c = 1025,9(1)
Zellvolumen [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	2568,4(5)

Empirische Formel	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> F <sub>10</sub> P <sub>2</sub> Pt		
Molmasse [g/mol]	749,47		
Zahl der Formeleinheiten	4		
Röntgenographische Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1,938		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	5,671		
Messgerät	IPDS II		
Verwendete Strahlung	Mo-K <sub>α</sub> (Graphit-Monochrom., λ = 71,07 pm)		
Messtemperatur [K]	298(2)		
Messbereich	3,76° < 2Θ < 50,00°		
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 15, -22 ≤ k ≤ 22, -12 ≤ l ≤ 12		
F(000)	1448		
Datenkorrektur	Untergrund, Polarisations- und Lorentzfaktoren		
Streu Faktoren	nach Intern. Tables, Vol. C [87]		
Verwendete Programmsysteme	SHELX-97 [58], X-SEED [86]		
Bestimmung der Schweratomlagen	Direkte Methoden [58]		
Strukturverfeinerung	„Full-matrix“-Least-Squares an F <sup>2</sup> [58]		
Absorptionskorrektur	numerisch (nach Kristallgestaltoptimierung) [88, 91]		
Zahl der gemessenen Reflexe	25241		
Zahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	2261		
Zahl der beobachteten Reflexe (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	1543		
Verfeinerte Parameter	228		
Restelektronendichte [10 <sup>6</sup> e <sup>-</sup> pm <sup>-3</sup> ]	0,281/-0,816		
R <sub>int</sub>	0,0454	R <sub>σ</sub>	0,0231
Goodness of fit	0,883		
R1 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0180	R1 (alle Daten)	0,0350
wR2 (I <sub>o</sub> > 2σ(I))	0,0317	wR2 (alle Daten)	0,0338

### NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	2,24-1,98	m	2H	
CH <sub>2</sub>	1,87-1,71	m	6H	
CH <sub>2</sub>	1,71-1,56	m	6H	
CH <sub>3</sub>	1,25-1,07	m	12H	
FX2/X6	-117,5	m	4F	<sup>3</sup> J(Pt – F) = 316
FX4	-162,2	t	2F	
FX3/X5	-163,8	m	4F	
P1/2	-6,03	m	2P	<sup>1</sup> J(Pt – P) = 2256

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFC<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

**Massenspektrometrische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

m/z	relative Intensität	Zuordnung
1521	5	2M + Na <sup>+</sup>
1190	6	2M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> - L + py
830	6	M + Na <sup>+</sup> + Aceton
804	100	M + Na <sup>+</sup> + MeOH
772	54	M + Na <sup>+</sup>
640	9	M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> + Aceton
614	34	M - (C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sup>-</sup> + MeOH

**IR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]**

IR [cm<sup>-1</sup>] Intensität: 2972 s, 2953 m, 2939 m, 2927 m, 2906 m, 2879 m, 1635 m, 1605 m, 1547 m, 1529 sh, 1502 vs, 1454 vs, 1436 sh, 1418 s, 1377 s, 1361 m, 1350 m, 1269 m, 1257 m, 1250 m, 1161 m, 1101 m, 1057 vs, 1045 s, 1020 s, 955 vs, 922 m, 837 m, 795 s, 767 s, 737 m, 716 s, 689 s, 658 m, 635 m, 484 vw, 467 w und 446 vw.

**9.1.33. cis-Bis(pentafluorphenyl)[ethan-1,2-diylbis(dimethylphosphan)-κ<sup>2</sup>P]platin(II), cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]****NMR-spektroskopische Daten von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]**

Zuordnung	δ [ppm]	Aufspaltung	Integration	Kopplungskonstante [Hz]
CH <sub>2</sub>	1,86	m	4F	
CH <sub>3</sub>	1,53	m	12F	
FX2/X6	-118,3	m	4F	
FX4	-162,2	m	2F	<sup>3</sup> J(Pt - F) = 331
FX3/X5	-164,0	m	4F	
P1/2	28,19	m	2P	<sup>1</sup> J(Pt - P) = 2249

CDCl<sub>3</sub>, TMS- und CFCl<sub>3</sub>-Standard, externer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-Standard

# 10. Methoden zur Produktcharakterisierung

## 10.1. Coulter Counter Multisizer

Der Coulter Counter Multisizer ermöglicht die Analyse der Größenverteilung von Partikeln in einem Bereich von ( $0,4 \mu\text{m}$  -  $1200 \mu\text{m}$ ), unter Verwendung der „Coulter-Impedanz-Methode“ [70].

Die „Coulter-Impedanz-Methode“ beruht darauf, dass in einer schwachen elektrolytischen Lösung suspendierte Partikel durch eine schmale Öffnung zwischen zwei Elektroden gezogen werden, durch die ein elektrischer Strom fließt. Wenn sich nun ein Partikel durch den Bereich zwischen den Elektroden bewegt, verdrängt es den Elektrolyten um ein Volumen, das seinem eigenen entspricht, woraufhin für einen Moment die Impedanz der Apparatur steigt. Dieser Wechsel der Impedanz verursacht einen sehr geringen proportionalen Strom in einem Verstärker, der wiederum die Stromschwankung in einen exakt messbaren Spannungsimpuls umwandelt.

Das Coulter-Prinzip besagt, dass die Größe dieses Impulses direkt proportional zu dem Volumen des Partikels ist, das ihn verursacht hat [71]. Die Messergebnisse können als Volumen, Masse oder Teilchenzahl sowohl in differenzierter als auch integrierter Form ausgegeben werden [70].

## 10.2. Röntgenographische Methoden [72, 73]

Kristalle zeichnen sich im Gegensatz zu amorphen Festkörpern, Flüssigkeiten und Gasen durch einen regelmäßigen Aufbau (Fernordnung) aus. Die kleinste, sich dreidimensional periodisch wiederholende Einheit ist die Elementarzelle, die durch die Gitterkonstanten  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  beschrieben wird. Es gibt sieben Kristallsysteme (triklin, monoklin, orthorhombisch, trigonal, hexagonal, tetragonal und kubisch), in die alle Elementarzellen eingeordnet werden können. Die Translationssymmetrie der Struktur wird durch das Punkt- oder auch Raumgitter (primitiv, innen-, flächenzentriert und rhomboedrisch) wiedergegeben. Kombiniert man die sieben Kristallsysteme mit den Punktgittern, ergeben sich die vierzehn Bravais-Gitter. Es werden meist weitere Symmetrieeigenschaften zwischen den Atomen innerhalb der Elementarzelle gefunden. Die Symmetrieelemente Dreh- bzw. Schraubenachsen, (Gleit-)Spiegelebenen und Inversionszentrum, die die Atome zueinander in Beziehung setzen, ergeben durch Kombination mit den vierzehn Bravais-Gittern die 230 Raumgruppen. Ein Kristall wirkt - aufgrund seines regelmäßigen Aufbaus - als dreidimensionales Beugungsgitter für Röntgenstrahlen, da die Wellenlängen von Röntgenstrahlen ( $\lambda = 0,02 - 185 \text{ nm}$ ) in der gleichen Größenordnung wie die Identitätsperiode kristalliner Stoffe liegen.

Es ist notwendig, bei der Röntgenstrukturanalyse monochromatische Strahlung einzusetzen, da der zu bestimmende Beugungswinkel von der Wellenlänge der elektromagnetischen Strahlung abhängig ist. Neben dem Beugungswinkel wird die Intensität der gebeugten Strahlung gemessen, die proportional zu der Elektronendichte der Atome, an denen die Beugung stattfindet, ist.

### 10.2.1. Einkristall-Verfahren

Zur röntgenographischen Strukturbestimmung einer unbekanntes Verbindung benötigt man einen Einkristall von 0,05 bis 0,5 mm Größe. Dieser wird unter dem Polarisationsmikroskop ausgewählt und entweder direkt auf einem Glasfaden befestigt, oder mit dessen Hilfe in eine Kapillare präpariert, deren Enden im Anschluss daran abgeschmolzen werden.

Anschließend wird der Kristall im Schnittpunkt der Drehachsen des Messgerätes zentriert. Die in dieser Arbeit beschriebenen Einkristalle wurden teilweise mit Hilfe eines IPDS (Image Plate Diffraction System) der Firma Stoe & Cie bzw. eines Nonius- $\kappa$ -CCD-Gerätes vermessen. Bei beiden Geräten wird der Kristall mit Mo- $K_{\alpha}$ -Strahlung nach Durchlaufen eines Graphit-Monochromators bestrahlt. Die gebeugten Reflexe werden auf einer Bildplatte gespeichert.



**Image-Plate-Diffraction-System** Die IPDS-Geräte sind Ein- oder Zwei-Kreis-Diffraktometer [74], deren Bildplatte aus einer mit  $\text{Eu}^{2+}$  dotierten BaClF-Schicht besteht, die während der zwei- bis zehnminütigen Belichtung die Information der auftreffenden Röntgenquanten speichert, welche im anschließenden Ausleseschritt mithilfe eines Lasers ausgelesen werden kann. Anschließend wird die Platte durch Belichtung mit sichtbarem Licht gelöscht und so für eine weitere Aufnahme vorbereitet [73].

**$\kappa$ -CCD-Diffraktometer** Das  $\kappa$ -CCD-Diffraktometer ist ein Vier-Kreis-Diffraktometer mit  $\kappa$ -Geometrie. Die gebeugten Reflexe werden mit einem CCD-(Charge Coupled Device)-Flächendetektor bestimmt, dessen Funktionsweise darauf beruht, dass eine Absorption der Photonen von der Schicht dotierter Siliziumkristallen erfolgt, die eine elektrische Ladung hervorruft (Photoeffekt), die sogleich detektiert werden kann [75].

Nach Abschluss der Datensammlung, Aufarbeitung der Rohdaten und Zellbestimmung liegt ein Datensatz vor, der zur Strukturbestimmung verwendet werden kann.

**Strukturbestimmung** Die Bestimmung von Kristallstrukturen beruht darauf, die komplexe Elektronendichtefunktion mithilfe einer Fouriertransformation in die Einzelwellen  $F_{hkl}$  zu zerlegen. Aus der Elektronendichte  $\rho(r)$  eines Atoms kann dessen Streufaktor  $f$  ermittelt werden:

$$f = 4\pi \int_0^{\infty} \rho(r) \frac{\sin kr}{kr} r^2 dr \quad \text{mit } k = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\Theta$$

Enthält eine Elementarzelle mehrere Atome mit den Streufaktoren  $f_i$ , so ist die Gesamtamplitude und Phase einer an der hkl-Ebene gebeugten Welle durch den Strukturfaktor  $F_{hkl}$  gegeben.

$$F_{hkl} = \sum_i f_i e^{i\Phi_i} \quad \text{mit den Phasen } \Phi_i = 2\pi(hx_i + ky_i + lz_i)$$

Mittels Fourier-Synthese kann man die obigen Gleichungen nach der Elektronendichte  $\rho(r)$  auflösen.

$$\rho(r) = \frac{1}{V} \sum_{hkl} F_{hkl} e^{-2\pi i(kx+hy+lz)}$$

V ist das Volumen der Elementarzelle. Die Intensität  $I_{hkl}$  ist proportional zum Quadrat des Strukturfaktors.

$$I_{hkl} \approx |F_{hkl}|^2$$

Der Betrag des Strukturfaktors lässt sich aus der Intensität berechnen, jedoch erhält man keine Informationen über die Phase  $\Phi$ . Dieses Phasenproblem kann man mit verschiedenen Ansätzen bewältigen:

**Patterson-Synthese** Anstelle des Strukturfaktors wird das Betragsquadrat des Strukturfaktors verwendet, das sich eindeutig aus der Intensität bestimmen lässt.

$$P_{uvw} = \frac{1}{V} \sum_{hkl} F_{hkl}^2 \cdot [2\pi(hu + kv + lw)] + i \sin[2\pi(hu + kv + lw)]$$

Die Patterson-Synthese liefert Abstandsvektoren zwischen den Atomen der Elementarzelle und kann zur Aufklärung von Strukturen mit wenigen Schweratomen verwendet werden.

**Direkte Methoden** Dieses statistische Verfahren beruht auf der Grundannahme, dass Atome nicht zufällig in der Elementarzelle verteilt sind. Die Phasen können auf einen engen Bereich eingeschränkt werden (solange die Strukturfaktoren groß sind), indem man mithilfe von statistischen Verfahren Beziehungen zwischen manchen Strukturfaktoren und Summen (oder Summen von Quadraten) anderer Strukturfaktoren bestimmt.

Die Zuverlässigkeit der direkten Methoden nimmt jedoch mit  $N^{-\frac{1}{2}}$  ( $N$  ist die Anzahl der Atome in der Elementarzelle) ab, was die Anwendung auf Kristalle mit mehr als 100 Atomen in der Elementarzelle erschwert.

Sowohl die Patterson-Synthese als auch die direkten Methoden können durch das Programm SHELX-97 [58] auf den Datensatz angewendet werden. Die Atomlagen leichterer Atome lassen sich mit der Differenzfourier-Synthese ebenfalls mit SHELX-97 [58] ermitteln. Hierbei werden berechnete und beobachtete Strukturfaktoren verglichen und das Strukturmodell mit least-squares-Berechnungen verfeinert. Anschließend erfolgt eine Absorptionskorrektur durch das STOE-Programm X-Red [88], in der Regel nach einer Kristallgestaltoptimierung mit dem STOE-Programm X-Shape [91].

Die Residual-Werte (R-Werte) und der Goodness-of-fit Wert  $S$  geben die Qualität der Strukturbestimmung an und sind über folgende mathematische Beziehungen definiert:

$$R1 = \frac{\sum_{hkl} ||F_o| - |F_c||}{\sum_{hkl} |F_o|} \quad wR2 = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum_{hkl} w(F_o^2)^2}} \quad S = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} [w(F_o^2 - F_c^2)]}{\sum_{hkl} w(F_o^2)^2}} \quad w = 1/\sigma^2 (F_o^2)$$

- $\sigma$  Standardabweichung aus der Zählstatistik der Diffraktometermessung
- $F_o$  beobachteter Strukturfaktor
- $F_c$  berechneter Strukturfaktor

### 10.2.2. Pulverdiffraktometrie

Für eine Pulveraufnahme wird ein fein zerriebenes Kristallpulver in ein Markröhrchen bzw. auf einen Flächenträger gegeben und mit monochromatischem Röntgenlicht bestrahlt. Die Registrierung der Reflexe erfolgt nach dem Prinzip des Debye-Scherrer-Verfahrens. Informationen über Beugungswinkel und zugehörige Intensitäten können so erhalten werden.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Pulverdiffraktometrie ausschließlich zur Überprüfung der Phasenreinheit von - zuvor durch Einkristallverfahren aufgeklärten - Substanzen verwendet.

## 10.3. Grundlagen der NMR-Spektroskopie [76]

Die meisten Atomkerne haben einen Drehimpuls (Kernspin)  $\vec{P}$ , der dem magnetischen Moment  $\vec{\mu}$  proportional ist. Setzt man einen solchen Kern einem äußeren Magnetfeld  $\vec{B}_0$  aus, kann der Kernspin verschiedene Orientierungen annehmen, eine energiearme (Spin  $\alpha$ ) mit paralleler und eine energiereiche (Spin  $\beta$ ) mit antiparalleler Orientierung zum Magnetfeld. Der Übergang zwischen den beiden Zuständen kann spektroskopisch durch Einstrahlen der geeigneten Resonanzfrequenz gemessen werden. Die eingestrahlte Resonanzfrequenz entspricht hierbei der Larmorfrequenz, mit der das magnetische Moment um die Richtung des Magnetfeldvektors präzessiert. Aus der Abhängigkeit der Larmorfrequenz eines Kernspins von dessen chemischer Umgebung ergibt sich die chemische Verschiebung, die in einem NMR-Spektrum angegeben wird. Zusätzlich erscheinen in einem NMR-Spektrum Aufspaltungen von NMR-Signalen zu Multipletts durch direkte oder skalare Spin-Spin-Kopplung von Kernspins über kovalente Bindungen.

Es gibt zwei verschiedene Meßverfahren der hochauflösenden NMR-Spektroskopie:

Bei der CW-Technik (Continuous Wave) wird der Frequenzbereich der chemischen Verschiebung eines Kerns abgetastet, indem entweder die magnetische Flußdichte  $\vec{B}_0$  bei konstanter Sendefrequenz  $\nu_1$  (Feld-Sweep-Verfahren) oder die Sendefrequenz  $\nu_1$  bei konstanter magnetischer Flußdichte  $\vec{B}_0$  (Frequenz-Sweep-Verfahren) verändert werden.

Da bei der CW-Technik die Meßzeiten sehr lang sind, wird heute die FT-Technik (Fourier-Transformation) bevorzugt, bei der der gesamte Frequenzbereich gleichzeitig durch einen Impuls von Radiowellen angeregt wird. Die sich in der Probe aufbauende Quermagnetisierung nimmt nach Ende des Impulses exponentiell mit der Zeitkonstante  $T_2$ , der Spin-Spin-Relaxation ab. Bei Einspin-Systemen ist das zugehörige NMR-Signal eine exponentiell fallende Wechselspannung (FID: Free Induction Decay). Handelt es sich um Mehrspinsysteme, ergibt sich ein

Impulsinterferogramm aus der exponentiell abklingenden Interferenz mehrerer Wechselspannungen. Da die Frequenzen der Wechselspannungen die Differenz zwischen den Larmorfrequenzen der Kerne und der Trägerfrequenz des anregenden Impulses sind, lässt sich mithilfe der Fourier-Transformation des Impulsinterferogramms das Spektrum der Larmorfrequenzen (FT-NMR-Spektrum) berechnen. Das elektronische Rauschen kann durch kohärente Addition vieler Einzelinterferogramme heraus gemittelt werden. Die FT-Technik zeichnet sich somit durch eine hohe Empfindlichkeit auch gegenüber Isotopen mit geringem natürlichem Vorkommen ( $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ) und durch kürzere Meßzeiten aus.

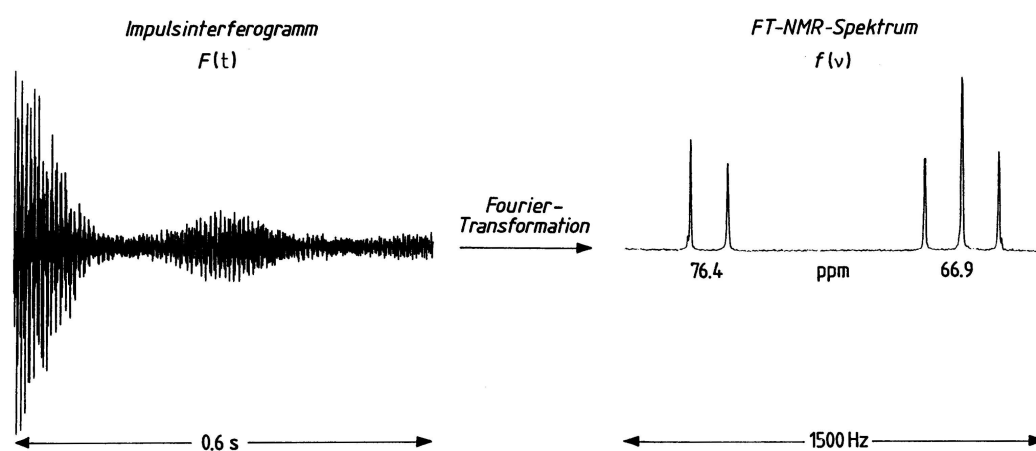


Abbildung 10.1.:  $^{13}\text{C}$ -Impulsinterferogramm und FT- $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum des Glycerins ( $\text{OH-CH}_2)_2\text{CH-OH}$ , in  $\text{D}_2\text{O}$ , bei  $25^\circ\text{C}$  und  $100\text{ MHz}$  [46] [76]

## 10.4. Grundlagen der Infrarot-Spektroskopie [77]

Durch Absorption von elektromagnetischer Strahlung im infraroten Spektralbereich von  $10$  bis  $12500\text{ cm}^{-1}$  werden in einem Molekül Schwingungen und Rotationen von Atomen oder funktionellen Gruppen angeregt.

Für die Analyse von organischen bzw. metallorganischen Substanzen ist das mittlere Infrarot (MIR), das sich von etwa  $400$  bis  $4000\text{ cm}^{-1}$  erstreckt, der wichtigste Bereich. Zwischen  $1000$  und  $1600\text{ cm}^{-1}$  liegt der „Fingerprint-Bereich“ des IR-Spektrums. Hier erscheinen sowohl Gerüstschwingungen und zahlreiche Deformationsschwingungen als auch Valenzschwingungen schwererer Atome. Durch diesen Bandenreichtum wird der „Fingerprint-Bereich“ bei größeren Molekülen relativ unübersichtlich und erschwert die exakte Schwingungszuordnung. Dennoch

erweist der „Fingerprint-Bereich“ sich als sehr hilfreich zur Identifizierung einer Substanz, da Anregungen bei diesen Frequenzen für bestimmte Moleküle charakteristisch sind. In einem IR-Spektrum wird die Transmission in Prozent als Ordinate gegen die Wellenzahl in  $\text{cm}^{-1}$  als Abzisse aufgetragen.

Zur Probenvorbereitung für die MIR-Spektroskopie wird der zu untersuchende Feststoff als Pulver mit Nujol-Öl vermengt und zwischen KBr-Scheiben gegeben. Alternativ kann der Feststoff mit der ca. 100-fachen Menge Kaliumbromid verrieben und anschließend in einer hydraulischen Presse komprimiert werden. Hierbei sintert das Material unter kaltem Fluß zu einem durchsichtigen Plättchen. Aufgrund der hygroskopischen Eigenschaften von Kaliumbromid sind Feuchtigkeitsspuren kaum auszuschließen, und man findet meist OH-Banden bei  $3450 \text{ cm}^{-1}$ .

Die Aufnahme des Spektrums erfolgt bei der klassischen IR-Spektroskopie durch kontinuierliche Bestrahlung der Probe im Frequenzbereich von 400 bis  $4000 \text{ cm}^{-1}$ . Die FT-IR-Spektroskopie stellt eine Weiterentwicklung dieser Technik dar. Während der Messung wird Strahlung im gesamten Frequenzbereich absorbiert (Interferogramm). Anschließend überführt eine Fouriertransformation das Interferogramm in ein „klassisches“ IR-Spektrum. Diese Technik zeichnet sich durch ein verbessertes Signal-Rausch-Verhältnis, reduzierten Zeitbedarf, hohe Empfindlichkeit und Genauigkeit aus.

# 11. Verwendete Chemikalien, Geräte und Computerprogramme

## 11.1. Verwendete Chemikalien

Substanz	Bezugsquelle	Reinheitsgrad [%]
Aceton	Degussa	technisch
Aceton-d <sub>6</sub>	Aldrich	99,9
Aluminiumoxid 60, F <sub>254</sub> , neutral, Typ E, zur Dünnschichtchromatographie	Merck	
Aluminiumoxid 60, F <sub>254</sub> , 1,5 mm, PLC-Platten	Merck	
depp	Fluka	97
dmpe	Aldrich	97,0
dppbe	Aldrich	97,0
dppb	Aldrich	98
dppe	Avocado	97
dppey	Strem Chemicals	>80
dppm	Merck	>96
dppp	Avocado	98
dpppe	Fluka	>95
Bariumhydroxid	Riedel de Haen	>95
1-Butanol	Aldrich	99,5
Chloroform-d <sub>1</sub>	Deutero	99,8
Dichlormethan	Acros	p.a.
Diethylether	Acros	p.a.

Dimethylformamid	Aldrich	99,8
Ethanol	Aldrich	99,5
Hexan	Hauf & Nelles	technisch
Kaliumchlorid	Acros	99
Kaliumhexachloroplatinat(II)	ABCR	99,9
Kaliumhydroxid	Merck	technisch
Methanol	Aldrich	99,8
N-Methyl-2-pyrrolidinon	Aldrich	99,5
Natrium	Aldrich	99,5
Palladium(II)chlorid	Riedel de Haen	99,9
Pentafluorbenzoesäure	ABCR	99
1-Propanol	Aldrich	99,5
2-Propanol	Aldrich	99,0
Pyridin	Grüssing	technisch
Salzsäure (37,5 %)	Riedel de Haen	p.a.
Thallium(I)carbonat	Avocado	99,999
TMS	Aldrich	99,9+
Toluol	Aldrich	99,5+
CFCl <sub>3</sub>	Aldrich	99,5

## 11.2. Verwendete Geräte

IR (Messungen in KBr)	Bruker IFS 66v/S
NMR	Bruker DPX 300 (Bruker AMX 200 in Einzelfällen)
IPDS-1 und IPDS-2	Einkristalldiffraktometer der Fa. STOE & CIE, Darmstadt (D)
Kappa CCD	Einkristalldiffraktometer der Fa. Enraf-Nonius, Delft (NL)
Massenspektrometer	Bruker BioApec 47e FTMS (Elektronen-Spray)
Pulverdiffraktometer	STADI P der Fa. STOE & CIE, Darmstadt (D)

## 11.3. Verwendete Computerprogramme

L <sup>A</sup> T <sub>E</sub> X 2 <sub>ε</sub>	Textsatzprogramm [78]
WMF2EPS v1.32	Konvertierung von .wmf in .eps-Grafiken [79]

---

JPEG2PS v1.9	Konvertierung von .jpeg in .ps-Grafiken [80]
Origin 4.10	Bearbeitung von IR-Daten [81]
1D WINNMR 5.1	Verarbeitung von eindimensionalen NMR-Daten [82]
Diamond 2.1c	Programm zur graphischen Darstellung von Kristallstrukturen [83]
Platon 2000	Bestimmung freier Volumina und höherer Symmetrien in Kristallstrukturen und Erstellung der Differenzfourier-Karten [54]
Quest	Informationssystem zur Recherche in der Cambridge Structure Database [84]
SciFinder	Informationssystem zur Recherche in Chemical Abstracts [85]
X-Seed v1.5	Graphische Oberfläche für das Programm SHELX-97 [86]
SHELX-97	Strukturlösung mit Patterson- und Direkten Methoden und Strukturverfeinerung mit „non-linear-least-squares“- Methoden [58]
STOE-IPDS	Steuerung des IPDS, Verarbeitung der Meßwerte
X-Red 1.08a	Absorptionskorrektur [88]
COLLECT	CCD-Datenerfassung [89]
DENZO-SMN	Zellbestimmung und Datenreduktion von CCD-Datensätzen [90]
X-Shape 1.06	Kristallgestaltoptimierung für numerische Absorptionskorrektur [91]



## **Teil IV.**

# **Zusammenfassung**

## Forschungsziele

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, systematisch eine Reihe von zweizähligen Platin(II)- und Palladium(II)-Phosphan-Komplexen der Art *cis*-[MXY(R<sub>2</sub>P-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-PR<sub>2</sub>)] (mit R = Ph, Et, Me; n<sub>Alkan</sub> = 1-5; M = Pt, Pd; X, Y = Cl, C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R' (R' = F, OMe, OEt, OnPr, OiPr)) zu synthetisieren, die Strukturen aufzuklären und an ausgewählten Beispielen die cytotoxischen Eigenschaften zu untersuchen.

Als Syntheseweg zur Darstellung der gewünschten Verbindungen wurde die mit hohen Ausbeuten ablaufende Decarboxylierungsreaktion gewählt. Hierbei werden zur Synthese der Polyfluorphenyl-Komplexe die entsprechenden Dichloro-Komplexe in Pyridin mit dem entsprechenden Thallium(I)-polyfluorbenzoat umgesetzt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde nach Möglichkeiten gesucht, die Decarboxylierungsreaktion so zu modifizieren, dass sowohl auf Pyridin als Lösungsmittel als auch auf Thallium - aufgrund ihrer hohen Toxizität und der zusätzlichen Fähigkeit des Thalliums, Redox-Nebenreaktionen einzugehen - verzichtet werden kann.

Die benötigten 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-benzoesäuren sollten durch nucleophile aromatische Substitutionsreaktionen von den entsprechenden Natrium-Alkoholaten an Pentafluorbenzoesäure hergestellt werden.

## Alkoxypolyfluorbenzoesäuren

Die Synthese der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-benzoesäuren durch nucleophile aromatische Substitutionsreaktion erwies sich im Falle der literaturbekannten 2,3,5,6-Tetrafluor-4-methoxybenzoesäure als unproblematisch [13]. Die Selektivität der Reaktion nahm jedoch mit steigender Kettenlänge des Alkoholates drastisch ab. Hierbei kam es vermehrt zu Substitution in Position 2 und sogar zweifacher 2,4-Substitution. Die Zweifachsubstitution fand aufgrund von Wasserstoffbrückenbindungen vermehrt unter Verwendung des 2-Propoxylates statt. Es gelang 2,3,5,6-Tetrafluor-4-ethoxy- [19] und 2,3,5,6-Tetrafluor-4-(1-propoxy)-benzoesäure sowie die zweifach substituierten 3,5,6-Trifluor-2,4-bis(ethoxy)- und 3,5,6-Trifluor-2,4-bis(2-propoxy)-benzoesäure herzustellen und die Kristallstrukturen aller genannten Verbindungen aufzuklären. Die Zellparameter und Raumgruppen der bestimmten Kristallstrukturen werden in Tabelle 11.6 aufgeführt. Des Weiteren bot sich der Einsatz von Kalium-pentafluorbenzoat anstelle der Pentafluorbenzoesäure zur Vermeidung von Nebenreaktionen an.

## Kalium- und Thallium(I)-polyfluorbenzoate

Die Darstellung der Kalium- und Thallium(I)-fluorbenzoate erfolgte durch Umsetzen der entsprechenden Polyfluorbenzoesäuren mit Kaliumhydroxid bzw. Thallium(I)-carbonat in Ethanol bzw. Wasser und erwies sich als gute Möglichkeit, die entsprechenden Salze in hoher Ausbeute zu erhalten.

Des Weiteren war es möglich, die Kristallstruktur von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$  - die sich als strukturverwandt zu der von  $\text{KO}_2\text{CC}_6\text{F}_5$  [23] erwies - aufzuklären. Zellparameter und Raumgruppe der bestimmten Kristallstruktur werden in Tabelle 11.6 aufgeführt.

## Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

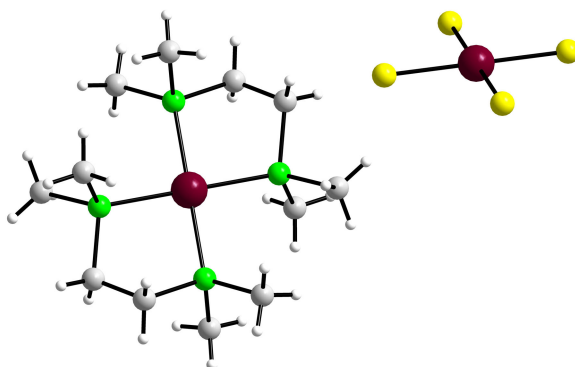
Die als Ausgangsverbindungen für die anschließende Decarboxylierungsreaktion benötigten Dichloropalladium- und -platin(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden konnten durch Reaktion von Kaliumtetrachloropalladat(II) bzw. -platinat(II) mit dem Liganden in Dichlormethan/Wasser in hohen Ausbeuten synthetisiert werden. Eine Ausnahme hiervon stellten die Synthesereaktionen von *cis*- $[\text{MCl}_2(\text{depp})]$  und *cis*- $[\text{MCl}_2(\text{dmpe})]$  ( $\text{M} = \text{Pd}, \text{Pt}$ ) dar, in denen aufgrund der Luftempfindlichkeit der Liganden, diese unter Argonatmosphäre mit Palladium(II)-chlorid bzw. Kaliumtetrachloroplatinat(II) in trockenem Dichlormethan umgesetzt wurde.

Die von Westland [28] vorgeschlagene Aufarbeitungsmethode zur Vermeidung von „Magnus“-Salzen durch Rückfluss der Rohprodukt-Suspension in einer Mischung aus konzentrierter Salzsäure und Ethanol führte nur zu einer leichten Verbesserung der Reinheit der Produkte und ergab im Falle von *cis*- $[\text{PtCl}_2(\text{dmpe})]$  sogar das „Magnus“-Salze  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ .

Da die über den gewählten Syntheseweg entstehenden Komplexe eine Zusammensetzung der Art  $[\text{MCl}_2\{\text{Ph}_2\text{P}(\text{CH}_2)_n\text{PPh}_2\}]_m$  haben sollen, wird zur Umwandlung von der verbrückten in die chelatisierte Form das Lösen der Verbindung in heißem N,N-Dimethylformamid und anschließender Zugabe von Diethylether in der Kälte vorgeschlagen [27].

Diese Art der Umkristallisation erwies sich jedoch als äußerst ungünstig, da sie zu hohen Ausbeuteverlusten führte und nichts am Löseverhalten und den IR-spektroskopischen Daten änderte, und wurde deswegen verworfen.

Dennoch handelte es sich bei allen im Rahmen dieser Arbeit kristallographisch aufgeklärten Dichloro-Komplexen - sogar bei *cis*- $[\text{PtCl}_2(\text{dpppe})]$  mit einer Kettenlänge von fünf Kohlenstoffatomen - um chelatisierte Monomere. Zellparameter und Raumgruppen der bestimmten Kristallstrukturen werden in Tabelle 11.6 aufgeführt.

Abbildung 11.1.:  $[\text{Pt}(\text{dmpe})_2][\text{PtCl}_4]$ 

## Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

Der Versuch, in der Decarboxylierungsreaktion Pyridin durch das umweltfreundliche N-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) zu ersetzen, scheiterte trotz Stattfinden der Reaktion aufgrund von geringeren Ausbeuten, langwieriger Aufarbeitung und geringerer Reaktivität. Dennoch entstanden im Rahmen dieser Reaktionen drei äußerst interessante Verbindungen. Hierbei handelte es sich zum einen um die zweikernigen verbrückten Komplexe *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$  und *trans*- $[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)]$ , die die einzigen verbrückten Komplexe im Rahmen dieser Arbeit blieben, und die zudem die ersten überhaupt kristallographisch bewiesenen verbrückten dpppe-Komplexe darstellen; zum anderen entstand der trigonale-bipyramidale Platincluster  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3$  in einer der Reaktionen, die sich - trotz mehrfacher Versuche - leider nicht reproduzieren ließen.

Der Versuch, Thallium(I)-pentafluorbenzoat durch das ungiftige und preiswertere Kalium-pentafluorbenzoat zu ersetzen, ist hingegen besonders erfolgreich. Die Reaktionen mit Kalium-pentafluorbenzoat verlaufen zwar unter leicht geringeren Ausbeuten, sie haben sich jedoch sowohl bei der Synthese der Palladium(II)-Komplexe als auch der von Platin(II)-Komplexen mit fragilen Liganden bewährt. Aufgrund der geringeren Reaktivität bieten sie sich zudem auch für die Synthese von einfach pentafluorphenylsubstituierten Platin(II)-Komplexen an, da unter Verwendung des Thallium(I)-Salzes häufig zweifach substituierte Nebenprodukte entstehen. Zur Synthese von zweifach pentafluorphenylsubstituierten Platin(II)-Komplexen hingegen erwies sich der Einsatz des reaktiveren Thallium(I)-pentafluorbenzoates - aufgrund der leicht höheren Ausbeuten - als günstiger.

Das beschriebene Verhalten lässt sich ohne Einschränkungen auf das der 2,3,5,6-Tetrafluor-4-alkoxy-benzoate übertragen.

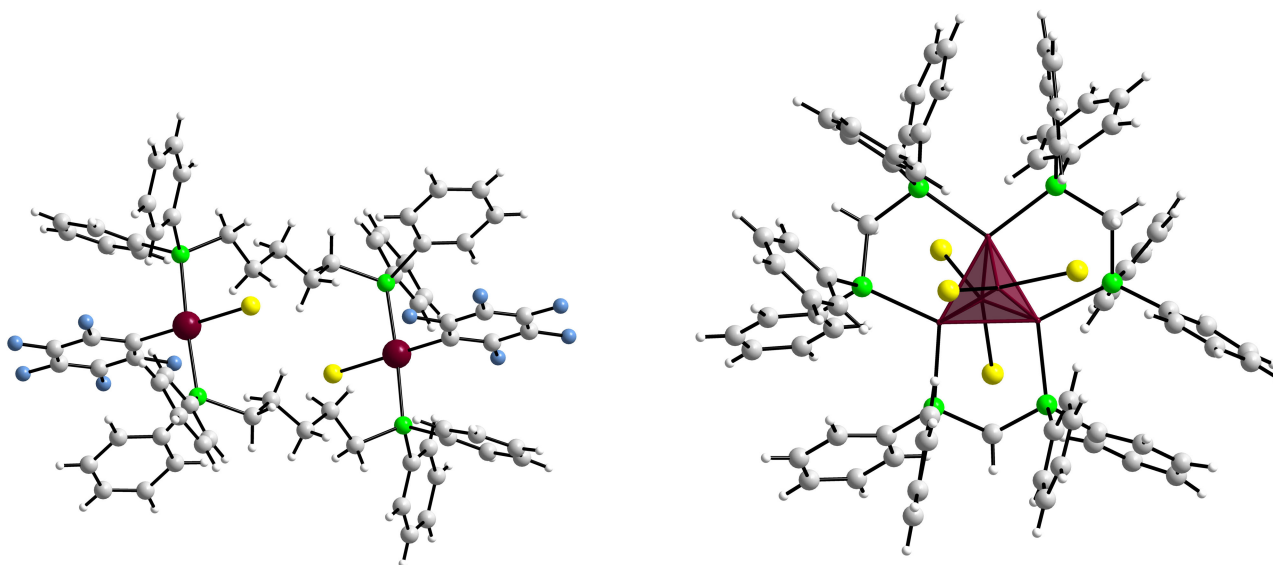


Abbildung 11.2.:  $trans$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){ $\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] und Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub>

Die Decarboxylierungsreaktionen zur Synthese von Polyfluorphenyl-Phosphan-Palladium(II)-Komplexen erwiesen sich im Gegensatz zu jenen der analogen Platin(II)-Komplexe als stark temperaturabhängig, so dass diese zur Vermeidung der Reduktion des Palladium(II)-Komplexes bei tieferen Temperaturen durchgeführt werden sollten.

Als schwierig erwies sich hingegen die Synthese durch Decarboxylierungsreaktion der Polyfluorphenyl-Phosphan-Palladium(II)- und Platin(II)-Komplexe mit rigiden zweizähligen Phosphan-Liganden wie dppey und dppbe, von denen letztere nur in Spuren erhalten werden konnten. Zur Synthese dieser Verbindungen sollte auf Liganden-Austausch-Reaktionen zurückgegriffen werden.

Tabelle 11.4 gibt die optimalen Reaktionsbedingungen für die Synthese von Polyfluorphenyl-Phosphan-Palladium(II)- und -Platin(II)-Komplexen durch Decarboxylierungsreaktion wieder.

Tabelle 11.4.:

	PtCl <sub>2</sub> L	PdCl <sub>2</sub> L	T [°C]
Kalium-polyfluorbenzoat	depp, dmpe	depp, dmpe	60-80
		dppe, dppp, dppb	80-90
Thallium(I)-polyfluorbenzoat	dppe, dppp, dppb		80-100
	dppeth, dppbe	(dppey, dppbe)	100-119

Eine Vielzahl der Decarboxylierungsreaktions-Produkte konnte kristallographisch aufgeklärt werden. Zellparameter und Raumgruppen der bestimmten Kristallstrukturen werden in Tabelle 11.6 aufgeführt.

*cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] stach aus den übrigen synthetisierten polyfluorphenylsubstituierten Komplexen hervor, da sowohl das <sup>19</sup>F- als auch das <sup>31</sup>P-NMR-Spektrum einen zweiten leicht verschobenen Signalsatz gleichen Erscheinens mit einer Intensität von 10 % neben den erwünschten Produktsignalen aufwies (vg. Kapitel 4.2.5). Die Ursache für das Auftreten dieses Phänomens konnte jedoch nicht eindeutig ermittelt werden.

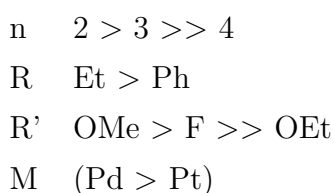
## Überprüfung der biologischen Aktivität

Cytotoxische Eigenschaften konnten für alle untersuchten einfach polyfluorphenylsubstituierten Komplexe sowohl in sensiblen L1210- als auch „Cisplatin“-resistenten murinen L1210/DDP-Leukämie-Zellkulturen nachgewiesen werden.

Der Komplex *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] erwies sich als äußerst potentes Cytostaticum, dessen Wirkung auf sensiblen L1210-Zellkulturen (IC<sub>50</sub> 0,875 μmol/l) der des „Cisplatin“ (IC<sub>50</sub> 0,5 μmol/l) sehr nahe kommt und die des „Cisplatin“ in „Cisplatin“-resistenten L1210/DDP-Zellkulturen um das Zehnfache übersteigt.

Es konnte nachgewiesen werden, dass die Cytotoxizität der hergestellten einfach substituierten Polyfluorphenyl-Komplexe des Platin(II) und Palladium(II) mit zweizähligen Phosphan-Liganden sowohl von der Länge der verbrückenden Kette des Phosphan-Liganden als auch dessen Substituenten am Phosphor sowie der Art der Polyfluorphenyl-Gruppe und des Metalls abhängt.

Für Komplexe der Art *cis*-[MCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>R')(R<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>PR<sub>2</sub>)] lassen sich folgende Abstufungen der Cytotoxizität feststellen:



Da nur ein Palladium-Komplex ( $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]), der zusätzlich durch seine besonderen Eigenschaften aus dem Rahmen der analogen Palladium-Komplexe fällt, untersucht wurde, ist die Abstufung zwischen Platin(II) und Palladium(II) jedoch mit Vorsicht zu betrachten.

Wendet man alle optimierenden Parameter an, so müsste sich  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dmpe)] als Substanz der höchsten Cytotoxizität erweisen.

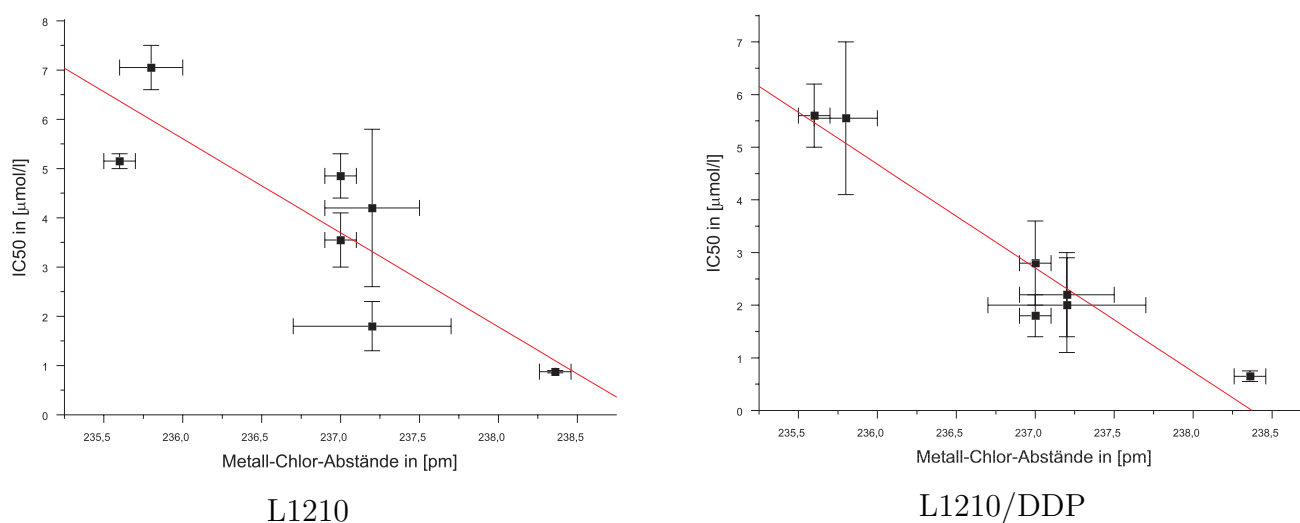


Abbildung 11.3.: Auftragung der IC<sub>50</sub>-Konzentrationen gegen die Metall-Chlor-Abstände

Des Weiteren schien eine Korrelation zwischen den Metall-Chlor-Abständen und den IC<sub>50</sub>-Konzentrationen zu bestehen. Falls diese These sich bewahrheitet, sollte von den im Rahmen dieser Arbeit synthetisierten Verbindungen auch  $cis$ -[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] sehr gute zellteilungshemmende Eigenschaften aufweisen. Dies würde wiederum mit den abgeleiteten optimierenden Parametern einhergehen.

Die Abhängigkeit der Cytotoxizität von dem Metall-Chlor-Abstand lässt auf eine Involvierung des Chlor-Liganden in dem Wirkungsmechanismus schließen. Ein den Gold(I)-Phosphanen ähnlicher Wirkungsmechanismus erscheint aufgrund der Bindungsstärke von Platin(II)- und Palladium(II)-Phosphor-Bindungen und der Tatsache, dass der Ligand des cytotoxisch aktiven  $cis$ -[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(depp)]-Komplexes bei der - für diesen Mechanismus notwendigen - Abspaltung durch Oxidation seine cytotoxischen Eigenschaften verlieren würde, als eher unwahrscheinlich.

Tabelle 11.6.: Zellparameter und Raumgruppen aller im Rahmen dieser Arbeit bestimmter Kristallstrukturen

Substanz	Gitterkonstanten [pm, °]	ZV [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	Raumgruppe
4-MeOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	a = 424,50(2) $\alpha$ = 72,274(2) b = 813,18(3) $\beta$ = 85,198(2) c = 1233,05(7) $\gamma$ = 77,294(4)	395,44(3)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
EtOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H · 0,5 C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	a = 720,65(3) $\alpha$ = 103,809(1) b = 1041,04(4) $\beta$ = 91,115(2) c = 1642,27(8) $\gamma$ = 100,797(4)	1172,62(9)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
4-nPrOC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H	a = 592,00(1) b = 901,16(2) $\beta$ = 96,812(1) c = 1883,52(5)	997,74(4)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
2,4-(EtO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	a = 813,21(2) b = 1010,26(4) $\beta$ = 100,601(3) c = 1529,96(5)	1235,49(7)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
2,4-(iPrO) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> F <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H	a = 906,52(2) b = 1601,98(3) $\beta$ = 95,463(2) c = 934,85(1)	1351,45(4)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
TiO <sub>2</sub> CC <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe	a = 373,100(5) b = 3538,08(4) $\beta$ = 92,0877(8) c = 667,32(1)	880,32(2)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (depp)]	a = 898,3(1) b = 1335,4(2) c = 1371,5(2)	1645,2(4)	P 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> (Nr. 19)
<i>cis</i> -[PdCl <sub>2</sub> (dmpe)]	a = 1227,4(2) b = 615,3(1) $\beta$ = 109,47(2) c = 1674,0(2)	1192,0(3)	I a (Nr. 9)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppm)]	a = 1632,2(2) b = 785,4(1) $\beta$ = 98,54(2) c = 1941,4(3)	2461,06(6)	C 2/c (Nr. 15)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppp)] · CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	a = 1215,11(8) b = 1535,8(1) c = 1588,9(2)	2965,2(4)	P nma (Nr. 62)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppb)]	a = 870,5(1) $\alpha$ = 87,01(2) b = 1080,6(2) $\beta$ = 78,85(2) c = 1454,3(2) $\gamma$ = 72,65(2)	1281,1(3)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dpppe)] · NMP	a = 1113,3(2) $\alpha$ = 72,48(2) b = 1143,3(2) $\beta$ = 75,99(2) c = 1596,9(3) $\gamma$ = 78,73(2)	1864,1(6)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>cis</i> -[PtCl <sub>2</sub> (dppbe)]	a = 981,55(2) b = 1502,75(2) $\beta$ = 112,742(1) c = 1958,45(3)	2664,17(8)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
[Pt(dmpe) <sub>2</sub> ][PtCl <sub>4</sub> ]	a = 843,8(2) $\alpha$ = 108,03(2) b = 871,8(2) $\beta$ = 107,57(2) c = 966,1(2) $\gamma$ = 108,06(2)	576,9(3)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppe)]	a = 1358,1(1) b = 1646,7(1) $\beta$ = 98,871(7) c = 1554,7(1)	3435,2(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)]	a = 1348,86(1) b = 1506,24(1) $\beta$ = 106,593(1) c = 1533,34(2)	2985,57(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppp)] · 1,5 Aceton	a = 1449,4(1) b = 1327,2(8) $\beta$ = 95,053(6) c = 3721,1(3)	7130,1(9)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	a = 1210,02(8) b = 3028,0(2) $\beta$ = 117,992(5) c = 1286,29(9)	4161,5(5)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppp)] · 2 Aceton	a = 1211,90(2) b = 3032,29(2) $\beta$ = 117,979(2) c = 1287,07(3)	4177,0(1)	P 2 <sub>1</sub> /a (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppb)]	a = 1686,6(6) b = 1004,5(1) $\beta$ = 109,24(3) c = 1109,0(3)	1774,0(8)	C 2 (Nr. 5)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	a = 1289,80(2) b = 1173,86(2) $\beta$ = 102,545(1) c = 2108,54(5)	3116,2(1)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)]	a = 1487,07(2) b = 1547,46(1) $\beta$ = 103,727(1) c = 1411,10(1)	3154,45(5)	P c (Nr. 7)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · Aceton	a = 979,57(1) b = 3594,10(4) $\beta$ = 102,529(1) c = 2160,06(2)	4330,61(9)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)]	a = 1501,35(4) b = 1564,53(2) $\beta$ = 103,613(1)	3226,6(1)	P c (Nr. 7)



Substanz	Gitterkonstanten [pm, °]	ZV [10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ]	Raumgruppe
	$c = 1413,35(1)$		
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · Aceton	$a = 975,05(1)$ $b = 3657,72(3)$ $c = 1309,67(1)$ $\beta = 102,384(1)$	4562,20(7)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	$a = 1332,90(1)$ $b = 1876,02(2)$ $c = 1019,63(1)$	2549,44(4)	P bcn (Nr. 60)
<i>cis</i> -[PdCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dmpe)] · 0,5 py	$a = 1286,44(2)$ $b = 1184,24(1)$ $c = 2370,04(3)$	3610,65(8)	P bca (Nr. 61)
<i>cis</i> -[Pd(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dmpe)]	$a = 1983,35(4)$ $b = 858,90(2)$ $c = 1310,63(3)$ $\beta = 110,108(1)$	2096,57(8)	C 2/c (Nr. 15)
Pt <sub>5</sub> Cl <sub>4</sub> (dppm) <sub>3</sub> · 3 NMP	$a = 1321,4(2)$ $b = 1546,5(2)$ $c = 2452,4(2)$ $\alpha = 102,04(1)$ $\beta = 96,92(1)$ $\gamma = 110,22(1)$	4497(1)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> ]	$a = 1210,6(3)$ $b = 1613,2(6)$ $c = 1977,8(6)$ $\alpha = 67,95(3)$ $\beta = 88,83(3)$ $\gamma = 82,06(4)$	3544(2)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>trans</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )] · 2 Aceton	$a = 1113,3(2)$ $b = 1143,3(2)$ $c = 1596,9(3)$ $\alpha = 72,48(2)$ $\beta = 75,99(2)$ $\gamma = 78,73(2)$	1864,1(6)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>cis</i> -[PtCO <sub>3</sub> (dpppe)]	$a = 880,2(2)$ $b = 1819,4(2)$ $c = 899,8(3)$ $\beta = 114,07(2)$	1315,7(4)	P 2 <sub>1</sub> (Nr. 4)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe)(dppp)]	$a = 1282,10(1)$ $b = 1163,93(1)$ $c = 2112,44(2)$ $\beta = 102,412(1)$	3078,66(5)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OMe) <sub>2</sub> (dppp)] · Aceton	$a = 1980,77(2)$ $b = 2044,36(2)$ $c = 1026,27(1)$	4155,79(7)	P nma (Nr. 62)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt)(dppp)] · 2 Aceton	$a = 1416,88(1)$ $b = 1033,83(1)$ $c = 2782,47(2)$ $\beta = 103,9144(4)$	3956,20(6)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OEt) <sub>2</sub> (dppp)] · Aceton	$a = 983,97(1)$ $b = 3557,27(5)$ $c = 1241,15(2)$ $\beta = 102,578(1)$	4240,1(1)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr)(dppp)] · 2 Aceton	$a = 1426,39(2)$ $b = 1037,79(1)$ $c = 2796,68(4)$ $\beta = 104,105(1)$	4015,09(9)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>4</sub> OnPr) <sub>2</sub> (dppp)] · Aceton	$a = 977,39(1)$ $b = 3630,95(7)$ $c = 1284,51(3)$ $\beta = 102,842(2)$	4444,5(1)	P 2 <sub>1</sub> /c (Nr. 14)
<i>cis</i> -[PtCl(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> )(dppbe)]	$a = 956,20(2)$ $b = 1022,28(3)$ $c = 1789,47(7)$ $\alpha = 91,149(1)$ $\beta = 92,311(1)$ $\gamma = 117,570(2)$	1547,84(8)	P $\bar{1}$ (Nr. 2)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (dppbe)]	$a = 1500,21(3)$ $b = 1477,38(3)$ $c = 1635,45(4)$ $\beta = 103,631(1)$	3522,7(1)	P 2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)
<i>cis</i> -[Pt(C <sub>6</sub> F <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (depp)]	$a = 1329,1(1)$ $b = 1883,7(2)$ $c = 1025,9(1)$	2568,4(5)	P bcn (Nr. 60)

**Teil V.**

**Anhang**

# 12. Alkoxypolyfluorbenzoesäuren

## 12.1. 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 12.1.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub>
O1	0,2442(3)	0,41553(17)	0,10556(12)	0,0351(4)
O2	0,6526(3)	0,27388(18)	0,02211(12)	0,0348(4)
O3	0,1864(3)	0,62341(15)	0,39168(11)	0,0275(4)
F2	0,9421(2)	0,23326(13)	0,27692(9)	0,0280(3)
F3	0,8591(2)	0,92664(13)	0,41163(8)	0,0294(3)
F5	0,6824(2)	0,63601(13)	0,20989(9)	0,0299(3)
F6	0,7720(2)	0,93588(12)	0,07891(8)	0,0252(3)
C1	0,3659(4)	0,1028(2)	0,16986(14)	0,0194(4)
C2	0,1346(4)	0,0899(2)	0,25787(14)	0,0193(4)
C3	0,0868(4)	0,9294(2)	0,32883(14)	0,0211(4)
C4	0,2627(4)	0,7700(2)	0,31693(14)	0,0208(4)
C5	0,4927(4)	0,7806(2)	0,22954(15)	0,0209(4)
C6	0,5411(4)	0,9428(2)	0,15907(14)	0,0192(4)
C7	0,4214(4)	0,2763(2)	0,09467(14)	0,0201(4)
C8	0,3457(5)	0,4500(3)	0,38322(18)	0,0302(5)
H1	0,676(10)	0,378(5)	0,982(3)	0,128(14)
H8A	0,235(4)	0,365(3)	0,4448(16)	0,027(5)
H8B	0,582(6)	0,425(3)	0,3983(19)	0,050(7)
H8C	0,312(5)	0,436(3)	0,306(2)	0,042(6)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^*cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^*cos\beta + 2U_{23}cb^*c^*cos\alpha] [92]$$

Tabelle 12.2.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von 4-MeOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>23</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>12</sub>
O1	0,0420(8)	0,0205(8)	0,0370(8)	-0,0054(6)	0,0111(6)	-0,0035(6)
O2	0,0368(8)	0,0241(8)	0,0373(9)	-0,0025(6)	0,0139(6)	-0,0080(6)
O3	0,0326(7)	0,0191(7)	0,0272(7)	-0,0030(5)	0,0075(5)	-0,0062(5)
F2	0,0273(6)	0,0221(6)	0,0347(6)	-0,0124(5)	0,0088(4)	-0,0029(4)
F3	0,0290(6)	0,0307(6)	0,0285(6)	-0,0101(5)	0,0125(4)	-0,0090(5)
F5	0,0308(6)	0,0192(6)	0,0352(6)	-0,0070(5)	0,0070(5)	-0,0003(5)
F6	0,0227(5)	0,0238(6)	0,0265(6)	-0,0065(5)	0,0087(4)	-0,0042(4)
C1	0,0194(9)	0,0193(10)	0,0200(9)	-0,0049(7)	-0,0007(7)	-0,0062(7)
C2	0,0180(8)	0,0179(9)	0,0231(9)	-0,0091(7)	0,0009(7)	-0,0019(7)
C3	0,0185(9)	0,0267(10)	0,0195(9)	-0,0080(8)	0,0031(7)	-0,0070(7)
C4	0,0211(9)	0,0213(10)	0,0191(9)	-0,0027(7)	-0,0010(7)	-0,0069(7)
C5	0,0201(9)	0,0187(10)	0,0236(10)	-0,0070(8)	-0,0017(7)	-0,0016(7)
C6	0,0148(8)	0,0235(10)	0,0182(9)	-0,0048(7)	0,0015(7)	-0,0047(7)
C7	0,0173(9)	0,0231(10)	0,0204(9)	-0,0068(8)	-0,0003(7)	-0,0051(7)
C8	0,0370(12)	0,0206(11)	0,0313(12)	-0,0069(8)	0,0040(9)	-0,0053(9)

## 12.2. 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H · 0,5 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 12.3.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub>
O1A	0,2243(3)	0,5629(2)	0,30733(15)	0,0343(6)
O2A	0,0471(3)	0,3569(2)	0,28574(16)	0,0347(6)
O3A	0,7716(3)	0,2876(2)	0,48957(15)	0,0322(6)
O1B	0,7812(3)	0,4284(2)	0,20464(15)	0,0318(6)
O2B	0,9608(3)	0,6342(2)	0,22499(15)	0,0337(6)
O3B	0,2556(3)	0,7054(2)	0,01089(15)	0,0329(6)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
F2A	0,5839(2)	0,58786(18)	0,35330(12)	0,0316(5)
F3A	0,8404(2)	0,50715(18)	0,43387(13)	0,0329(5)
F5A	0,3830(3)	0,1295(2)	0,46079(13)	0,0389(5)
F6A	0,1314(2)	0,20687(19)	0,38078(12)	0,0338(5)
F2B	0,4210(2)	0,41075(18)	0,15776(12)	0,0315(5)
F3B	0,1718(2)	0,49346(19)	0,07360(12)	0,0333(5)
F5B	0,6504(3)	0,8505(2)	0,03516(13)	0,0386(5)
F6B	0,8936(2)	0,77241(19)	0,11957(12)	0,0327(5)
C1A	0,3423(4)	0,4011(3)	0,36186(19)	0,0222(7)
C2A	0,5276(4)	0,4734(3)	0,3786(2)	0,0239(7)
C3A	0,6643(4)	0,4323(3)	0,4204(2)	0,0230(7)
C4A	0,6255(4)	0,3154(3)	0,4497(2)	0,0242(7)
C5A	0,4403(4)	0,2442(3)	0,4350(2)	0,0256(8)
C6A	0,3061(4)	0,2855(3)	0,39194(19)	0,0229(7)
C7A	0,1956(4)	0,4441(3)	0,31573(19)	0,0228(7)
C8A	0,7472(5)	0,1673(4)	0,5228(2)	0,0291(8)
C9A	0,9367(5)	0,1678(4)	0,5626(2)	0,0317(9)
C1B	0,6712(4)	0,5882(3)	0,14410(19)	0,0214(7)
C2B	0,4819(4)	0,5201(3)	0,1289(2)	0,0222(7)
C3B	0,3514(4)	0,5627(3)	0,0849(2)	0,0256(8)
C4B	0,3988(4)	0,6752(3)	0,0517(2)	0,0240(7)
C5B	0,5865(4)	0,7416(3)	0,0650(2)	0,0242(7)
C6B	0,7167(4)	0,7000(3)	0,1103(2)	0,0250(8)
C7B	0,8130(4)	0,5473(3)	0,19419(19)	0,0236(7)
C8B	0,2866(5)	0,8204(4)	-0,0260(2)	0,0293(8)
C9B	0,0965(5)	0,8302(4)	-0,0604(3)	0,0322(9)
C1	0,3876(5)	1,0261(4)	0,2184(2)	0,0337(9)
C2	0,5707(5)	1,1034(4)	0,2365(2)	0,0384(9)
C3	0,7095(5)	1,0587(4)	0,2728(2)	0,0472(11)
C4	0,6743(6)	0,9365(4)	0,2938(2)	0,0480(10)
C5	0,4915(6)	0,8580(4)	0,2765(2)	0,0440(10)
C6	0,3513(5)	0,9025(3)	0,2403(2)	0,0374(9)
C7	0,2370(6)	1,0740(4)	0,1779(3)	0,0500(11)
H1A	0,953(8)	0,382(6)	0,255(4)	0,11(2)
H8AA	0,649(5)	0,180(3)	0,566(2)	0,039(10)
H8AB	0,700(5)	0,090(4)	0,479(2)	0,038(10)
H9AA	0,978(6)	0,252(4)	0,611(3)	0,064(13)
H9AB	0,929(5)	0,089(4)	0,583(3)	0,058(13)
H9AC	0,028(5)	0,151(3)	0,519(2)	0,041(10)
H1B	0,086(13)	0,614(10)	0,248(6)	0,25(4)
H8BA	0,373(5)	0,803(3)	0,932(2)	0,030(9)
H8BB	0,336(4)	0,898(4)	0,022(2)	0,032(9)
H9BA	0,038(5)	0,748(4)	0,902(2)	0,039(11)
H9BB	0,006(5)	0,847(4)	0,985(3)	0,050(11)
H9BC	0,113(5)	0,901(4)	0,909(2)	0,050(12)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^* \cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^* \cos\beta + 2U_{23}cbcb^*c^* \cos\alpha] \quad [92]$$

Tabelle 12.4.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
O1A	0,0383(14)	0,0256(15)	0,0403(15)	0,0109(12)	-0,0072(11)	0,0069(11)
O2A	0,0286(14)	0,0345(15)	0,0409(16)	0,0131(12)	-0,0102(11)	0,0025(11)
O3A	0,0295(13)	0,0310(14)	0,0405(15)	0,0215(12)	-0,0064(10)	0,0011(10)
O1B	0,0338(13)	0,0245(14)	0,0394(15)	0,0131(12)	-0,0058(10)	0,0055(10)
O2B	0,0304(13)	0,0296(14)	0,0396(15)	0,0124(12)	-0,0119(11)	-0,0011(11)
O3B	0,0267(13)	0,0331(14)	0,0443(16)	0,0227(12)	-0,0044(10)	0,0032(10)
F2A	0,0316(10)	0,0264(11)	0,0412(12)	0,0191(9)	-0,0014(8)	0,0030(8)
F3A	0,0227(10)	0,0301(11)	0,0483(13)	0,0191(10)	-0,0030(8)	-0,0010(8)
F5A	0,0340(11)	0,0358(12)	0,0513(14)	0,0294(11)	-0,0088(9)	-0,0055(9)
F6A	0,0254(10)	0,0373(12)	0,0385(12)	0,0196(10)	-0,0071(8)	-0,0066(8)
F2B	0,0279(10)	0,0263(11)	0,0438(13)	0,0184(10)	0,0006(8)	0,0014(8)
F3B	0,0213(10)	0,0346(12)	0,0445(13)	0,0169(10)	-0,0017(8)	-0,0016(8)
F5B	0,0313(11)	0,0395(13)	0,0514(14)	0,0327(11)	-0,0059(9)	-0,0035(9)
F6B	0,0228(10)	0,0367(12)	0,0402(12)	0,0205(10)	-0,0050(8)	-0,0036(8)
C1A	0,0241(17)	0,0245(19)	0,0179(17)	0,0048(14)	0,0005(12)	0,0053(14)
C2A	0,0339(19)	0,0189(18)	0,0215(18)	0,0102(15)	0,0056(14)	0,0046(14)
C3A	0,0187(16)	0,0202(18)	0,0284(19)	0,0069(15)	0,0013(13)	-0,0016(13)
C4A	0,0259(17)	0,0252(19)	0,0240(19)	0,0096(15)	0,0005(13)	0,0064(14)
C5A	0,0317(18)	0,0203(19)	0,0262(19)	0,0116(15)	0,0010(14)	0,0009(14)
C6A	0,0227(17)	0,0229(19)	0,0205(18)	0,0055(15)	-0,0010(13)	-0,0022(13)
C7A	0,0264(18)	0,023(2)	0,0202(18)	0,0054(15)	0,0025(13)	0,0072(14)
C8A	0,036(2)	0,023(2)	0,030(2)	0,0140(18)	-0,0039(16)	0,0033(16)
C9A	0,039(2)	0,030(2)	0,030(2)	0,0128(19)	-0,0036(16)	0,0092(17)
C1B	0,0240(17)	0,0207(18)	0,0189(18)	0,0033(14)	0,0017(13)	0,0047(13)
C2B	0,0255(17)	0,0162(18)	0,0254(19)	0,0069(14)	0,0063(13)	0,0024(13)
C3B	0,0210(17)	0,028(2)	0,0274(19)	0,0084(16)	0,0028(13)	0,0028(14)
C4B	0,0264(17)	0,0246(19)	0,0230(18)	0,0074(15)	0,0007(13)	0,0079(14)
C5B	0,0268(17)	0,0252(19)	0,0234(19)	0,0129(16)	0,0030(13)	0,0025(14)
C6B	0,0197(16)	0,027(2)	0,0269(19)	0,0073(15)	0,0031(13)	0,0010(14)
C7B	0,0273(18)	0,025(2)	0,0203(18)	0,0069(15)	0,0021(13)	0,0082(15)
C8B	0,035(2)	0,028(2)	0,027(2)	0,0108(18)	0,0002(16)	0,0075(16)
C9B	0,033(2)	0,033(2)	0,034(2)	0,014(2)	-0,0007(17)	0,0090(17)
C1	0,040(2)	0,035(2)	0,022(2)	0,0011(17)	0,0017(15)	0,0043(17)
C2	0,048(2)	0,027(2)	0,032(2)	0,0053(17)	0,0105(17)	-0,0101(17)
C3	0,035(2)	0,058(3)	0,040(2)	0,005(2)	-0,0003(17)	-0,0037(19)
C4	0,058(3)	0,051(3)	0,030(2)	0,001(2)	0,0042(18)	0,011(2)
C5	0,067(3)	0,036(2)	0,034(2)	0,0137(19)	0,0122(19)	0,014(2)
C6	0,046(2)	0,024(2)	0,036(2)	0,0030(17)	0,0145(17)	-0,0032(16)
C7	0,054(3)	0,051(3)	0,045(3)	0,004(2)	-0,0020(19)	0,019(2)

Tabelle 12.5.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von 4-EtOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H2	0,5983	1,1869	0,2235	0,046
H3	0,8305	1,1119	0,2836	0,057
H4	0,7696	0,9069	0,3189	0,058
H5	0,4650	0,7747	0,2897	0,053
H6	0,2300	0,8497	0,2301	0,045
H7A	0,1452	0,9978	0,1471	0,075
H7B	0,2921	1,1258	0,1401	0,075
H7C	0,1764	1,1294	0,2202	0,075

## 12.3. 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 12.6.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
O1	0,4476(2)	0,61240(15)	0,06501(8)	0,0299(4)
O2	0,2939(3)	0,38862(15)	0,04033(9)	0,0317(4)
O3	0,7963(2)	0,53239(15)	0,31127(8)	0,0286(4)
F2	0,45425(18)	0,67327(13)	0,20486(6)	0,0283(4)
F3	0,22720(18)	0,67943(13)	0,31649(6)	0,0292(3)
F5	0,65369(19)	0,37858(12)	0,19338(6)	0,0279(4)
F6	0,88160(19)	0,36872(12)	0,08118(6)	0,0294(4)
C1	0,1824(3)	0,5175(2)	0,13829(11)	0,0227(5)
C2	0,2587(3)	0,5965(2)	0,20039(11)	0,0222(5)
C3	0,1400(3)	0,6003(2)	0,25898(11)	0,0225(5)
C4	0,9327(3)	0,5277(2)	0,25863(11)	0,0230(5)
C5	0,8541(3)	0,4505(2)	0,19655(11)	0,0218(5)
C6	0,9739(3)	0,4450(2)	0,13893(11)	0,0214(5)
C7	0,3198(3)	0,5110(2)	0,07768(11)	0,0243(5)
C8	0,8952(4)	0,5172(3)	0,38510(12)	0,0328(6)
C9	0,7008(4)	0,4876(3)	0,42818(13)	0,0328(6)
C10	0,5615(4)	0,3525(3)	0,40276(15)	0,0356(6)
H1	0,384(5)	0,390(3)	0,0100(16)	0,061(9)
H8A	0,002(4)	0,430(3)	0,3893(13)	0,044(7)
H8B	0,983(4)	0,610(3)	0,4020(12)	0,039(6)
H9A	0,763(4)	0,483(3)	0,4793(17)	0,057(8)
H9B	0,590(4)	0,577(3)	0,4271(13)	0,047(7)
H10A	0,655(4)	0,261(3)	0,4008(14)	0,044(7)
H10B	0,443(4)	0,324(3)	0,4362(13)	0,040(6)
H10C	0,482(4)	0,370(2)	0,3534(15)	0,039(7)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 12.7.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von 4-nPrOC<sub>6</sub>F<sub>4</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
O1	0,0300(9)	0,0303(9)	0,0313(9)	-0,0023(7)	0,0115(7)	-0,0068(6)
O2	0,0373(10)	0,0282(9)	0,0319(10)	-0,0070(7)	0,0142(8)	-0,0057(6)
O3	0,0247(8)	0,0407(9)	0,0212(9)	0,0013(7)	0,0060(6)	0,0002(6)
F2	0,0218(6)	0,0310(6)	0,0325(8)	-0,0053(5)	0,0046(5)	-0,0063(5)
F3	0,0269(7)	0,0336(7)	0,0276(7)	-0,0091(5)	0,0044(5)	-0,0049(5)
F5	0,0204(6)	0,0320(7)	0,0317(8)	-0,0011(5)	0,0044(5)	-0,0064(5)
F6	0,0278(7)	0,0323(7)	0,0275(8)	-0,0058(5)	0,0011(6)	-0,0057(5)
C1	0,0196(10)	0,0207(10)	0,0275(12)	0,0008(8)	0,0023(9)	0,0022(8)
C2	0,0172(10)	0,0196(10)	0,0297(12)	-0,0001(9)	0,0020(8)	0,0000(8)
C3	0,0228(10)	0,0217(10)	0,0224(11)	-0,0044(9)	-0,0002(9)	0,0008(8)
C4	0,0207(10)	0,0242(10)	0,0249(13)	0,0028(9)	0,0059(9)	0,0045(8)
C5	0,0174(10)	0,0205(10)	0,0275(12)	0,0029(8)	0,0024(8)	-0,0014(8)
C6	0,0224(10)	0,0193(9)	0,0218(12)	-0,0021(8)	-0,0002(9)	0,0002(8)
C7	0,0217(10)	0,0259(11)	0,0247(12)	0,0002(9)	0,0009(9)	0,0028(8)
C8	0,0329(13)	0,0438(14)	0,0214(13)	-0,0008(10)	0,0023(10)	-0,0056(11)
C9	0,0371(13)	0,0389(13)	0,0238(13)	-0,0030(10)	0,0087(10)	-0,0061(10)
C10	0,0350(13)	0,0347(13)	0,0381(15)	0,0010(11)	0,0087(12)	-0,0033(10)

## 12.4. 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 12.8.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
O1	0,1297(3)	0,3870(2)	0,05905(18)	0,0992(9)
O2	0,0064(4)	0,3806(3)	0,91754(18)	0,0991(9)
O3	0,1019(3)	0,1195(2)	0,10851(16)	0,0847(8)
O4	0,3932(3)	0,8362(3)	0,9383(2)	0,1240(11)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
F3	0,2470(3)	0,88353(19)	0,08369(15)	0,1108(8)
F5	0,3773(3)	0,0312(2)	0,81341(15)	0,1201(9)
F6	0,2414(3)	0,2646(2)	0,83599(15)	0,1184(9)
C1	0,1722(4)	0,1994(3)	0,9731(2)	0,0707(9)
C2	0,1780(4)	0,1001(3)	0,0369(2)	0,0743(9)
C3	0,2480(4)	0,9794(3)	0,0221(3)	0,0814(10)
C4	0,3162(4)	0,9524(4)	0,9472(3)	0,0835(11)
C5	0,3095(4)	0,0519(4)	0,8863(3)	0,0864(10)
C6	0,2385(4)	0,1709(4)	0,8983(3)	0,0838(10)
C7	0,0987(4)	0,3305(3)	0,9848(3)	0,0747(10)
C8	0,2114(6)	0,1324(4)	0,1941(3)	0,1128(14)
C9	0,1185(7)	0,1379(6)	0,2627(3)	0,183(3)
C10	0,3101(7)	0,7297(5)	0,9045(5)	0,159(2)
C11	0,3894(7)	0,6118(4)	0,8983(4)	0,153(2)
H1	0,962(6)	0,463(5)	0,928(3)	0,154(18)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 12.9.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
O1	0,108(2)	0,0817(17)	0,1023(19)	-0,0093(14)	0,0036(15)	0,0201(14)
O2	0,107(2)	0,0782(18)	0,1047(19)	-0,0040(15)	-0,0008(16)	0,0244(15)
O3	0,0661(15)	0,0923(17)	0,0939(17)	0,0072(13)	0,0103(14)	0,0042(12)
O4	0,0813(19)	0,0795(17)	0,198(3)	-0,0425(18)	-0,0103(18)	0,0126(16)
F3	0,1103(17)	0,0778(14)	0,1388(18)	0,0176(13)	0,0084(13)	0,0074(12)
F5	0,1171(19)	0,125(2)	0,1243(18)	-0,0263(14)	0,0381(15)	0,0203(14)
F6	0,144(2)	0,1035(16)	0,1151(17)	0,0159(13)	0,0448(15)	0,0205(14)
C1	0,059(2)	0,065(2)	0,086(2)	-0,0028(18)	0,0081(17)	0,0058(17)
C2	0,0500(19)	0,074(2)	0,094(2)	-0,004(2)	0,0020(18)	-0,0017(18)
C3	0,065(2)	0,059(2)	0,112(3)	0,009(2)	-0,005(2)	0,0014(19)
C4	0,062(2)	0,069(3)	0,115(3)	-0,022(2)	0,005(2)	0,0048(19)
C5	0,072(2)	0,083(3)	0,104(3)	-0,016(2)	0,015(2)	0,010(2)
C6	0,076(2)	0,073(2)	0,100(3)	0,000(2)	0,011(2)	0,006(2)
C7	0,063(2)	0,069(2)	0,089(3)	0,001(2)	0,0077(19)	0,0055(18)
C8	0,094(3)	0,141(4)	0,099(3)	0,001(2)	0,008(3)	0,015(3)
C9	0,125(4)	0,319(9)	0,102(3)	-0,017(4)	0,013(3)	0,010(5)
C10	0,115(4)	0,101(4)	0,256(6)	-0,067(4)	0,020(4)	0,008(3)
C11	0,148(4)	0,086(3)	0,218(6)	-0,028(3)	0,014(4)	0,008(3)

Tabelle 12.10.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von 2,4-(EtO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H8A	0,2872	0,0575	0,2037	0,135
H8B	0,2778	0,2122	0,1949	0,135
H9A	0,0443	0,2126	0,2536	0,274
H9B	0,1932	0,1467	0,3188	0,274
H9C	0,0544	0,0581	0,2626	0,274
H10A	0,2536	0,7527	0,8450	0,191
H10B	0,2236	0,7137	0,9392	0,191
H11A	0,3822	0,5889	0,8368	0,230
H11B	0,3369	0,5440	0,9276	0,230
H11C	0,5048	0,6195	0,9261	0,230

## 12.5. 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 12.11.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
O1	0,37701(11)	0,94521(6)	0,39875(11)	0,0310(2)
O2	0,35470(12)	0,07852(6)	0,46370(11)	0,0306(2)
O3	0,05584(10)	0,91228(6)	0,42421(9)	0,0238(2)
O4	0,77092(11)	0,05507(6)	0,04015(10)	0,0267(2)
F3	0,79515(9)	0,93611(5)	0,24601(9)	0,0321(2)
F5	0,01249(9)	0,16023(5)	0,01716(9)	0,0342(2)
F6	0,26380(9)	0,13936(5)	0,18619(9)	0,0356(2)
C1	0,16593(14)	0,02280(8)	0,30225(14)	0,0220(3)
C2	0,04601(14)	0,96949(8)	0,31592(13)	0,0209(3)
C3	0,91496(14)	0,98358(8)	0,22895(14)	0,0230(3)
C4	0,89919(14)	0,04703(8)	0,12747(14)	0,0219(3)
C5	0,02052(15)	0,09859(8)	0,11597(14)	0,0242(3)
C6	0,15008(14)	0,08728(8)	0,20309(14)	0,0245(3)
C7	0,30954(15)	0,01106(8)	0,39326(14)	0,0227(3)
C8	0,02745(16)	0,82448(8)	0,38542(15)	0,0258(3)
C9	0,0061(2)	0,78163(11)	0,52510(18)	0,0405(4)
C10	0,15304(19)	0,78984(10)	0,31057(18)	0,0355(4)
C11	0,67755(16)	0,12663(9)	0,07148(16)	0,0291(3)
C12	0,55103(18)	0,12618(11)	0,95442(17)	0,0345(4)
C13	0,6268(2)	0,11834(14)	0,21966(18)	0,0434(4)
H1	0,448(2)	0,0682(12)	0,511(2)	0,054(5)
H8	0,9357(18)	0,8213(10)	0,3226(15)	0,028(4)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H9A	0,921(2)	0,8042(13)	0,5690(19)	0,056(6)
H9B	0,094(2)	0,7879(11)	0,5907(19)	0,042(5)
H9C	0,9865(19)	0,7199(12)	0,5084(18)	0,045(5)
H10A	0,244(2)	0,7959(11)	0,3745(18)	0,041(5)
H10B	0,166(2)	0,8215(13)	0,221(2)	0,056(5)
H10C	0,137(2)	0,7291(12)	0,2848(18)	0,048(5)
H11	0,7412(18)	0,1787(11)	0,0638(16)	0,036(4)
H12A	0,589(2)	0,1289(12)	0,862(2)	0,052(5)
H12B	0,490(2)	0,1750(13)	0,9681(18)	0,046(5)
H12C	0,485(2)	0,0776(12)	0,9571(18)	0,046(5)
H13A	0,562(2)	0,1660(12)	0,2355(18)	0,043(5)
H13B	0,715(2)	0,1165(11)	0,2916(19)	0,044(5)
H13C	0,563(3)	0,0639(14)	0,222(2)	0,067(6)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 12.12.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von 2,4-(iPrO)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>F<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
O1	0,0264(5)	0,0229(5)	0,0418(6)	-0,0040(4)	-0,0077(4)	0,0022(4)
O2	0,0273(5)	0,0230(5)	0,0395(6)	-0,0062(4)	-0,0073(4)	-0,0006(4)
O3	0,0284(5)	0,0187(5)	0,0241(5)	0,0018(4)	0,0009(4)	-0,0014(4)
O4	0,0255(5)	0,0260(5)	0,0273(5)	-0,0043(4)	-0,0042(4)	0,0074(4)
F3	0,0206(4)	0,0302(5)	0,0447(5)	0,0066(4)	-0,0010(3)	-0,0049(3)
F5	0,0350(5)	0,0316(5)	0,0356(5)	0,0140(4)	0,0013(4)	0,0016(4)
F6	0,0261(5)	0,0338(5)	0,0467(5)	0,0127(4)	0,0019(4)	-0,0081(4)
C1	0,0205(7)	0,0215(7)	0,0238(7)	-0,0029(5)	0,0008(5)	0,0019(5)
C2	0,0228(7)	0,0173(6)	0,0230(7)	-0,0013(5)	0,0033(5)	0,0015(5)
C3	0,0205(7)	0,0211(7)	0,0276(7)	-0,0030(5)	0,0036(5)	-0,0020(5)
C4	0,0220(7)	0,0222(7)	0,0213(7)	-0,0037(5)	0,0003(5)	0,0046(5)
C5	0,0280(7)	0,0209(7)	0,0244(7)	0,0037(5)	0,0053(5)	0,0045(5)
C6	0,0218(7)	0,0223(7)	0,0297(7)	-0,0007(6)	0,0049(5)	-0,0023(5)
C7	0,0225(7)	0,0207(7)	0,0249(7)	0,0002(5)	0,0029(5)	-0,0020(5)
C8	0,0264(7)	0,0187(7)	0,0312(7)	-0,0006(5)	-0,0024(6)	-0,0019(5)
C9	0,0598(12)	0,0245(9)	0,0380(9)	0,0036(7)	0,0082(9)	-0,0028(8)
C10	0,0373(9)	0,0279(8)	0,0411(9)	-0,0084(7)	0,0024(7)	0,0018(7)
C11	0,0247(7)	0,0250(7)	0,0375(8)	-0,0051(6)	0,0013(6)	0,0051(6)
C12	0,0315(8)	0,0347(9)	0,0359(9)	0,0003(7)	-0,0032(7)	0,0096(7)
C13	0,0311(9)	0,0634(12)	0,0351(9)	-0,0129(8)	-0,0005(7)	0,0134(9)

# 13. Thallium(I)-2,3,5,6-tetrafluor-4-methoxy-benzoat

## 13.1. $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 13.1.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Tl	0,84936(5)	0,025082(6)	0,75151(3)	0,01615(12)
C1	0,5314(15)	0,09800(18)	0,2479(9)	0,0152(12)
C2	0,4324(15)	0,11449(17)	0,0648(9)	0,0143(12)
C3	0,4475(15)	0,15311(17)	0,0311(9)	0,0157(12)
C4	0,5739(15)	0,17770(17)	0,1830(9)	0,0157(12)
C5	0,6793(16)	0,16123(17)	0,3641(9)	0,0176(13)
C6	0,6555(15)	0,12298(18)	0,3966(9)	0,0163(12)
C7	0,5023(15)	0,05596(17)	0,2808(8)	0,0148(12)
C8	0,710(2)	0,2328(2)	-0,0141(11)	0,0231(14)
F2	0,2982(10)	0,09335(11)	0,9132(5)	0,0222(8)
F3	0,3242(10)	0,16695(11)	0,8537(5)	0,0232(8)
F5	0,8111(10)	0,18404(10)	0,5117(5)	0,0242(8)
F6	0,7702(10)	0,10992(10)	0,5762(5)	0,0219(8)
O1	0,6005(13)	0,03428(13)	0,1458(7)	0,0242(10)
O2	0,3669(11)	0,04555(12)	0,4431(6)	0,0185(9)
O3	0,5848(13)	0,21582(12)	0,1687(7)	0,0234(10)
H8A	0,86(2)	0,252(2)	0,015(11)	0,04(3)
H8B	0,55(3)	0,234(3)	0,889(16)	0,06(3)
H8C	0,839(17)	0,213(2)	0,912(9)	0,010(15)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 13.2.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von  $\text{TlO}_2\text{CC}_6\text{F}_4\text{OMe}$

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Tl	0,01853(17)	0,01324(17)	0,01681(17)	-0,00002(8)	0,00272(10)	-0,00227(8)
C1	0,010(3)	0,018(3)	0,017(3)	-0,001(2)	0,004(2)	-0,002(2)
C2	0,016(3)	0,012(3)	0,014(3)	-0,004(2)	-0,001(2)	-0,002(2)
C3	0,015(3)	0,018(3)	0,014(3)	0,001(2)	0,002(2)	-0,001(2)
C4	0,016(3)	0,006(3)	0,025(3)	-0,001(2)	0,004(2)	0,002(2)
C5	0,021(3)	0,013(3)	0,019(3)	-0,006(2)	-0,001(2)	-0,002(2)
C6	0,016(3)	0,017(3)	0,017(3)	-0,001(2)	0,007(2)	-0,003(2)
C7	0,016(3)	0,015(3)	0,014(3)	-0,002(2)	0,000(2)	0,004(2)
C8	0,027(3)	0,019(3)	0,023(4)	0,009(3)	0,002(3)	0,001(3)
F2	0,0305(19)	0,0167(19)	0,0191(18)	-0,0033(14)	-0,0056(15)	-0,0064(15)
F3	0,037(2)	0,0155(19)	0,0171(19)	0,0047(15)	-0,0063(15)	0,0020(16)
F5	0,037(2)	0,0169(19)	0,0179(18)	-0,0049(15)	-0,0038(15)	-0,0054(16)
F6	0,031(2)	0,0181(19)	0,0155(18)	0,0034(14)	-0,0059(15)	-0,0013(15)
O1	0,038(3)	0,012(2)	0,022(2)	-0,0040(19)	0,010(2)	-0,004(2)
O2	0,026(2)	0,012(2)	0,018(2)	0,0027(17)	0,0047(17)	-0,0025(18)
O3	0,041(3)	0,007(2)	0,022(2)	0,0029(18)	0,006(2)	0,0006(18)



# 14. Dichloropalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

## 14.1. cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4a.

Tabelle 14.1.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,93161(2)	0,02199(2)	0,22488(1)	0,02171(6)
Cl1	0,69742(7)	0,10276(7)	0,24711(5)	0,0408(2)
Cl2	0,02672(7)	0,09828(7)	0,36966(5)	0,0381(2)
P1	0,83821(7)	0,95459(6)	0,08764(5)	0,02620(18)
P2	0,15232(7)	0,94348(6)	0,21515(5)	0,02731(16)
C1	0,9476(4)	0,8630(3)	0,0191(2)	0,0331(7)
C2	0,1166(3)	0,8795(3)	0,0186(2)	0,0377(8)
C3	0,1874(4)	0,8554(3)	0,1160(2)	0,0371(8)
C4	0,7920(4)	0,0517(3)	0,9994(2)	0,0425(9)
C5	0,9242(6)	0,1014(3)	0,9517(3)	0,0567(10)
C6	0,6625(3)	0,8897(3)	0,1088(3)	0,0386(8)
C7	0,6673(4)	0,8142(3)	0,1905(3)	0,0501(10)
C8	0,3079(3)	0,0305(3)	0,2128(2)	0,0405(7)
C9	0,3228(5)	0,0929(4)	0,1218(4)	0,0605(11)
C10	0,1835(4)	0,8688(3)	0,3248(3)	0,0466(9)
C11	0,0509(6)	0,8068(4)	0,3541(4)	0,0648(12)
H1A	0,903(5)	0,866(3)	0,959(3)	0,066(12)
H1B	0,926(4)	0,806(3)	0,042(2)	0,042(10)
H2A	0,136(3)	0,955(3)	0,996(3)	0,054(11)
H2B	0,157(4)	0,837(3)	0,972(3)	0,046(10)
H3A	0,288(5)	0,852(3)	0,112(3)	0,059(12)
H3B	0,156(4)	0,794(3)	0,136(2)	0,041(10)
H4A	0,714(6)	0,100(4)	0,031(4)	0,102(17)
H4B	0,740(4)	0,027(3)	0,958(3)	0,051(11)
H5A	0,889(5)	0,157(4)	0,915(4)	0,081(15)
H5B	0,974(5)	0,053(4)	0,908(4)	0,086(15)
H5C	0,017(7)	0,109(5)	0,987(5)	0,14(2)
H6A	0,580(4)	0,947(3)	0,118(2)	0,056(10)
H6B	0,650(4)	0,867(4)	0,057(3)	0,058(13)
H7A	0,580(5)	0,776(3)	0,194(3)	0,063(11)
H7B	0,748(4)	0,761(3)	0,179(3)	0,054(11)
H7C	0,684(5)	0,847(4)	0,249(3)	0,077(15)
H8A	0,298(3)	0,073(3)	0,266(3)	0,047(9)
H8B	0,399(4)	0,990(2)	0,216(2)	0,044(8)
H9A	0,246(4)	0,128(3)	0,114(2)	0,030(9)
H9B	0,337(4)	0,055(4)	0,067(3)	0,067(15)
H9C	0,406(6)	0,143(4)	0,128(3)	0,099(16)
H10A	0,213(4)	0,918(3)	0,375(3)	0,067(12)
H10B	0,269(4)	0,828(3)	0,313(3)	0,055(11)
H11A	0,057(6)	0,776(4)	0,402(4)	0,084(16)
H11B	0,959(5)	0,853(3)	0,365(3)	0,069(13)
H11C	0,015(5)	0,761(4)	0,297(4)	0,100(17)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) [92]$$

Tabelle 14.2.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von cis-[PdCl<sub>2</sub>(depp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,02028(8)	0,02437(11)	0,02048(9)	-0,00335(8)	0,00132(8)	0,00024(8)
Cl1	0,0262(3)	0,0452(5)	0,0511(5)	-0,0109(3)	0,0030(3)	0,0079(3)
Cl2	0,0379(4)	0,0465(6)	0,0298(4)	-0,0143(3)	-0,0012(3)	-0,0037(3)
P1	0,0273(3)	0,0281(5)	0,0232(3)	-0,0028(3)	-0,0033(3)	0,0007(3)
P2	0,0232(3)	0,0313(5)	0,0275(4)	-0,0028(3)	-0,0013(3)	0,0030(3)
C1	0,0402(17)	0,033(2)	0,0259(15)	-0,0067(13)	-0,0035(13)	-0,0028(14)
C2	0,0398(17)	0,045(2)	0,0286(16)	-0,0128(15)	0,0108(12)	0,0028(14)
C3	0,0298(16)	0,038(2)	0,043(2)	-0,0075(16)	0,0027(13)	0,0097(14)
C4	0,0542(19)	0,041(3)	0,0328(16)	-0,0001(14)	-0,0196(16)	0,0036(16)
C5	0,087(3)	0,044(3)	0,0391(19)	0,0102(17)	0,002(2)	0,003(2)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C6	0,0297(16)	0,042(2)	0,045(2)	-0,0079(16)	-0,0047(13)	-0,0036(14)
C7	0,050(2)	0,056(3)	0,044(2)	-0,0015(18)	0,0050(16)	-0,0147(19)
C8	0,0232(12)	0,050(2)	0,0482(19)	-0,0100(18)	-0,0003(12)	0,0007(14)
C9	0,044(2)	0,059(3)	0,078(3)	0,011(2)	-0,002(2)	-0,015(2)
C10	0,055(2)	0,043(3)	0,0420(19)	0,0016(17)	-0,0137(17)	0,0131(17)
C11	0,089(3)	0,050(3)	0,056(3)	0,018(2)	0,014(3)	0,006(3)

## 14.2. cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4a.

Tabelle 14.3.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,45692(8)	0,73861(6)	0,03347(6)	0,0269(1)
Cl1	0,59596(16)	0,6661(3)	0,16943(12)	0,0536(4)
Cl2	0,53204(13)	0,4821(3)	0,95861(12)	0,0501(4)
P1	0,36433(11)	0,9723(2)	0,08956(9)	0,0312(3)
P2	0,32654(12)	0,8344(3)	0,91027(9)	0,0310(3)
C1	0,2792(6)	0,1564(12)	0,0064(5)	0,0435(14)
C2	0,2189(5)	0,0214(12)	0,9277(4)	0,0431(14)
C3	0,4469(8)	0,1410(15)	0,1757(6)	0,065(2)
C4	0,2622(7)	0,8324(15)	0,1271(5)	0,0537(17)
C5	0,3895(6)	0,9825(12)	0,8428(4)	0,0422(14)
C6	0,2434(6)	0,6215(14)	0,8445(4)	0,0507(17)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 14.4.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,0197(2)	0,0265(2)	0,0323(2)	-0,0007(2)	0,0059(1)	0,0018(2)
Cl1	0,0447(9)	0,0531(10)	0,0462(8)	0,0077(8)	-0,0074(7)	0,0070(8)
Cl2	0,0346(7)	0,0453(9)	0,0718(11)	-0,0207(8)	0,0198(7)	0,0019(6)
P1	0,0275(7)	0,0319(7)	0,0347(6)	-0,0024(6)	0,0113(5)	0,0007(5)
P2	0,0235(6)	0,0384(8)	0,0292(6)	0,0026(6)	0,0061(5)	-0,0031(6)
C1	0,038(3)	0,037(3)	0,057(4)	0,007(3)	0,016(3)	0,010(3)
C2	0,026(2)	0,053(4)	0,045(3)	0,013(3)	0,005(2)	0,013(3)
C3	0,061(5)	0,055(5)	0,072(5)	-0,030(4)	0,013(4)	-0,005(4)
C4	0,056(4)	0,057(4)	0,060(4)	0,006(4)	0,034(4)	0,003(4)
C5	0,040(3)	0,048(4)	0,036(3)	0,003(3)	0,009(2)	-0,012(3)
C6	0,041(3)	0,060(5)	0,046(3)	-0,008(3)	0,007(3)	-0,021(3)

Tabelle 14.5.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von cis-[PdCl<sub>2</sub>(dmpe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,2225	0,2320	0,0249	0,052
H1B	0,3292	0,2635	-0,0061	0,052
H2A	0,1875	0,1156	0,8789	0,052
H2B	0,1558	-0,0606	0,9357	0,052
H3A	0,5013	0,2246	0,1586	0,097
H3B	0,4876	0,0514	0,2233	0,097
H3C	0,3959	0,2373	0,1915	0,097
H4A	0,3027	0,7352	0,1720	0,081
H4B	0,2097	0,7510	0,0815	0,081
H4C	0,2197	0,9363	0,1478	0,081
H5A	0,4510	0,8984	0,8349	0,063
H5B	0,4196	0,1186	0,8690	0,063
H5C	0,3313	0,0089	0,7889	0,063
H6A	0,1784	0,6834	0,8011	0,076
H6B	0,2164	0,5234	0,8784	0,076
H6C	0,2908	0,5437	0,8187	0,076

## 14.3. cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Die Atome Pt1, Pt2, C1 und C2 besetzen die spezielle Lage (4e). Die Wyckoff-Lagen aller anderen Atome entsprechen 8f.

Tabelle 14.6.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt1	0,0000	0,08569(4)	0,2500	0,02818(9)
Cl	0,03623(8)	0,29670(14)	0,17358(6)	0,0460(3)
P1	0,02444(7)	0,86104(19)	0,18743(5)	0,0266(3)
C1	0,0000	0,6989(8)	0,2500	0,0356(17)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C11	0,1305(2)	0,8270(5)	0,17246(19)	0,0280(9)
C12	0,1885(3)	0,9465(7)	0,1948(3)	0,0612(16)
C13	0,2700(3)	0,9218(10)	0,1841(3)	0,086(2)
C14	0,2925(3)	0,7829(8)	0,1512(3)	0,0608(15)
C15	0,2348(3)	0,6644(7)	0,1280(3)	0,0608(15)
C16	0,1536(3)	0,6859(6)	0,1386(3)	0,0529(13)
C21	0,9569(2)	0,8244(5)	0,1060(2)	0,0297(9)
C22	0,9318(3)	0,6638(7)	0,0839(3)	0,0545(14)
C23	0,8809(4)	0,6419(8)	0,0209(3)	0,0734(18)
C24	0,8548(3)	0,7780(9)	0,9807(3)	0,0664(16)
C25	0,8783(3)	0,9381(8)	0,0018(2)	0,0594(15)
C26	0,9299(3)	0,9631(6)	0,0644(2)	0,0440(12)
Pt2	0,0000	0,5358(6)	0,2500	0,0317(19)
P2	0,0256(14)	0,764(4)	0,1899(11)	0,025(9)
C2	0,0000	0,955(8)	0,2500	0,12(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 14.7.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt1	0,03100(14)	0,02190(14)	0,03279(13)	0,000	0,00855(9)	0,000
Cl	0,0589(8)	0,0303(7)	0,0533(7)	0,0094(5)	0,0233(6)	-0,0022(6)
P1	0,0289(6)	0,0255(8)	0,0262(6)	0,0009(4)	0,0065(5)	0,0014(5)
C1	0,058(4)	0,019(3)	0,033(4)	0,000	0,018(3)	0,000
C11	0,025(2)	0,036(2)	0,024(2)	0,0042(18)	0,0052(17)	0,005(2)
C12	0,032(3)	0,068(4)	0,083(4)	-0,033(3)	0,007(2)	-0,002(3)
C13	0,032(3)	0,102(5)	0,122(5)	-0,050(5)	0,009(3)	-0,028(4)
C14	0,026(3)	0,082(4)	0,075(4)	-0,003(3)	0,009(3)	0,008(3)
C15	0,047(3)	0,056(3)	0,085(4)	-0,010(3)	0,027(3)	0,011(3)
C16	0,040(3)	0,043(3)	0,079(4)	-0,010(3)	0,021(3)	-0,006(2)
C21	0,024(2)	0,042(3)	0,025(2)	-0,0031(19)	0,0067(17)	0,002(2)
C22	0,067(4)	0,042(3)	0,049(3)	0,001(2)	-0,013(3)	0,001(3)
C23	0,084(4)	0,069(4)	0,057(4)	-0,017(3)	-0,022(3)	-0,018(3)
C24	0,056(4)	0,104(5)	0,034(3)	0,000(3)	-0,008(2)	0,000(4)
C25	0,059(3)	0,076(5)	0,041(3)	0,023(3)	0,000(2)	0,012(3)
C26	0,048(3)	0,045(3)	0,039(3)	0,005(2)	0,006(2)	-0,001(2)
Pt2	0,034(3)	0,025(3)	0,038(3)	0,000	0,011(2)	0,000

Tabelle 14.8.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppm)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	-0,0472	0,6285	0,2320	0,043
H1B	0,0472	0,6285	0,2680	0,043
H12	0,1738	0,0442	0,2171	0,073
H13	0,3097	0,0032	0,2000	0,103
H14	0,3473	0,7682	0,1445	0,073
H15	0,2498	0,5682	0,1049	0,073
H16	0,1143	0,6038	0,1227	0,063
H22	0,9490	0,5698	0,1114	0,065
H23	0,8644	0,5329	0,0060	0,088
H24	0,8207	0,7619	0,9384	0,080
H25	0,8597	0,0310	-0,0258	0,071
H26	0,9463	0,0726	0,0785	0,053

## 14.4. *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Die Atome Pt, C2, H2A, H2B des Komplexes und die Atome C1A, H1A1 und H1A2 des Lösungsmittelmoleküls besetzen die spezielle Wyckoff-Lage 4c. Die Wyckoff-Lagen aller anderen Atome entsprechen 8d.

Tabelle 14.9.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,38280(3)	0,2500	0,71479(2)	0,02951(16)
Cl	0,32903(19)	0,14353(12)	0,81358(12)	0,0494(5)
P	0,42138(15)	0,14523(11)	0,62138(11)	0,0321(4)
C1	0,5355(6)	0,1660(5)	0,5498(5)	0,0390(15)
C2	0,5264(9)	0,2500	0,4980(7)	0,042(2)
C11	0,3031(6)	0,1213(5)	0,5574(4)	0,0362(15)
C12	0,1975(6)	0,1317(5)	0,5908(5)	0,0450(17)
C13	0,1043(7)	0,1097(6)	0,5466(6)	0,058(2)
C14	0,1151(8)	0,0754(7)	0,4658(6)	0,062(2)
C15	0,2176(9)	0,0659(7)	0,4295(6)	0,068(3)
C16	0,3111(7)	0,0883(6)	0,4746(5)	0,053(2)
C21	0,4607(6)	0,0415(4)	0,6674(4)	0,0363(15)
C22	0,5571(7)	0,0367(6)	0,7149(5)	0,052(2)
C23	0,5882(9)	0,9596(7)	0,7506(7)	0,066(2)
C24	0,5240(9)	0,8862(6)	0,7439(7)	0,065(2)
C25	0,4285(10)	0,8905(5)	0,6970(6)	0,062(2)
C26	0,3975(7)	0,9672(5)	0,6587(5)	0,0466(18)
C11A	0,1827(3)	0,8453(2)	0,5537(2)	0,0994(11)
C1A	0,1297(12)	0,7500	0,5110(10)	0,068(4)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) \quad [92]$$

Tabelle 14.10.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,0329(2)	0,0360(2)	0,0197(2)	0,000	0,00146(14)	0,000
Cl1	0,0709(13)	0,0464(9)	0,0308(9)	0,0079(8)	0,0118(9)	-0,0099(9)
P	0,0350(8)	0,0347(8)	0,0265(8)	-0,0021(7)	0,0006(7)	-0,0002(7)
C1	0,040(4)	0,044(4)	0,033(4)	-0,003(3)	0,009(3)	0,003(3)
C2	0,047(6)	0,048(6)	0,032(5)	0,000	0,010(5)	0,000
C11	0,042(4)	0,041(4)	0,025(3)	-0,004(3)	-0,005(3)	-0,001(3)
C12	0,041(4)	0,057(5)	0,037(4)	-0,005(3)	-0,003(3)	0,002(3)
C13	0,040(4)	0,071(6)	0,063(6)	-0,002(5)	-0,006(4)	0,001(4)
C14	0,059(6)	0,077(6)	0,049(5)	-0,010(5)	-0,027(4)	-0,005(4)
C15	0,080(7)	0,087(7)	0,035(5)	-0,018(5)	-0,016(5)	-0,009(5)
C16	0,049(5)	0,076(6)	0,034(4)	-0,014(4)	0,004(4)	-0,005(4)
C21	0,044(4)	0,039(3)	0,026(3)	-0,004(3)	0,004(3)	-0,001(3)
C22	0,050(5)	0,056(5)	0,050(5)	0,003(4)	-0,012(4)	0,002(4)
C23	0,072(6)	0,068(6)	0,059(6)	0,012(5)	-0,018(5)	0,013(5)
C24	0,088(7)	0,052(5)	0,055(6)	0,009(4)	-0,007(5)	0,011(5)
C25	0,090(7)	0,042(4)	0,054(5)	0,000(4)	0,000(5)	-0,007(4)
C26	0,055(5)	0,042(4)	0,043(4)	-0,004(3)	-0,001(4)	-0,002(3)
C11A	0,0812(19)	0,113(2)	0,104(2)	-0,059(2)	-0,0055(17)	-0,0049(16)
C1A	0,085(10)	0,066(8)	0,052(8)	0,000	-0,028(7)	0,000

Tabelle 14.11.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppp)] · CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,6029	0,1684	0,5824	0,047
H1B	0,5416	0,1172	0,5113	0,047
H2A	0,5839	0,2500	0,4557	0,051
H2B	0,4562	0,2500	0,4688	0,051
H12	0,1900	0,1543	0,6448	0,054
H13	0,0350	0,1177	0,5702	0,070
H14	0,0526	0,0587	0,4361	0,074
H15	0,2240	0,0446	0,3749	0,081
H16	0,3801	0,0814	0,4501	0,064
H22	0,6002	0,0862	0,7224	0,063
H23	0,6543	0,9567	0,7799	0,079
H24	0,5445	0,8347	0,7705	0,078
H25	0,3846	0,8413	0,6912	0,074
H26	0,3334	0,9689	0,6267	0,056
H1A1	0,1439	0,7500	0,4509	0,081
H1A2	0,0505	0,7500	0,5187	0,081

## 14.5. *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 14.12.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,88462(4)	0,16057(3)	0,25449(3)	0,0273(2)
Cl1	0,0216(4)	0,3212(3)	0,2206(3)	0,0415(7)
Cl2	0,1388(4)	0,0124(3)	0,2697(3)	0,0554(10)
P1	0,6659(3)	0,3119(3)	0,2163(2)	0,0294(6)
P2	0,7572(3)	0,0050(3)	0,2870(2)	0,0302(7)
C1	0,4716(16)	0,2694(12)	0,2236(10)	0,045(3)
C2	0,3781(14)	0,2674(12)	0,3210(11)	0,048(3)
C3	0,4717(15)	0,1904(12)	0,3939(10)	0,041(3)
C4	0,5579(15)	0,0489(12)	0,3675(10)	0,047(3)
C11	0,7156(14)	0,3551(11)	0,0940(9)	0,036(3)
C12	0,7085(17)	0,2740(13)	0,0242(11)	0,051(3)
C13	0,754(2)	0,3011(17)	0,9311(12)	0,066(4)
C14	0,8080(19)	0,4101(17)	0,9057(11)	0,062(4)
C15	0,8103(18)	0,4893(14)	0,9730(12)	0,057(4)
C16	0,7654(17)	0,4634(13)	0,0672(11)	0,048(3)
C21	0,5971(13)	0,4625(10)	0,2821(8)	0,031(2)
C22	0,4692(19)	0,5681(12)	0,2581(11)	0,054(4)
C23	0,4058(17)	0,6768(12)	0,3085(14)	0,064(5)
C24	0,466(2)	0,6902(13)	0,3885(12)	0,061(4)
C25	0,5897(18)	0,5873(14)	0,4158(12)	0,057(4)
C26	0,6533(15)	0,4753(12)	0,3618(10)	0,046(3)
C31	0,7333(14)	0,9401(10)	0,1796(9)	0,034(3)
C32	0,8580(18)	0,9260(15)	0,1029(11)	0,056(4)
C33	0,844(2)	0,8771(17)	0,0156(13)	0,073(5)
C34	0,711(2)	0,8466(16)	0,0081(14)	0,069(5)
C35	0,588(3)	0,860(2)	0,0811(16)	0,094(7)
C36	0,597(2)	0,9092(19)	0,1705(14)	0,079(6)
C41	0,8650(14)	0,8672(10)	0,3508(9)	0,035(3)
C42	0,9097(15)	0,7376(11)	0,3156(10)	0,045(3)
C43	0,9888(18)	0,6341(11)	0,3717(12)	0,057(4)
C44	0,0216(19)	0,6570(14)	0,4556(12)	0,059(4)
C45	0,9767(19)	0,7827(16)	0,4881(11)	0,058(4)
C46	0,9032(18)	0,8850(13)	0,4361(11)	0,054(4)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^* \cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^* \cos\beta + 2U_{23}bcb^*c^* \cos\alpha] \quad [92]$$

Tabelle 14.13.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,0370(3)	0,0182(3)	0,0292(4)	0,00298(19)	-0,0077(2)	-0,01133(19)
Cl1	0,0440(15)	0,0317(15)	0,058(2)	0,0114(13)	-0,0155(14)	-0,0235(12)
Cl2	0,0352(14)	0,0342(16)	0,093(3)	0,0164(17)	-0,0134(15)	-0,0062(13)
P1	0,0382(14)	0,0220(13)	0,0313(19)	0,0054(11)	-0,0141(12)	-0,0099(11)
P2	0,0370(14)	0,0224(14)	0,0326(19)	0,0046(12)	-0,0028(12)	-0,0139(11)
C1	0,061(7)	0,031(6)	0,055(9)	0,006(5)	-0,027(6)	-0,024(6)
C2	0,034(6)	0,038(7)	0,069(11)	0,009(6)	-0,010(6)	-0,008(5)
C3	0,049(6)	0,040(7)	0,038(8)	-0,002(5)	-0,004(5)	-0,019(5)
C4	0,054(7)	0,036(6)	0,046(9)	0,005(6)	0,006(6)	-0,017(6)
C11	0,052(6)	0,028(6)	0,031(8)	0,009(5)	-0,014(5)	-0,010(5)
C12	0,067(8)	0,044(7)	0,048(10)	0,006(6)	-0,019(7)	-0,021(6)
C13	0,091(11)	0,067(10)	0,038(11)	0,001(8)	-0,027(8)	-0,013(9)
C14	0,073(9)	0,076(11)	0,029(9)	0,011(7)	-0,008(7)	-0,011(8)
C15	0,065(8)	0,050(8)	0,060(12)	0,022(7)	-0,016(7)	-0,027(7)
C16	0,065(8)	0,039(7)	0,043(9)	0,013(6)	-0,004(6)	-0,024(6)
C21	0,043(6)	0,026(6)	0,027(7)	0,005(4)	-0,006(5)	-0,014(5)
C22	0,085(9)	0,025(6)	0,044(10)	-0,004(6)	-0,005(7)	-0,012(6)
C23	0,059(8)	0,018(6)	0,097(15)	0,019(7)	-0,007(8)	0,005(6)
C24	0,085(10)	0,033(7)	0,060(12)	-0,009(7)	0,006(8)	-0,021(7)
C25	0,073(9)	0,046(8)	0,051(11)	-0,019(7)	-0,010(7)	-0,016(7)
C26	0,052(7)	0,032(6)	0,052(10)	-0,003(6)	-0,008(6)	-0,009(5)
C31	0,053(6)	0,020(5)	0,036(8)	0,007(5)	-0,016(5)	-0,015(5)
C32	0,063(8)	0,065(9)	0,049(10)	-0,017(7)	-0,004(7)	-0,032(7)
C33	0,099(12)	0,074(11)	0,041(11)	-0,017(8)	-0,004(9)	-0,021(10)
C34	0,101(13)	0,058(9)	0,062(13)	-0,009(8)	-0,046(10)	-0,022(9)
C35	0,108(14)	0,15(2)	0,068(15)	-0,012(12)	-0,022(11)	-0,090(15)
C36	0,084(11)	0,107(14)	0,071(14)	-0,007(10)	-0,005(9)	-0,069(11)
C41	0,049(6)	0,018(5)	0,045(8)	0,013(5)	-0,010(5)	-0,022(5)
C42	0,060(7)	0,029(6)	0,045(9)	0,005(5)	-0,011(6)	-0,013(5)
C43	0,076(9)	0,015(6)	0,080(12)	0,013(6)	-0,023(8)	-0,010(6)
C44	0,083(10)	0,045(8)	0,063(12)	0,030(7)	-0,035(8)	-0,032(7)
C45	0,077(9)	0,072(10)	0,035(10)	0,022(7)	-0,023(7)	-0,031(8)
C46	0,075(9)	0,042(7)	0,056(11)	0,009(6)	-0,015(7)	-0,033(7)

Tabelle 14.14.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,4022	0,3316	0,1872	0,054
H1B	0,4970	0,1847	0,1953	0,054
H2A	0,2881	0,2330	0,3182	0,058
H2B	0,3306	0,3563	0,3431	0,058
H3A	0,5527	0,2311	0,4035	0,050
H3B	0,3958	0,1943	0,4528	0,050
H4A	0,4837	0,0169	0,3402	0,056
H4B	0,5728	0,0015	0,4252	0,056
H12	0,6730	0,2015	0,0406	0,061
H13	0,7491	0,2469	0,8849	0,079
H14	0,8418	0,4273	0,8430	0,075
H15	0,8426	0,5633	0,9561	0,068
H16	0,7689	0,5195	0,1126	0,058
H22	0,4281	0,5610	0,2048	0,064
H23	0,3217	0,7436	0,2905	0,077
H24	0,4241	0,7667	0,4233	0,073
H25	0,6289	0,5941	0,4699	0,068
H26	0,7360	0,4073	0,3800	0,056
H32	0,9515	0,9482	0,1075	0,068
H33	0,9295	0,8670	-0,0357	0,088
H34	0,7032	0,8154	-0,0486	0,083
H35	0,4956	0,8378	0,0747	0,113
H36	0,5098	0,9194	0,2209	0,095
H42	0,8880	0,7210	0,2581	0,054
H43	0,0183	0,5492	0,3500	0,069
H44	0,0739	0,5887	0,4908	0,071
H45	0,9965	0,7984	0,5463	0,070
H46	0,8784	0,9689	0,4590	0,065

## 14.6. *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 14.15.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,79246(13)	0,78951(13)	0,29008(7)	0,0437(3)
Cl1	0,0607(7)	0,6328(8)	0,3005(5)	0,075(3)
Cl2	0,8843(7)	0,9740(8)	0,2872(4)	0,070(2)
P1	0,7447(7)	0,5900(7)	0,2908(4)	0,0521(19)
P2	0,5505(8)	0,9656(8)	0,2757(4)	0,053(2)
C1	0,555(2)	0,584(2)	0,2910(12)	0,054(7)
C2	0,456(2)	0,598(3)	0,3597(15)	0,071(9)
C3	0,426(2)	0,735(2)	0,3881(13)	0,060(7)
C4	0,313(2)	0,868(3)	0,3431(12)	0,062(7)
C5	0,371(2)	0,934(3)	0,2745(13)	0,060(7)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C11	0,830(3)	0,449(2)	0,3657(12)	0,048(6)
C12	0,850(2)	0,487(3)	0,4263(13)	0,058(7)
C13	0,904(3)	0,372(4)	0,4905(16)	0,077(9)
C14	0,928(3)	0,239(3)	0,4894(16)	0,075(9)
C15	0,914(3)	0,198(3)	0,4315(16)	0,080(9)
C16	0,858(3)	0,308(3)	0,3699(15)	0,063(8)
C21	0,828(3)	0,520(2)	0,2135(11)	0,055(7)
C22	0,982(3)	0,412(3)	0,2146(13)	0,075(9)
C23	0,043(3)	0,368(3)	0,1538(17)	0,079(9)
C24	0,955(4)	0,426(4)	0,0900(16)	0,099(11)
C25	0,809(3)	0,530(3)	0,0892(19)	0,104(12)
C26	0,756(4)	0,580(4)	0,1516(17)	0,124(16)
C31	0,504(3)	0,075(2)	0,3464(13)	0,062(7)
C32	0,601(3)	0,039(3)	0,4038(11)	0,056(7)
C33	0,552(3)	0,119(4)	0,4548(14)	0,093(11)
C34	0,418(3)	0,248(3)	0,4441(14)	0,075(8)
C35	0,326(3)	0,288(3)	0,3902(14)	0,093(11)
C36	0,360(3)	0,208(3)	0,3389(16)	0,092(10)
C41	0,540(2)	0,085(2)	0,1959(13)	0,047(6)
C42	0,565(3)	0,210(4)	0,1874(17)	0,093(11)
C43	0,556(3)	0,296(3)	0,122(2)	0,096(11)
C44	0,538(3)	0,266(4)	0,060(2)	0,100(12)
C45	0,516(3)	0,144(4)	0,0639(15)	0,070(9)
C46	0,521(2)	0,052(3)	0,1292(15)	0,063(7)
NA	0,138(5)	0,784(5)	0,102(2)	0,178(15)
C1A	0,194(6)	0,633(6)	0,112(3)	0,21(2)
C2A	0,968(4)	0,847(4)	0,103(2)	0,128(13)
C3A	0,967(5)	0,987(5)	0,096(2)	0,184(19)
C4A	0,111(4)	0,012(4)	0,1067(19)	0,124(12)
C5A	0,220(4)	0,846(4)	0,1083(17)	0,098(10)
OA	0,630(2)	0,201(2)	0,8812(11)	0,087(6)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^*cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^*cos\beta + 2U_{23}cb^*c^*cos\alpha] [92]$$
Tabelle 14.16.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Atom	$\bar{U}_{11}$	$\bar{U}_{22}$	$\bar{U}_{33}$	$\bar{U}_{23}$	$\bar{U}_{13}$	$\bar{U}_{12}$
Pt	0,0327(4)	0,0410(5)	0,0533(6)	-0,0132(4)	-0,0060(4)	-0,0068(4)
Cl1	0,032(3)	0,065(5)	0,116(7)	-0,026(4)	-0,021(4)	0,002(3)
Cl2	0,049(4)	0,063(5)	0,097(6)	-0,024(4)	-0,004(4)	-0,018(3)
P1	0,037(3)	0,047(4)	0,066(5)	-0,019(3)	-0,008(3)	-0,005(3)
P2	0,035(3)	0,052(4)	0,068(5)	-0,014(4)	-0,016(3)	-0,007(3)
C1	0,045(13)	0,045(14)	0,080(18)	0,004(13)	-0,009(13)	-0,034(11)
C2	0,014(10)	0,075(19)	0,13(3)	-0,008(18)	-0,007(13)	-0,026(12)
C3	0,039(13)	0,053(16)	0,073(18)	0,000(14)	-0,028(12)	-0,003(11)
C4	0,021(11)	0,09(2)	0,064(17)	-0,043(15)	0,000(11)	-0,001(12)
C5	0,043(13)	0,061(16)	0,08(2)	-0,020(14)	-0,036(14)	-0,013(12)
Cl1	0,061(15)	0,041(14)	0,047(15)	-0,023(12)	0,008(12)	-0,018(12)
Cl2	0,012(10)	0,079(18)	0,082(19)	-0,027(16)	0,017(11)	-0,015(11)
C13	0,047(15)	0,09(2)	0,09(2)	-0,024(19)	-0,015(15)	-0,018(16)
C14	0,08(2)	0,06(2)	0,06(2)	0,008(16)	-0,015(16)	-0,014(16)
C15	0,08(2)	0,055(18)	0,09(2)	0,015(18)	-0,011(18)	-0,024(15)
C16	0,051(15)	0,055(17)	0,08(2)	-0,033(15)	0,011(14)	-0,008(13)
C21	0,051(14)	0,072(17)	0,033(13)	-0,032(12)	0,005(11)	-0,001(12)
C22	0,060(16)	0,08(2)	0,049(17)	-0,027(15)	-0,012(13)	0,021(14)
C23	0,057(17)	0,061(18)	0,12(3)	-0,059(19)	0,037(18)	-0,004(14)
C24	0,11(3)	0,13(3)	0,05(2)	-0,01(2)	0,017(19)	-0,04(2)
C25	0,025(14)	0,12(3)	0,16(3)	-0,06(2)	-0,017(17)	0,009(15)
C26	0,10(2)	0,14(3)	0,11(3)	-0,11(2)	-0,05(2)	0,04(2)
C31	0,081(17)	0,025(12)	0,074(18)	-0,025(12)	-0,008(15)	-0,006(12)
C32	0,068(16)	0,065(17)	0,033(14)	0,003(12)	-0,037(13)	-0,023(13)
C33	0,10(2)	0,13(3)	0,051(18)	-0,065(19)	-0,025(17)	-0,02(2)
C34	0,09(2)	0,07(2)	0,060(19)	-0,040(16)	0,003(16)	-0,010(16)
C35	0,11(2)	0,059(18)	0,058(19)	-0,048(15)	0,003(17)	0,042(16)
C36	0,064(18)	0,07(2)	0,11(2)	-0,020(19)	-0,032(17)	0,014(15)
C41	0,054(14)	0,033(13)	0,055(17)	0,007(12)	-0,002(12)	-0,024(11)
C42	0,059(18)	0,11(3)	0,08(2)	0,01(2)	-0,020(16)	-0,015(18)
C43	0,08(2)	0,07(2)	0,13(3)	-0,02(2)	-0,02(2)	-0,006(17)
C44	0,08(2)	0,09(3)	0,11(3)	0,02(2)	-0,02(2)	-0,04(2)
C45	0,057(17)	0,08(2)	0,06(2)	-0,014(18)	0,017(14)	-0,018(16)
C46	0,044(14)	0,052(16)	0,08(2)	-0,017(16)	0,011(14)	-0,003(12)

Tabelle 14.17.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>(dpppe)] · NMP

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,4943	0,6604	0,2531	0,065
H1B	0,5678	0,4937	0,2793	0,065
H2A	0,3553	0,5959	0,3508	0,085
H2B	0,5095	0,5149	0,3964	0,085
H3A	0,3849	0,7234	0,4357	0,072
H3B	0,5255	0,7455	0,3907	0,072
H4A	0,2730	0,9411	0,3716	0,074
H4B	0,2247	0,8475	0,3320	0,074
H5A	0,2873	0,0249	0,2554	0,072
H5B	0,3852	0,8715	0,2414	0,072
H12	0,8304	0,5823	0,4273	0,069
H13	0,9210	0,3948	0,5323	0,093
H14	0,9562	0,1704	0,5314	0,090
H15	0,9396	0,1013	0,4309	0,096
H16	0,8381	0,2817	0,3297	0,075
H22	0,0407	0,3718	0,2564	0,090

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H23	0,1441	0,2979	0,1542	0,095
H24	0,9969	0,3931	0,0489	0,119
H25	0,7460	0,5668	0,0486	0,124
H26	0,6635	0,6613	0,1494	0,149
H32	0,6977	-0,0382	0,4078	0,068
H33	0,6086	0,0880	0,4971	0,112
H34	0,3949	0,3063	0,4771	0,089
H35	0,2358	0,3714	0,3859	0,111
H36	0,2932	0,2364	0,3000	0,110
H42	0,5884	0,2365	0,2267	0,112
H43	0,5634	0,3841	0,1207	0,116
H44	0,5399	0,3264	0,0164	0,120
H45	0,4976	0,1204	0,0228	0,084
H46	0,5122	-0,0353	0,1298	0,076
H1AA	0,2430	0,5897	0,1579	0,314
H1AB	0,2704	0,6025	0,0761	0,314
H1AC	0,1083	0,6046	0,1084	0,314
H2A1	0,9189	0,8362	0,0637	0,153
H2A2	0,9235	0,8150	0,1478	0,153
H3A1	0,8890	0,0341	0,1284	0,221
H3A2	0,9287	0,0390	0,0486	0,221
H4A1	0,1118	0,0404	0,1510	0,149
H4A2	0,1331	0,0775	0,0673	0,149

## 14.7. cis-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 14.18.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
PtA	0,42426(4)	0,24214(2)	0,31725(2)	0,01282(12)
Cl1A	0,5048(3)	0,24204(19)	0,44699(13)	0,0212(5)
Cl2A	0,6688(3)	0,2479(2)	0,32411(16)	0,0253(6)
P1	0,1875(2)	0,24120(16)	0,30635(12)	0,0155(5)
P2	0,3381(3)	0,24142(16)	0,19477(12)	0,0158(5)
C1A	0,076(2)	0,2360(14)	0,2111(11)	0,031(6)
C2A	0,1414(12)	0,2388(7)	0,1582(6)	0,0137(19)
C3A	0,061(2)	0,2417(14)	0,0839(8)	0,028(4)
C4A	0,9000(10)	0,2440(6)	0,0563(5)	0,0103(18)
C5A	0,8341(11)	0,2433(7)	0,1089(5)	0,018(2)
C6A	0,9195(12)	0,2419(8)	0,1816(6)	0,015(2)
C11	0,1373(11)	0,3394(6)	0,3451(5)	0,020(2)
C12	0,0869(12)	0,4145(7)	0,3002(6)	0,029(2)
C13	0,0609(15)	0,4921(7)	0,3319(7)	0,044(3)
C14	0,0801(14)	0,4958(7)	0,4045(7)	0,036(3)
C15	0,1280(13)	0,4215(7)	0,4484(6)	0,034(3)
C16	0,1605(14)	0,3437(7)	0,4185(6)	0,032(3)
C21	0,1356(11)	0,1450(6)	0,3466(5)	0,020(2)
C22	0,0159(12)	0,1468(7)	0,3681(6)	0,031(3)
C23	0,9749(13)	0,0695(8)	0,3949(7)	0,034(3)
C24	0,0527(14)	0,9917(7)	0,4005(7)	0,036(3)
C25	0,1701(13)	0,9903(6)	0,3785(6)	0,030(3)
C26	0,2108(12)	0,0648(6)	0,3516(6)	0,026(2)
C31	0,3797(11)	0,3409(5)	0,1546(5)	0,017(2)
C32	0,3935(11)	0,4197(6)	0,1944(6)	0,023(2)
C33	0,4064(13)	0,4994(6)	0,1621(6)	0,030(3)
C34	0,4073(12)	0,5021(7)	0,0929(6)	0,031(3)
C35	0,3986(13)	0,4239(7)	0,0539(6)	0,033(3)
C36	0,3831(13)	0,3431(7)	0,0849(6)	0,030(3)
C41	0,3911(12)	0,1438(6)	0,1562(6)	0,021(2)
C42	0,5125(12)	0,1438(7)	0,1371(7)	0,032(3)
C43	0,5512(16)	0,0664(8)	0,1094(8)	0,046(3)
C44	0,4716(15)	0,9895(7)	0,1037(6)	0,039(3)
C45	0,3568(14)	0,9884(6)	0,1269(6)	0,033(3)
C46	0,3124(12)	0,0642(6)	0,1522(6)	0,027(2)
PtB	0,0794(5)	0,2440(2)	0,1843(2)	0,0174(9)
Cl1B	0,842(3)	0,2485(14)	0,1785(13)	0,053(6)
Cl2B	0,011(3)	0,2434(19)	0,0567(12)	0,028(5)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 14.19.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von cis-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
PtA	0,00968(17)	0,01373(18)	0,01339(18)	-0,00011(18)	0,00265(13)	-0,00001(17)
Cl1A	0,0207(12)	0,0298(14)	0,0122(11)	-0,0012(11)	0,0054(10)	-0,0012(12)
Cl2A	0,0164(12)	0,0262(14)	0,0322(14)	-0,0017(13)	0,0081(11)	-0,0004(12)
P1	0,0145(10)	0,0159(11)	0,0144(10)	0,0001(9)	0,0036(9)	-0,0007(9)
P2	0,0186(11)	0,0158(11)	0,0123(10)	-0,0010(9)	0,0052(9)	-0,0018(10)
C1A	0,007(6)	0,043(10)	0,029(11)	0,027(9)	-0,009(8)	-0,004(6)
C3A	0,043(10)	0,021(6)	0,006(7)	0,000(7)	-0,005(6)	0,011(8)
C5A	0,013(5)	0,029(6)	0,010(5)	0,002(5)	0,004(4)	-0,002(5)
C11	0,023(6)	0,018(4)	0,018(5)	-0,004(4)	0,007(5)	-0,003(4)
C12	0,034(6)	0,027(5)	0,020(6)	0,003(4)	0,005(5)	0,003(4)
C13	0,058(9)	0,025(6)	0,043(8)	0,008(5)	0,013(7)	0,016(5)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C14	0,038(7)	0,026(5)	0,040(7)	-0,008(5)	0,009(6)	0,008(5)
C15	0,038(7)	0,040(6)	0,021(6)	-0,014(5)	0,006(5)	-0,001(5)
C16	0,053(8)	0,023(5)	0,016(5)	0,001(4)	0,008(5)	0,009(5)
C21	0,024(6)	0,018(4)	0,017(5)	0,002(4)	0,006(5)	-0,003(4)
C22	0,030(6)	0,026(5)	0,037(7)	0,006(4)	0,013(5)	-0,006(4)
C23	0,028(6)	0,043(7)	0,035(7)	0,002(5)	0,015(6)	-0,009(5)
C24	0,042(7)	0,026(6)	0,035(7)	0,004(5)	0,008(6)	-0,017(5)
C25	0,038(7)	0,015(5)	0,031(6)	-0,002(4)	0,005(5)	-0,005(4)
C26	0,030(6)	0,020(5)	0,027(6)	-0,001(4)	0,007(5)	0,000(4)
C31	0,019(5)	0,010(4)	0,022(5)	-0,003(3)	0,007(4)	-0,005(3)
C32	0,027(6)	0,020(5)	0,019(5)	-0,003(4)	0,006(5)	-0,002(4)
C33	0,039(7)	0,018(5)	0,030(6)	-0,002(4)	0,010(5)	-0,005(4)
C34	0,027(6)	0,026(5)	0,033(7)	0,013(4)	0,005(5)	-0,003(4)
C35	0,041(7)	0,030(6)	0,024(6)	0,010(4)	0,007(5)	-0,002(5)
C36	0,047(7)	0,027(5)	0,013(5)	-0,004(4)	0,008(5)	-0,010(5)
C41	0,027(6)	0,016(4)	0,017(5)	-0,005(4)	0,005(5)	-0,001(4)
C42	0,028(6)	0,028(5)	0,048(7)	-0,003(5)	0,024(6)	-0,002(4)
C43	0,058(9)	0,041(7)	0,056(9)	0,007(6)	0,041(8)	0,016(6)
C44	0,059(9)	0,027(6)	0,027(7)	-0,002(5)	0,013(6)	0,016(5)
C45	0,049(8)	0,016(5)	0,022(6)	-0,001(4)	-0,001(6)	-0,006(5)
C46	0,033(6)	0,020(5)	0,026(6)	-0,002(4)	0,011(5)	-0,003(4)
PtB	0,0189(13)	0,0108(13)	0,020(2)	0,0037(15)	0,0053(16)	-0,0005(12)
Cl1B	0,076(17)	0,034(11)	0,065(14)	0,000(11)	0,044(13)	0,015(12)
Cl2B	0,044(14)	0,028(9)	0,026(12)	0,002(12)	0,028(11)	0,004(12)

Tabelle 14.20.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl<sub>2</sub>](dppbe)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H3A	0,1090	0,2422	0,0510	0,033
H4A	0,8427	0,2459	0,0058	0,012
H5A	0,7318	0,2437	0,0933	0,021
H6A	0,8729	0,2451	0,2149	0,018
H12	0,0711	0,4125	0,2502	0,035
H13	0,0296	0,5428	0,3027	0,053
H14	0,0610	0,5483	0,4243	0,044
H15	0,1388	0,4230	0,4977	0,041
H16	0,1981	0,2946	0,4488	0,039
H22	-0,0365	0,1993	0,3646	0,037
H23	0,8947	0,0706	0,4090	0,041
H24	0,0261	0,9405	0,4190	0,044
H25	0,2223	0,9376	0,3821	0,036
H26	0,2895	0,0623	0,3364	0,032
H32	0,3940	0,4187	0,2420	0,028
H33	0,4146	0,5522	0,1882	0,036
H34	0,4137	0,5565	0,0716	0,037
H35	0,4032	0,4254	0,0074	0,040
H36	0,3750	0,2905	0,0586	0,035
H42	0,5685	0,1953	0,1426	0,038
H43	0,6308	0,0668	0,0948	0,055
H44	0,4958	0,9383	0,0841	0,046
H45	0,3074	0,9352	0,1255	0,040
H46	0,2322	0,0629	0,1662	0,032

## 14.8. [Pt(dmpe)<sub>2</sub>][PtCl<sub>4</sub>]

Die Platinatome Pt1 (1d) und Pt2 (1b) liegen auf speziellen Wyckoff-Lagen, die aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 14.21.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von [Pt(dmpe)<sub>2</sub>][PtCl<sub>4</sub>]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt1	0,5000	1,0000	0,0000	0,02842(18)
Pt2	0,0000	0,0000	0,5000	0,03301(19)
Cl1	0,2455(5)	0,2652(5)	0,5692(4)	0,0599(10)
Cl2	0,8702(4)	0,9555(4)	0,2343(3)	0,0525(7)
P1	0,4684(4)	0,1291(3)	0,2326(3)	0,0332(5)
P2	0,2624(4)	0,7405(4)	0,9529(3)	0,0328(7)
C1	0,3249(16)	0,9451(14)	0,2583(12)	0,046(3)
C2	0,1687(16)	0,8039(15)	0,0945(13)	0,052(3)
C3	0,3436(18)	0,2613(15)	0,2154(12)	0,052(3)
C4	0,6677(16)	0,2684(15)	0,4289(11)	0,057(3)
C5	0,0592(13)	0,6020(14)	0,7592(12)	0,049(3)
C6	0,3467(17)	0,5883(15)	0,9964(14)	0,059(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^*cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^*cos\beta + 2U_{23}cb^*c^*cos\alpha] \quad [92]$$

Tabelle 14.22.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von [Pt(dmpe)<sub>2</sub>][PtCl<sub>4</sub>]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt1	0,0274(4)	0,0270(3)	0,0240(3)	0,0095(3)	0,0085(3)	0,0086(3)
Pt2	0,0384(5)	0,0344(4)	0,0263(3)	0,0122(3)	0,0145(3)	0,0174(3)
Cl1	0,063(2)	0,0456(19)	0,0470(17)	0,0125(15)	0,0249(16)	0,0030(18)
Cl2	0,0602(17)	0,0634(16)	0,0305(11)	0,0230(12)	0,0138(11)	0,0274(14)



Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
P1	0,0377(14)	0,0334(12)	0,0237(10)	0,0101(10)	0,0117(9)	0,0146(11)
P2	0,0278(16)	0,0275(14)	0,0349(14)	0,0121(11)	0,0108(11)	0,0075(12)
C1	0,063(7)	0,041(6)	0,048(6)	0,021(5)	0,041(5)	0,023(6)
C2	0,050(7)	0,040(6)	0,057(6)	0,012(5)	0,033(5)	0,009(5)
C3	0,075(8)	0,061(7)	0,037(5)	0,027(5)	0,027(5)	0,042(7)
C4	0,060(8)	0,049(7)	0,025(5)	0,004(5)	0,002(5)	0,012(6)
C5	0,026(5)	0,044(6)	0,052(6)	0,019(5)	0,004(4)	0,001(5)
C6	0,052(7)	0,043(6)	0,061(7)	0,021(6)	0,008(5)	0,015(6)

Tabelle 14.23.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von [Pt(dmpe)<sub>2</sub>][PtCl<sub>4</sub>]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,3994	0,8927	0,3051	0,055
H1B	0,2746	0,9900	0,3310	0,055
H2A	0,0842	0,8513	0,0553	0,062
H2B	0,0999	0,6989	0,1043	0,062
H3A	0,2263	0,1895	0,1209	0,078
H3B	0,4147	0,3642	0,2061	0,078
H3C	0,3231	0,3009	0,3101	0,078
H4A	0,7347	0,3835	0,4349	0,085
H4B	0,7475	0,2107	0,4432	0,085
H4C	0,6267	0,2849	0,5125	0,085
H5A	0,0787	0,5090	0,6927	0,073
H5B	0,0379	0,6753	0,7062	0,073
H5C	-0,0468	0,5482	0,7761	0,073
H6A	0,4472	0,6506	0,1035	0,088
H6B	0,3898	0,5424	0,9190	0,088
H6C	0,2484	0,4902	0,9902	0,088

# 15. Polyfluorphenylpalladium(II)- und -platin(II)-Komplexe

## 15.1. cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.1.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub>
Pd	0,98794(1)	0,24253(1)	0,27263(1)	0,02334(6)
P1	0,93869(5)	0,13877(4)	0,35322(5)	0,02704(16)
P2	0,05652(5)	0,14261(4)	0,19882(5)	0,02739(16)
C1	0,0136(2)	0,04939(19)	0,3340(2)	0,0340(7)
C2	0,0149(2)	0,04390(17)	0,2364(2)	0,0338(6)
C11	0,8123(2)	0,10378(18)	0,31830(19)	0,0307(6)
C12	0,7585(2)	0,1347(2)	0,2416(2)	0,0402(7)
C13	0,6652(3)	0,1027(2)	0,2088(3)	0,0550(10)
C14	0,6264(2)	0,0407(2)	0,2528(3)	0,0545(11)
C15	0,6780(3)	0,0108(2)	0,3291(3)	0,0517(10)
C16	0,7714(2)	0,0417(2)	0,3622(2)	0,0401(7)
C21	0,9523(2)	0,15447(19)	0,4700(2)	0,0369(7)
C22	0,8733(3)	0,1836(2)	0,5088(2)	0,0511(9)
C23	0,8887(4)	0,2069(3)	0,5958(3)	0,0680(12)
C24	0,9810(4)	0,2009(3)	0,6444(3)	0,0713(13)
C25	0,0586(4)	0,1712(3)	0,6085(3)	0,0698(14)
C26	0,0463(3)	0,1481(2)	0,5201(3)	0,0536(10)
C31	0,0288(2)	0,14159(18)	0,0812(2)	0,0350(7)
C32	0,9406(3)	0,1058(2)	0,0396(2)	0,0515(9)
C33	0,9143(4)	0,1121(3)	0,9502(3)	0,0659(12)
C34	0,9742(4)	0,1532(3)	0,9017(3)	0,0644(12)
C35	0,0608(3)	0,1889(3)	0,9413(3)	0,0571(10)
C36	0,0884(3)	0,1835(2)	0,0314(2)	0,0449(8)
C41	0,1909(2)	0,13786(17)	0,22958(18)	0,0290(6)
C42	0,2512(2)	0,0939(2)	0,1823(2)	0,0367(7)
C43	0,3521(2)	0,0863(2)	0,2129(2)	0,0479(9)
C44	0,3926(2)	0,1217(2)	0,2916(2)	0,0470(9)
C45	0,3332(2)	0,1645(2)	0,3395(2)	0,0418(7)
C46	0,2320(2)	0,17344(18)	0,3082(2)	0,0338(6)
C51	0,92306(19)	0,32668(17)	0,34497(18)	0,0270(6)
C52	0,8272(2)	0,35470(17)	0,3199(2)	0,0316(6)
C53	0,7804(2)	0,4083(2)	0,3683(2)	0,0413(8)
C54	0,8298(3)	0,4361(2)	0,4461(2)	0,0447(8)
C55	0,9252(3)	0,4096(2)	0,4745(2)	0,0406(7)
C56	0,9693(2)	0,35662(18)	0,42341(19)	0,0313(6)
C61	0,0464(2)	0,33025(17)	0,19939(19)	0,0284(6)
C62	0,0057(2)	0,34985(17)	0,11485(19)	0,0309(6)
C63	0,0513(3)	0,3991(2)	0,0611(2)	0,0389(7)
C64	0,1428(3)	0,4320(2)	0,0911(2)	0,0425(8)
C65	0,1872(2)	0,41501(19)	0,1751(2)	0,0380(7)
C66	0,1379(2)	0,36666(17)	0,22664(19)	0,0309(6)
F52	0,77495(13)	0,32979(11)	0,24220(13)	0,0468(5)
F53	0,68712(14)	0,43528(13)	0,33828(16)	0,0625(6)
F54	0,7863(2)	0,49012(13)	0,49357(15)	0,0714(7)
F55	0,97470(18)	0,43622(12)	0,55140(12)	0,0588(6)
F56	0,06361(13)	0,33278(11)	0,45576(11)	0,0432(4)
F62	0,91588(13)	0,31778(11)	0,08016(11)	0,0425(4)
F63	0,00860(17)	0,41440(13)	0,97837(12)	0,0595(6)
F64	0,19002(18)	0,47989(14)	0,04050(14)	0,0654(6)
F65	0,27842(14)	0,44541(13)	0,20459(14)	0,0555(5)
F66	0,18498(13)	0,35477(11)	0,30970(12)	0,0440(4)
H1A	0,986(2)	0,002(2)	0,358(2)	0,044(9)
H1B	0,081(2)	0,0559(19)	0,364(2)	0,039(9)
H2A	0,949(2)	0,0312(18)	0,2062(19)	0,028(7)
H2B	0,058(2)	0,0024(19)	0,220(2)	0,036(8)
H12	0,788(3)	0,178(2)	0,209(2)	0,049(10)
H13	0,626(3)	0,127(3)	0,159(3)	0,085(15)
H14	0,564(3)	0,015(3)	0,231(3)	0,078(13)
H15	0,659(3)	0,969(3)	0,360(2)	0,062(12)
H16	0,811(2)	0,0192(19)	0,413(2)	0,034(8)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H22	0,807(3)	0,185(3)	0,470(3)	0,073(13)
H23	0,829(3)	0,227(3)	0,622(3)	0,090(16)
H24	0,987(4)	0,223(3)	0,708(3)	0,100(16)
H25	0,129(4)	0,165(3)	0,627(3)	0,082(14)
H26	0,099(2)	0,132(2)	0,492(2)	0,036(9)
H32	0,893(3)	0,079(2)	0,073(3)	0,067(12)
H33	0,848(3)	0,085(3)	0,925(3)	0,086(14)
H34	0,950(3)	0,160(3)	0,835(3)	0,091(15)
H35	0,104(3)	0,219(3)	0,914(3)	0,071(14)
H36	0,147(2)	0,211(2)	0,056(2)	0,041(9)
H42	0,224(2)	0,0668(18)	0,128(2)	0,033(8)
H43	0,390(3)	0,055(2)	0,178(2)	0,053(10)
H44	0,465(3)	0,116(2)	0,312(2)	0,060(11)
H45	0,363(3)	0,188(2)	0,396(2)	0,060(11)
H46	0,193(2)	0,2044(19)	0,343(2)	0,036(8)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 15.2.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppc)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,02018(8)	0,02362(10)	0,02524(9)	0,00017(11)	0,00044(6)	0,00035(9)
P1	0,0229(3)	0,0282(4)	0,0289(4)	0,0022(3)	0,0002(3)	-0,0022(3)
P2	0,0239(3)	0,0274(4)	0,0303(4)	-0,0034(3)	0,0022(3)	0,0007(3)
C1	0,0265(14)	0,0310(15)	0,0431(18)	0,0067(14)	0,0006(12)	-0,0022(12)
C2	0,0280(13)	0,0294(14)	0,0431(18)	-0,0037(14)	0,0031(12)	0,0010(13)
C11	0,0250(13)	0,0323(15)	0,0350(16)	-0,0099(13)	0,0056(12)	-0,0010(11)
C12	0,0313(15)	0,0366(17)	0,0495(19)	-0,0053(16)	-0,0043(14)	0,0046(13)
C13	0,0342(17)	0,047(2)	0,076(3)	-0,019(2)	-0,0155(18)	0,0077(15)
C14	0,0247(15)	0,053(2)	0,085(3)	-0,036(2)	0,0056(17)	-0,0021(15)
C15	0,0427(19)	0,054(2)	0,064(3)	-0,020(2)	0,0285(18)	-0,0174(17)
C16	0,0377(17)	0,0448(19)	0,0402(19)	-0,0077(15)	0,0135(14)	-0,0105(14)
C21	0,0445(17)	0,0321(16)	0,0311(16)	0,0061(13)	-0,0041(13)	-0,0109(13)
C22	0,062(2)	0,056(2)	0,0353(19)	-0,0089(17)	0,0091(17)	-0,0099(18)
C23	0,097(3)	0,070(3)	0,041(2)	-0,012(2)	0,020(2)	-0,024(2)
C24	0,114(4)	0,063(3)	0,035(2)	-0,001(2)	0,005(2)	-0,026(3)
C25	0,087(3)	0,064(3)	0,046(2)	0,012(2)	-0,031(2)	-0,020(2)
C26	0,055(2)	0,056(2)	0,044(2)	0,0090(18)	-0,0122(18)	-0,0096(18)
C31	0,0387(16)	0,0314(16)	0,0334(17)	-0,0057(13)	0,0011(13)	0,0105(13)
C32	0,056(2)	0,051(2)	0,042(2)	-0,0065(17)	-0,0093(17)	-0,0042(17)
C33	0,086(3)	0,059(3)	0,044(2)	-0,0079(19)	-0,019(2)	-0,002(2)
C34	0,098(3)	0,058(2)	0,032(2)	-0,0060(19)	-0,006(2)	0,024(2)
C35	0,072(3)	0,062(3)	0,040(2)	0,0087(19)	0,0147(19)	0,021(2)
C36	0,0437(19)	0,050(2)	0,0418(19)	0,0044(16)	0,0077(15)	0,0091(16)
C41	0,0276(13)	0,0268(14)	0,0325(15)	0,0029(12)	0,0046(11)	0,0004(11)
C42	0,0319(15)	0,0469(18)	0,0314(16)	0,0036(14)	0,0052(12)	0,0086(13)
C43	0,0372(17)	0,068(2)	0,0409(19)	0,0104(18)	0,0144(15)	0,0188(16)
C44	0,0246(15)	0,069(2)	0,046(2)	0,0128(18)	0,0037(13)	0,0051(15)
C45	0,0294(15)	0,0507(19)	0,0431(18)	0,0012(16)	-0,0017(13)	-0,0019(13)
C46	0,0300(15)	0,0314(15)	0,0392(17)	-0,0022(14)	0,0022(13)	-0,0007(12)
C51	0,0273(14)	0,0254(14)	0,0287(15)	0,0003(12)	0,0051(11)	0,0002(11)
C52	0,0273(14)	0,0285(15)	0,0389(17)	0,0033(13)	0,0048(12)	0,0025(11)
C53	0,0324(16)	0,0346(17)	0,060(2)	0,0156(16)	0,0184(15)	0,0086(13)
C54	0,068(2)	0,0295(17)	0,0443(19)	0,0059(15)	0,0321(17)	0,0103(15)
C55	0,063(2)	0,0331(17)	0,0279(16)	0,0020(13)	0,0145(15)	-0,0026(15)
C56	0,0335(14)	0,0313(15)	0,0293(15)	0,0021(13)	0,0052(12)	0,0010(12)
C61	0,0283(14)	0,0252(14)	0,0317(16)	-0,0015(12)	0,0050(12)	0,0025(11)
C62	0,0327(14)	0,0267(14)	0,0323(16)	0,0002(12)	0,0014(12)	0,0001(11)
C63	0,057(2)	0,0333(17)	0,0263(15)	-0,0001(13)	0,0068(14)	0,0005(14)
C64	0,058(2)	0,0346(18)	0,0404(18)	-0,0014(15)	0,0235(16)	-0,0084(15)
C65	0,0331(16)	0,0341(17)	0,0481(19)	-0,0100(15)	0,0109(14)	-0,0100(13)
C66	0,0336(15)	0,0289(15)	0,0299(15)	-0,0021(12)	0,0034(12)	-0,0016(12)
F52	0,0330(9)	0,0427(10)	0,0580(12)	0,0002(9)	-0,0136(8)	0,0048(8)
F53	0,0391(11)	0,0579(13)	0,0953(17)	0,0232(12)	0,0251(11)	0,0237(9)
F54	0,1085(19)	0,0498(13)	0,0689(15)	0,0039(11)	0,0551(14)	0,0290(12)
F55	0,0991(17)	0,0495(12)	0,0285(10)	-0,0083(9)	0,0124(10)	-0,0046(11)
F56	0,0389(9)	0,0501(11)	0,0362(10)	-0,0011(8)	-0,0086(8)	-0,0002(8)
F62	0,0401(9)	0,0423(10)	0,0399(10)	0,0025(8)	-0,0103(8)	-0,0036(8)
F63	0,0922(16)	0,0542(13)	0,0290(10)	0,0089(9)	-0,0002(10)	-0,0087(11)
F64	0,0923(17)	0,0559(13)	0,0568(13)	0,0029(11)	0,0394(12)	-0,0240(12)
F65	0,0385(10)	0,0556(12)	0,0741(14)	-0,0132(11)	0,0142(10)	-0,0226(9)
F66	0,0426(10)	0,0458(11)	0,0384(10)	-0,0002(8)	-0,0104(8)	-0,0093(8)

## 15.2. *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.3.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,82440(2)	0,79313(1)	0,57620(1)	0,01587(10)
Cl	0,97512(5)	0,70329(4)	0,62483(4)	0,01358(16)
P1	0,69822(6)	0,89414(5)	0,53566(5)	0,01752(18)
P2	0,78861(6)	0,73436(5)	0,43020(5)	0,01807(19)
C1	0,5823(3)	0,8633(3)	0,4450(2)	0,0249(7)
C2	0,6048(3)	0,8366(2)	0,3562(2)	0,0275(8)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C3	0,6552(3)	0,7445(2)	0,3603(2)	0,0256(8)
C11	0,7433(2)	0,99173(19)	0,48861(19)	0,0191(7)
C12	0,8387(3)	0,9897(2)	0,4709(2)	0,0252(7)
C13	0,8702(3)	0,0603(2)	0,4274(2)	0,0333(8)
C14	0,8069(3)	0,1341(2)	0,4020(2)	0,0314(8)
C15	0,7124(3)	0,1366(2)	0,4198(2)	0,0319(8)
C16	0,6809(3)	0,0662(2)	0,4628(2)	0,0277(8)
C21	0,6457(2)	0,93127(19)	0,62615(19)	0,0181(7)
C22	0,6747(3)	0,0114(2)	0,6716(2)	0,0227(7)
C23	0,6369(3)	0,0338(2)	0,7437(2)	0,0278(8)
C24	0,5717(3)	0,9769(2)	0,7720(2)	0,0292(8)
C25	0,5439(3)	0,8969(2)	0,7283(2)	0,0280(8)
C26	0,5809(3)	0,8742(2)	0,6557(2)	0,0243(7)
C31	0,8699(3)	0,77764(19)	0,3635(2)	0,0203(7)
C32	0,8307(3)	0,8117(2)	0,2761(2)	0,0260(8)
C33	0,8971(3)	0,8448(2)	0,2299(3)	0,0328(9)
C34	0,0020(3)	0,8450(2)	0,2691(2)	0,0296(8)
C35	0,0424(3)	0,8121(2)	0,3562(2)	0,0313(8)
C36	0,9761(3)	0,7794(2)	0,4032(2)	0,0266(8)
C41	0,8061(2)	0,6145(2)	0,4338(2)	0,0216(7)
C42	0,8445(3)	0,5695(2)	0,3713(3)	0,0374(9)
C43	0,8557(3)	0,4779(2)	0,3758(3)	0,0467(11)
C44	0,8275(3)	0,4313(2)	0,4428(3)	0,0420(10)
C45	0,7860(3)	0,4746(2)	0,5026(2)	0,0371(9)
C46	0,7757(3)	0,5660(2)	0,4984(2)	0,0317(8)
C51	0,8545(2)	0,8337(2)	0,7098(2)	0,0193(7)
C52	0,9241(3)	0,8994(2)	0,7485(2)	0,0229(7)
C53	0,9552(3)	0,9178(2)	0,8406(2)	0,0271(8)
C54	0,9156(3)	0,8682(2)	0,8978(2)	0,0314(8)
C55	0,8439(3)	0,8026(2)	0,8621(2)	0,0272(8)
C56	0,8145(3)	0,7874(2)	0,7696(2)	0,0222(7)
F52	0,96764(17)	0,94915(13)	0,69510(13)	0,0374(5)
F53	0,02569(17)	0,98142(14)	0,87531(13)	0,0445(6)
F54	0,94724(18)	0,88172(15)	0,98843(12)	0,0481(6)
F55	0,80485(19)	0,75409(16)	0,91838(13)	0,0485(6)
F56	0,74371(16)	0,72247(12)	0,73877(13)	0,0320(5)
H1A	0,542(2)	0,910(2)	0,4357(19)	0,012(8)
H1B	0,553(3)	0,818(3)	0,464(2)	0,033(10)
H2A	0,649(2)	0,886(2)	0,335(2)	0,020(8)
H2B	0,541(3)	0,831(2)	0,309(2)	0,032(10)
H3A	0,649(3)	0,720(2)	0,296(3)	0,042(11)
H3B	0,615(3)	0,702(2)	0,388(3)	0,044(11)
H12	0,881(3)	0,937(2)	0,488(2)	0,020(8)
H13	0,933(3)	0,055(2)	0,417(2)	0,032(10)
H14	0,833(3)	0,182(2)	0,377(2)	0,034(10)
H15	0,673(3)	0,186(2)	0,407(2)	0,030(10)
H16	0,617(3)	0,068(2)	0,473(2)	0,034(10)
H22	0,721(3)	0,050(2)	0,653(2)	0,020(8)
H23	0,657(3)	0,083(2)	0,773(2)	0,034(10)
H24	0,546(3)	0,993(2)	0,828(2)	0,029(9)
H25	0,500(3)	0,854(3)	0,746(3)	0,044(11)
H26	0,566(3)	0,822(3)	0,629(2)	0,034(10)
H32	0,761(3)	0,809(2)	0,248(2)	0,025(9)
H33	0,871(3)	0,864(2)	0,179(3)	0,037(11)
H34	0,046(3)	0,867(2)	0,237(2)	0,031(10)
H35	0,115(3)	0,812(2)	0,386(2)	0,034(10)
H36	0,005(3)	0,756(2)	0,466(3)	0,037(10)
H42	0,872(3)	0,604(2)	0,332(2)	0,028(9)
H43	0,887(4)	0,450(3)	0,327(3)	0,063(13)
H44	0,841(3)	0,370(3)	0,450(3)	0,045(11)
H45	0,775(3)	0,440(3)	0,551(3)	0,058(13)
H46	0,751(3)	0,594(2)	0,539(2)	0,023(9)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 15.4.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,01664(16)	0,01756(14)	0,01355(14)	-0,00253(9)	0,00457(10)	0,00243(9)
Cl	0,0157(4)	0,0151(3)	0,0096(3)	0,0018(3)	0,0031(3)	0,0082(3)
P1	0,0156(4)	0,0223(4)	0,0153(4)	-0,0022(3)	0,0055(3)	0,0027(3)
P2	0,0201(5)	0,0193(4)	0,0155(4)	-0,0040(3)	0,0062(3)	0,0001(3)
C1	0,0203(19)	0,0308(19)	0,0223(17)	-0,0039(15)	0,0041(14)	0,0051(16)
C2	0,024(2)	0,036(2)	0,0202(17)	-0,0058(15)	0,0025(15)	0,0052(16)
C3	0,0218(19)	0,0336(19)	0,0195(17)	-0,0062(15)	0,0030(14)	-0,0012(15)
C11	0,0211(18)	0,0222(15)	0,0137(14)	-0,0009(12)	0,0046(13)	0,0020(13)
C12	0,0226(19)	0,0275(18)	0,0282(17)	-0,0016(15)	0,0115(15)	0,0031(15)
C13	0,024(2)	0,047(2)	0,0331(19)	-0,0001(17)	0,0147(17)	-0,0043(17)
C14	0,037(2)	0,035(2)	0,0225(17)	0,0046(16)	0,0088(16)	-0,0051(17)
C15	0,037(2)	0,0313(19)	0,0269(18)	0,0079(16)	0,0090(16)	0,0085(17)
C16	0,027(2)	0,0341(19)	0,0255(17)	0,0051(15)	0,0132(16)	0,0097(16)
C21	0,0155(17)	0,0237(16)	0,0153(14)	0,0018(13)	0,0047(13)	0,0079(13)
C22	0,0225(19)	0,0238(16)	0,0230(16)	0,0017(14)	0,0084(14)	0,0008(14)
C23	0,034(2)	0,0289(18)	0,0210(17)	-0,0075(15)	0,0091(15)	0,0011(16)
C24	0,031(2)	0,041(2)	0,0189(16)	0,0011(15)	0,0115(15)	0,0080(16)
C25	0,026(2)	0,0345(19)	0,0276(18)	0,0016(15)	0,0144(15)	-0,0004(16)
C26	0,0229(19)	0,0255(17)	0,0253(17)	-0,0029(15)	0,0084(14)	0,0019(14)
C31	0,0271(19)	0,0172(15)	0,0191(15)	-0,0045(12)	0,0104(14)	-0,0019(13)
C32	0,026(2)	0,0276(18)	0,0230(17)	-0,0013(14)	0,0056(16)	-0,0029(15)
C33	0,045(3)	0,032(2)	0,0228(19)	0,0046(16)	0,0119(18)	0,0001(17)
C34	0,035(2)	0,0270(18)	0,0333(19)	0,0006(15)	0,0199(18)	-0,0037(16)
C35	0,026(2)	0,039(2)	0,0312(19)	-0,0018(16)	0,0117(17)	-0,0020(16)
C36	0,028(2)	0,0330(19)	0,0199(17)	0,0000(14)	0,0083(15)	-0,0007(15)
C41	0,0211(18)	0,0205(15)	0,0233(16)	-0,0037(13)	0,0068(14)	-0,0020(13)
C42	0,045(3)	0,0255(18)	0,053(2)	-0,0065(18)	0,032(2)	-0,0063(17)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C43	0,047(3)	0,029(2)	0,076(3)	-0,012(2)	0,038(2)	-0,0035(18)
C44	0,032(2)	0,0208(19)	0,069(3)	-0,0022(19)	0,009(2)	-0,0019(16)
C45	0,052(3)	0,0269(18)	0,0281(19)	0,0017(17)	0,0044(18)	-0,0126(18)
C46	0,048(2)	0,0276(18)	0,0230(17)	-0,0035(15)	0,0151(17)	-0,0051(16)
C51	0,0177(17)	0,0221(16)	0,0180(15)	0,0001(13)	0,0049(13)	0,0073(13)
C52	0,0216(18)	0,0258(17)	0,0218(16)	-0,0013(13)	0,0068(14)	0,0026(14)
C53	0,026(2)	0,0281(17)	0,0248(17)	-0,0093(14)	0,0034(15)	-0,0016(15)
C54	0,035(2)	0,041(2)	0,0155(16)	-0,0060(15)	0,0040(15)	0,0089(17)
C55	0,033(2)	0,0325(18)	0,0203(16)	0,0035(14)	0,0138(15)	0,0049(15)
C56	0,0240(19)	0,0230(16)	0,0192(16)	-0,0023(13)	0,0056(14)	0,0024(14)
F52	0,0444(13)	0,0394(11)	0,0314(11)	-0,0050(9)	0,0157(10)	-0,0172(10)
F53	0,0474(14)	0,0472(13)	0,0325(11)	-0,0169(10)	0,0008(10)	-0,0158(11)
F54	0,0595(16)	0,0665(15)	0,0144(10)	-0,0105(10)	0,0044(10)	-0,0007(12)
F55	0,0641(17)	0,0602(15)	0,0271(11)	0,0060(11)	0,0227(11)	-0,0101(13)
F56	0,0357(12)	0,0321(10)	0,0290(10)	-0,0027(8)	0,0103(9)	-0,0090(9)

### 15.3. cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.5.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
PdA	0,05417(2)	0,37384(3)	0,13316(1)	0,0318(1)
ClA	0,89591(7)	0,33650(8)	0,14084(4)	0,0369(3)
P1A	0,19454(8)	0,41772(9)	0,11716(4)	0,0345(3)
P2A	0,09722(8)	0,20567(9)	0,14169(3)	0,0323(3)
C1A	0,2941(3)	0,3455(4)	0,13556(17)	0,0377(12)
C2A	0,2858(4)	0,2314(4)	0,13141(16)	0,0389(12)
C3A	0,2190(3)	0,1869(4)	0,15622(14)	0,0358(11)
C11A	0,2323(3)	0,5457(3)	0,12663(15)	0,0385(12)
C12A	0,2697(4)	0,5703(4)	0,16098(19)	0,0527(15)
C13A	0,2951(4)	0,6699(5)	0,1694(2)	0,067(2)
C14A	0,2830(5)	0,7439(5)	0,1434(3)	0,070(2)
C15A	0,2450(4)	0,7212(4)	0,1097(2)	0,067(2)
C16A	0,2187(4)	0,6218(4)	0,10065(18)	0,0504(14)
C21A	0,1950(3)	0,4019(3)	0,06886(14)	0,0358(11)
C22A	0,2735(4)	0,4253(4)	0,05088(17)	0,0493(14)
C23A	0,2728(4)	0,4117(5)	0,01401(17)	0,0553(16)
C24A	0,1943(4)	0,3764(5)	0,99456(18)	0,0565(15)
C25A	0,1154(4)	0,3524(4)	0,01167(16)	0,0508(14)
C26A	0,1165(4)	0,3649(4)	0,04861(15)	0,0422(12)
C31A	0,0393(3)	0,1476(3)	0,17794(14)	0,0349(11)
C32A	0,0314(4)	0,2034(4)	0,20894(16)	0,0523(14)
C33A	0,9894(5)	0,1613(5)	0,23789(17)	0,0581(16)
C34A	0,9559(4)	0,0645(5)	0,23560(17)	0,0557(16)
C35A	0,9636(4)	0,0089(5)	0,20494(16)	0,0515(14)
C36A	0,0059(4)	0,0502(4)	0,17605(15)	0,0430(12)
C41A	0,0724(3)	0,1220(3)	0,10350(13)	0,0339(10)
C42A	0,1259(4)	0,0362(4)	0,09785(16)	0,0448(13)
C43A	0,0993(4)	0,9695(4)	0,07069(15)	0,0476(14)
C44A	0,0191(4)	0,9863(4)	0,04835(16)	0,0473(13)
C45A	0,9660(4)	0,0708(4)	0,05302(16)	0,0460(13)
C46A	0,9932(3)	0,1393(4)	0,08061(14)	0,0391(12)
C51A	0,0219(3)	0,5256(3)	0,13056(14)	0,0340(11)
C52A	0,0390(3)	0,5831(4)	0,16110(14)	0,0385(12)
C53A	0,0267(4)	0,6870(4)	0,16102(15)	0,0440(13)
C54A	0,9948(3)	0,7343(3)	0,13014(15)	0,0405(12)
C55A	0,9752(3)	0,6799(3)	0,09938(14)	0,0367(11)
C56A	0,9877(3)	0,5760(4)	0,10011(14)	0,0373(11)
F52A	0,0731(2)	0,5403(2)	0,19275(8)	0,0558(8)
F53A	0,0474(3)	0,7412(2)	0,19139(9)	0,0710(10)
F54A	0,9810(2)	0,8351(2)	0,12973(9)	0,0556(8)
F55A	0,9410(2)	0,7264(2)	0,06889(9)	0,0528(8)
F56A	0,9674(2)	0,5264(2)	0,06877(9)	0,0548(8)
PdB	0,55140(2)	0,95798(3)	0,12103(1)	0,0328(1)
ClB	0,39294(7)	0,99330(8)	0,12860(4)	0,0372(3)
P1B	0,69226(9)	0,91206(9)	0,10543(4)	0,0346(3)
P2B	0,59558(9)	0,12488(9)	0,13156(4)	0,0340(3)
C1B	0,7914(4)	0,9831(4)	0,12465(18)	0,0423(13)
C2B	0,7847(4)	0,0973(4)	0,12106(16)	0,0408(12)
C3B	0,7178(4)	0,1438(4)	0,14591(16)	0,0400(12)
C11B	0,6971(3)	0,9265(3)	0,05713(14)	0,0343(11)
C12B	0,6269(4)	0,9756(4)	0,03629(16)	0,0414(13)
C13B	0,6309(4)	0,9904(5)	0,99975(17)	0,0524(15)
C14B	0,7056(4)	0,9536(5)	0,98283(17)	0,0522(14)
C15B	0,7762(4)	0,9046(4)	0,00313(17)	0,0495(14)
C16B	0,7724(4)	0,8910(4)	0,03969(16)	0,0433(13)
C21B	0,7255(3)	0,7829(4)	0,11585(15)	0,0395(12)
C22B	0,7103(4)	0,7061(4)	0,09081(17)	0,0439(13)
C23B	0,7332(4)	0,6063(4)	0,1009(2)	0,0593(17)
C24B	0,7705(4)	0,5842(5)	0,1350(2)	0,0639(19)
C25B	0,7838(4)	0,6597(5)	0,1604(2)	0,0622(17)
C26B	0,7625(4)	0,7589(4)	0,15107(17)	0,0469(13)
C31B	0,5712(3)	0,2074(4)	0,09315(14)	0,0373(11)
C32B	0,4905(4)	0,1896(4)	0,07064(16)	0,0475(13)
C33B	0,4662(5)	0,2529(5)	0,04141(18)	0,0574(16)
C34B	0,5223(5)	0,3335(5)	0,03457(19)	0,0614(17)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C35B	0,6008(5)	0,3519(5)	0,05655(19)	0,0606(17)
C36B	0,6268(4)	0,2892(4)	0,08565(17)	0,0494(14)
C41B	0,5418(3)	0,1865(3)	0,16794(14)	0,0388(12)
C42B	0,5264(4)	0,2902(4)	0,16841(15)	0,0398(12)
C43B	0,4897(4)	0,3359(4)	0,19730(16)	0,0458(13)
C44B	0,4684(4)	0,2802(4)	0,22606(17)	0,0526(15)
C45B	0,4839(5)	0,1769(5)	0,22660(18)	0,0616(17)
C46B	0,5197(4)	0,1299(4)	0,19721(16)	0,0519(15)
C51B	0,5161(3)	0,8080(3)	0,11618(13)	0,0350(11)
C52B	0,4854(3)	0,7599(4)	0,08490(14)	0,0395(12)
C53B	0,4692(4)	0,6573(4)	0,08294(15)	0,0420(12)
C54B	0,4849(4)	0,5994(4)	0,11300(16)	0,0437(13)
C55B	0,5145(3)	0,6444(3)	0,14510(15)	0,0396(12)
C56B	0,5287(3)	0,7480(4)	0,14610(14)	0,0387(12)
F52B	0,4704(2)	0,8120(2)	0,05348(9)	0,0586(9)
F53B	0,4390(3)	0,6126(2)	0,05119(9)	0,0676(10)
F54B	0,4707(2)	0,4989(2)	0,11166(10)	0,0552(8)
F55B	0,5294(2)	0,5879(2)	0,17516(9)	0,0605(9)
F56B	0,5593(2)	0,7877(2)	0,17864(8)	0,0538(8)
OAA	0,2350(4)	0,3699(4)	0,22653(16)	0,1012(19)
C1AA	0,1332(6)	0,4094(6)	0,2706(2)	0,091(2)
C2AA	0,2200(5)	0,4224(6)	0,2515(2)	0,075(2)
C3AA	0,2767(7)	0,5124(9)	0,2610(3)	0,166(6)
OB	0,7401(4)	0,9348(4)	0,21733(16)	0,0981(17)
C1BB	0,7534(7)	0,7942(7)	0,2567(3)	0,116(3)
C2BB	0,7211(5)	0,8964(6)	0,2451(2)	0,078(2)
C3BB	0,6507(11)	0,9473(8)	0,2663(3)	0,190(7)
OCC	0,1068(4)	0,7517(4)	0,02147(17)	0,0983(18)
C1CC	0,1503(5)	0,6441(6)	0,9754(3)	0,104(3)
C2CC	0,1666(5)	0,7259(5)	0,00261(19)	0,0622(17)
C3CC	0,2593(6)	0,7738(7)	0,0052(3)	0,135(4)
H1AA	0,305(3)	0,367(3)	0,1605(15)	0,038(14)
H1AB	0,342(4)	0,371(4)	0,1236(15)	0,051(16)
H2AA	0,351(4)	0,198(4)	0,1369(16)	0,063(17)
H2AB	0,270(4)	0,216(4)	0,1078(17)	0,060(18)
H3AA	0,224(3)	0,219(3)	0,1810(13)	0,032(12)
H3AB	0,230(3)	0,122(3)	0,1592(11)	0,019(11)
H12A	0,284(4)	0,512(5)	0,1767(18)	0,07(2)
H13A	0,310(5)	0,688(5)	0,196(2)	0,09(2)
H14A	0,309(4)	0,822(5)	0,1505(19)	0,09(2)
H15A	0,232(5)	0,783(6)	0,088(2)	0,11(3)
H16A	0,187(3)	0,604(3)	0,0774(15)	0,037(14)
H22A	0,335(4)	0,453(5)	0,0650(18)	0,08(2)
H23A	0,328(4)	0,434(4)	0,9999(18)	0,075(19)
H24A	0,183(4)	0,369(5)	0,9684(19)	0,08(2)
H25A	0,058(4)	0,322(4)	0,0006(18)	0,07(2)
H26A	0,063(4)	0,352(4)	0,0618(16)	0,053(16)
H32A	0,055(4)	0,273(4)	0,2112(16)	0,064(18)
H33A	0,990(4)	0,203(4)	0,2598(18)	0,068(18)
H34A	0,933(4)	0,033(5)	0,2562(19)	0,08(2)
H35A	0,944(4)	0,940(5)	0,2078(18)	0,07(2)
H36A	0,011(4)	0,013(4)	0,1546(17)	0,056(17)
H42A	0,178(3)	0,023(3)	0,1116(13)	0,031(13)
H43A	0,140(4)	0,916(4)	0,0663(16)	0,062(17)
H44A	0,001(3)	0,935(4)	0,0305(15)	0,044(14)
H45A	0,911(3)	0,082(3)	0,0377(14)	0,037(14)
H46A	0,949(3)	0,205(4)	0,0860(14)	0,045(14)
H1BA	0,834(3)	0,961(3)	0,1147(13)	0,027(13)
H1BB	0,802(4)	0,962(4)	0,1521(17)	0,060(17)
H2BA	0,765(3)	0,117(3)	0,0964(13)	0,028(12)
H2BB	0,853(5)	0,139(5)	0,1305(19)	0,09(2)
H3BA	0,734(3)	0,218(4)	0,1483(13)	0,041(14)
H3BB	0,727(3)	0,111(4)	0,1666(15)	0,037(14)
H12B	0,582(3)	0,995(3)	0,0469(13)	0,026(13)
H13B	0,590(3)	0,025(3)	0,9888(14)	0,032(14)
H14B	0,702(4)	0,974(5)	0,9553(19)	0,08(2)
H15B	0,827(3)	0,875(3)	0,9915(14)	0,037(13)
H16B	0,816(3)	0,862(3)	0,0525(14)	0,032(13)
H22B	0,678(4)	0,721(4)	0,0672(16)	0,058(17)
H23B	0,712(4)	0,557(5)	0,080(2)	0,09(2)
H24B	0,786(4)	0,516(4)	0,1420(16)	0,055(16)
H25B	0,818(4)	0,659(5)	0,187(2)	0,09(2)
H26B	0,769(3)	0,814(4)	0,1663(14)	0,041(15)
H32B	0,447(3)	0,125(4)	0,0759(14)	0,043(14)
H33B	0,409(4)	0,236(4)	0,0258(18)	0,07(2)
H34B	0,504(4)	0,379(5)	0,0126(19)	0,08(2)
H35B	0,640(4)	0,408(5)	0,0512(19)	0,08(2)
H36B	0,683(4)	0,298(4)	0,0989(16)	0,056(17)
H42B	0,536(3)	0,312(4)	0,1476(15)	0,037(14)
H43B	0,481(5)	0,406(5)	0,199(2)	0,09(2)
H44B	0,441(4)	0,308(5)	0,2463(19)	0,08(2)
H45B	0,469(4)	0,133(5)	0,247(2)	0,09(2)
H46B	0,527(4)	0,059(5)	0,1988(17)	0,070(19)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 15.6.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
PdA	0,0318(2)	0,02620(19)	0,0377(2)	-0,00175(15)	0,00495(15)	0,00071(15)
ClA	0,0240(6)	0,0251(6)	0,0630(9)	-0,0007(5)	0,0120(5)	-0,0006(4)
P1A	0,0335(7)	0,0293(6)	0,0408(8)	0,0000(5)	0,0033(5)	-0,0006(5)
P2A	0,0349(7)	0,0263(6)	0,0360(7)	0,0004(5)	0,0046(5)	0,0016(5)
ClA	0,030(3)	0,031(3)	0,052(4)	-0,001(2)	0,003(2)	0,000(2)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C2A	0,036(3)	0,037(3)	0,044(4)	0,001(2)	0,002(2)	0,002(2)
C3A	0,039(3)	0,027(3)	0,041(3)	0,001(2)	0,001(2)	0,003(2)
C11A	0,028(3)	0,030(3)	0,057(4)	-0,002(2)	0,003(2)	0,000(2)
C12A	0,044(3)	0,038(3)	0,076(5)	-0,009(3)	0,000(3)	-0,007(2)
C13A	0,055(4)	0,049(4)	0,099(6)	-0,030(4)	0,008(4)	-0,009(3)
C14A	0,054(4)	0,038(4)	0,120(7)	-0,012(4)	0,021(4)	-0,010(3)
C15A	0,054(4)	0,035(3)	0,116(7)	0,013(4)	0,025(4)	0,002(3)
C16A	0,048(3)	0,036(3)	0,069(5)	0,002(3)	0,015(3)	0,002(2)
C21A	0,033(3)	0,034(3)	0,041(3)	0,000(2)	0,009(2)	0,005(2)
C22A	0,043(3)	0,056(3)	0,050(4)	0,005(3)	0,009(3)	-0,002(3)
C23A	0,046(4)	0,077(4)	0,046(4)	0,008(3)	0,019(3)	0,005(3)
C24A	0,059(4)	0,069(4)	0,043(4)	0,000(3)	0,013(3)	0,010(3)
C25A	0,051(4)	0,058(4)	0,043(4)	-0,006(3)	0,006(3)	-0,001(3)
C26A	0,041(3)	0,045(3)	0,042(3)	0,000(2)	0,008(2)	0,003(2)
C31A	0,037(3)	0,032(3)	0,036(3)	0,001(2)	0,004(2)	0,004(2)
C32A	0,069(4)	0,042(3)	0,048(4)	-0,001(3)	0,017(3)	-0,003(3)
C33A	0,079(5)	0,057(4)	0,040(4)	0,003(3)	0,016(3)	0,006(3)
C34A	0,059(4)	0,065(4)	0,044(4)	0,016(3)	0,012(3)	-0,005(3)
C35A	0,057(4)	0,052(4)	0,045(4)	0,013(3)	0,004(3)	-0,011(3)
C36A	0,052(3)	0,039(3)	0,038(3)	0,000(2)	0,006(2)	-0,006(2)
C41A	0,038(3)	0,030(2)	0,034(3)	0,001(2)	0,008(2)	-0,002(2)
C42A	0,046(3)	0,042(3)	0,046(3)	-0,007(3)	0,001(3)	0,010(3)
C43A	0,056(4)	0,044(3)	0,044(4)	-0,007(3)	0,014(3)	0,009(3)
C44A	0,055(4)	0,042(3)	0,045(3)	-0,010(2)	0,009(3)	-0,008(3)
C45A	0,049(4)	0,047(3)	0,042(3)	-0,003(2)	0,000(3)	-0,002(3)
C46A	0,038(3)	0,040(3)	0,040(3)	0,004(2)	0,004(2)	0,001(2)
C51A	0,031(3)	0,032(3)	0,040(3)	-0,005(2)	0,008(2)	-0,006(2)
C52A	0,046(3)	0,035(3)	0,035(3)	0,006(2)	0,005(2)	0,002(2)
C53A	0,059(4)	0,031(3)	0,043(3)	-0,010(2)	0,009(2)	-0,001(2)
C54A	0,045(3)	0,023(3)	0,055(4)	-0,001(2)	0,014(2)	0,004(2)
C55A	0,038(3)	0,030(3)	0,041(3)	0,005(2)	0,002(2)	0,006(2)
C56A	0,035(3)	0,039(3)	0,038(3)	-0,009(2)	0,003(2)	0,000(2)
F52A	0,085(2)	0,0460(18)	0,0357(18)	0,0014(14)	-0,0006(15)	0,0104(16)
F53A	0,120(3)	0,0451(19)	0,046(2)	-0,0158(15)	-0,0029(19)	0,0101(19)
F54A	0,071(2)	0,0276(16)	0,068(2)	-0,0040(14)	0,0067(17)	0,0072(14)
F55A	0,063(2)	0,0440(18)	0,050(2)	0,0065(14)	-0,0045(15)	0,0152(14)
F56A	0,070(2)	0,0414(18)	0,050(2)	-0,0104(14)	-0,0108(15)	0,0104(15)
PdB	0,0317(2)	0,02694(19)	0,0406(2)	0,00149(16)	0,00769(15)	0,00015(15)
ClB	0,0245(6)	0,0258(6)	0,0631(9)	0,0016(5)	0,0145(5)	0,0032(4)
P1B	0,0335(7)	0,0305(7)	0,0404(8)	0,0021(5)	0,0066(5)	0,0010(5)
P2B	0,0348(7)	0,0274(6)	0,0404(8)	-0,0006(5)	0,0078(5)	-0,0013(5)
C1B	0,033(3)	0,040(3)	0,054(4)	-0,002(2)	0,010(3)	0,003(2)
C2B	0,036(3)	0,039(3)	0,048(4)	0,001(2)	0,008(2)	-0,002(2)
C3B	0,039(3)	0,037(3)	0,045(3)	0,002(2)	0,009(2)	-0,006(2)
C11B	0,034(3)	0,027(2)	0,042(3)	0,003(2)	0,009(2)	0,0011(19)
C12B	0,034(3)	0,044(3)	0,047(4)	0,009(2)	0,009(2)	0,001(2)
C13B	0,043(4)	0,064(4)	0,049(4)	0,010(3)	-0,002(3)	0,004(3)
C14B	0,052(4)	0,064(4)	0,042(4)	0,006(3)	0,012(3)	-0,008(3)
C15B	0,048(4)	0,051(3)	0,052(4)	0,001(3)	0,018(3)	0,002(3)
C16B	0,040(3)	0,043(3)	0,046(3)	0,005(2)	0,006(2)	0,006(2)
C21B	0,032(3)	0,038(3)	0,049(3)	0,005(2)	0,011(2)	0,000(2)
C22B	0,049(3)	0,033(3)	0,053(4)	0,002(3)	0,020(3)	0,006(2)
C23B	0,063(4)	0,041(3)	0,080(5)	0,000(3)	0,035(3)	0,003(3)
C24B	0,059(4)	0,044(4)	0,092(6)	0,025(4)	0,027(4)	0,017(3)
C25B	0,056(4)	0,057(4)	0,073(5)	0,023(4)	0,005(3)	0,007(3)
C26B	0,049(3)	0,038(3)	0,055(4)	0,012(3)	0,007(3)	0,002(2)
C31B	0,042(3)	0,031(2)	0,041(3)	0,002(2)	0,012(2)	0,002(2)
C32B	0,048(3)	0,043(3)	0,051(4)	0,002(3)	0,005(3)	0,004(3)
C33B	0,061(4)	0,057(4)	0,053(4)	0,007(3)	-0,001(3)	0,008(3)
C34B	0,080(5)	0,051(4)	0,055(4)	0,019(3)	0,017(3)	0,012(3)
C35B	0,071(5)	0,049(4)	0,064(5)	0,016(3)	0,017(3)	-0,006(3)
C36B	0,047(4)	0,046(3)	0,055(4)	0,007(3)	0,007(3)	-0,002(3)
C41B	0,037(3)	0,034(3)	0,046(3)	-0,003(2)	0,005(2)	-0,003(2)
C42B	0,044(3)	0,041(3)	0,035(3)	0,005(2)	0,007(2)	0,005(2)
C43B	0,047(3)	0,042(3)	0,048(4)	-0,007(3)	0,001(2)	0,008(2)
C44B	0,060(4)	0,051(4)	0,049(4)	-0,011(3)	0,014(3)	0,002(3)
C45B	0,090(5)	0,055(4)	0,043(4)	0,001(3)	0,028(3)	-0,009(3)
C46B	0,074(4)	0,033(3)	0,051(4)	0,002(3)	0,020(3)	0,000(3)
C51B	0,034(3)	0,038(3)	0,035(3)	0,004(2)	0,011(2)	0,005(2)
C52B	0,042(3)	0,037(3)	0,040(3)	0,009(2)	0,006(2)	-0,003(2)
C53B	0,048(3)	0,036(3)	0,043(3)	-0,003(2)	0,005(2)	-0,012(2)
C54B	0,049(3)	0,028(3)	0,057(4)	0,005(2)	0,015(3)	-0,004(2)
C55B	0,040(3)	0,031(3)	0,048(3)	0,013(2)	0,007(2)	0,001(2)
C56B	0,039(3)	0,039(3)	0,039(3)	-0,003(2)	0,007(2)	-0,002(2)
F52B	0,077(2)	0,0505(19)	0,046(2)	0,0124(15)	-0,0069(16)	-0,0199(16)
F53B	0,100(3)	0,054(2)	0,048(2)	-0,0078(16)	0,0049(18)	-0,0291(19)
F54B	0,067(2)	0,0287(16)	0,072(2)	-0,0002(14)	0,0150(17)	-0,0081(14)
F55B	0,087(3)	0,0430(18)	0,051(2)	0,0172(15)	0,0038(17)	-0,0060(16)
F56B	0,074(2)	0,0473(18)	0,0398(19)	-0,0001(14)	0,0047(15)	-0,0099(16)
OAA	0,096(4)	0,118(4)	0,089(4)	-0,051(4)	0,005(3)	0,019(3)
C1AA	0,127(7)	0,091(6)	0,057(5)	-0,006(4)	0,018(4)	0,014(5)
C2AA	0,071(5)	0,084(5)	0,066(5)	-0,030(4)	-0,010(4)	0,021(4)
C3AA	0,121(9)	0,251(14)	0,128(10)	-0,113(10)	0,023(7)	-0,080(9)
OBb	0,121(5)	0,101(4)	0,076(4)	0,006(3)	0,031(3)	-0,032(3)
C1BB	0,118(7)	0,118(8)	0,109(9)	0,027(6)	-0,001(6)	0,011(6)
C2BB	0,083(5)	0,092(6)	0,059(5)	-0,006(4)	0,003(4)	-0,029(4)
C3BB	0,340(19)	0,133(10)	0,116(11)	0,034(8)	0,117(12)	0,072(11)
OCC	0,088(4)	0,103(4)	0,109(5)	-0,037(3)	0,036(3)	-0,012(3)
C1CC	0,079(6)	0,099(6)	0,128(8)	-0,057(6)	-0,024(5)	0,014(4)
C2CC	0,071(4)	0,049(4)	0,067(5)	-0,002(3)	0,006(3)	0,004(3)
C3CC	0,102(7)	0,117(7)	0,195(12)	-0,076(7)	0,066(7)	-0,054(6)

Tabelle 15.7.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppp)] · 1,5 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,0843	0,4491	0,2587	0,137
H1A2	0,1446	0,4311	0,2952	0,137
H1A3	0,1154	0,3397	0,2700	0,137
H3A1	0,3249	0,5179	0,2450	0,249
H3A2	0,3039	0,5064	0,2854	0,249
H3A3	0,2383	0,5714	0,2589	0,249
H1B1	0,7061	0,7457	0,2496	0,173
H1B2	0,7661	0,7930	0,2825	0,173
H1B3	0,8088	0,7779	0,2456	0,173
H3B1	0,6410	0,0151	0,2578	0,286
H3B2	0,6728	0,9485	0,2914	0,286
H3B3	0,5933	0,9109	0,2633	0,286
H1C1	0,1579	0,6703	0,9518	0,156
H1C2	0,0885	0,6185	0,9761	0,156
H1C3	0,1940	0,5907	0,9809	0,156
H3C1	0,2611	0,8276	0,0225	0,202
H3C2	0,2713	0,8003	-0,0179	0,202
H3C3	0,3056	0,7246	0,0127	0,202

## 15.4. *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.8.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,606837(14)	0,859951(5)	0,413780(14)	0,02046(5)
P1	0,51179(5)	0,860371(19)	0,21056(5)	0,02416(12)
P2	0,79825(5)	0,879969(19)	0,42787(5)	0,02303(12)
C1	0,6104(2)	0,84080(8)	0,1479(2)	0,0305(5)
C2	0,7309(2)	0,86779(8)	0,1872(2)	0,0320(5)
C3	0,8307(2)	0,85786(8)	0,3125(2)	0,0281(5)
C11	0,3723(2)	0,82598(8)	0,13788(19)	0,0288(5)
C12	0,2549(2)	0,84376(9)	0,1064(2)	0,0366(6)
C13	0,1486(3)	0,81745(10)	0,0574(2)	0,0474(7)
C14	0,1583(3)	0,77318(11)	0,0383(2)	0,0506(8)
C15	0,2736(3)	0,75524(10)	0,0693(3)	0,0532(8)
C16	0,3806(3)	0,78128(8)	0,1191(2)	0,0407(6)
C21	0,4594(2)	0,91443(8)	0,1444(2)	0,0289(5)
C22	0,4767(2)	0,95098(8)	0,2150(2)	0,0380(6)
C23	0,4384(3)	0,99258(9)	0,1650(3)	0,0529(8)
C24	0,3810(3)	0,99735(10)	0,0448(3)	0,0560(8)
C25	0,3617(3)	0,96118(10)	0,9734(3)	0,0508(7)
C26	0,4007(2)	0,91983(9)	0,0219(2)	0,0399(6)
C31	0,93699(19)	0,86447(7)	0,5641(2)	0,0264(5)
C32	0,9748(2)	0,88989(8)	0,6650(2)	0,0326(5)
C33	0,0758(2)	0,87713(9)	0,7704(2)	0,0413(6)
C34	0,1396(2)	0,83883(10)	0,7765(2)	0,0439(7)
C35	0,1032(2)	0,81310(9)	0,6772(2)	0,0430(6)
C36	0,0018(2)	0,82554(8)	0,5713(2)	0,0341(5)
C41	0,8110(2)	0,93968(7)	0,4181(2)	0,0271(5)
C42	0,7561(2)	0,96717(8)	0,4683(2)	0,0361(6)
C43	0,7648(3)	0,01261(9)	0,4631(3)	0,0453(7)
C44	0,8257(3)	0,03123(8)	0,4063(2)	0,0432(6)
C45	0,8788(2)	0,00474(9)	0,3553(2)	0,0415(6)
C46	0,8725(2)	0,95921(8)	0,3616(2)	0,0341(5)
C51	0,4362(2)	0,84291(7)	0,40241(18)	0,0238(5)
C52	0,3489(2)	0,87328(7)	0,3967(2)	0,0268(5)
C53	0,2301(2)	0,86201(8)	0,3771(2)	0,0324(5)
C54	0,1942(2)	0,81847(8)	0,3616(2)	0,0317(5)
C55	0,2789(2)	0,78679(7)	0,3687(2)	0,0282(5)
C56	0,3972(2)	0,79952(7)	0,38985(19)	0,0254(5)
C61	0,68258(19)	0,85520(7)	0,59468(19)	0,0252(5)
C62	0,6750(2)	0,88718(7)	0,6674(2)	0,0279(5)
C63	0,7248(2)	0,88266(8)	0,7875(2)	0,0341(5)
C64	0,7858(2)	0,84424(9)	0,8406(2)	0,0345(6)
C65	0,7951(2)	0,81093(8)	0,7724(2)	0,0321(5)
C66	0,7440(2)	0,81710(8)	0,6524(2)	0,0280(5)
F52	0,37653(12)	0,91710(4)	0,40753(13)	0,0394(3)
F53	0,14781(13)	0,89332(5)	0,37188(16)	0,0501(4)
F54	0,07798(13)	0,80699(5)	0,33893(15)	0,0485(4)
F55	0,24408(13)	0,74397(4)	0,35368(14)	0,0411(3)
F56	0,47588(12)	0,76668(4)	0,39549(13)	0,0358(3)
F62	0,61460(13)	0,92596(4)	0,62113(12)	0,0378(3)
F63	0,71322(16)	0,91495(5)	0,85412(13)	0,0505(4)
F64	0,83420(15)	0,83925(6)	0,95836(12)	0,0481(4)
F65	0,85232(15)	0,77279(5)	0,82389(13)	0,0467(4)
F66	0,75495(13)	0,78295(4)	0,58945(12)	0,0380(3)
OA	0,5178(4)	0,83311(11)	0,8755(2)	0,1148(13)
C1A	0,9611(3)	0,70146(11)	0,6969(3)	0,0569(8)
C2A	0,4628(3)	0,83565(11)	0,7714(3)	0,0514(7)
C3A	0,3945(3)	0,87687(12)	0,7108(3)	0,0683(9)
OB	0,9739(4)	0,01372(18)	0,1413(4)	0,177(2)
C1B	0,1672(4)	0,98551(19)	0,1909(5)	0,124(2)
C2B	0,0342(4)	0,98133(16)	0,1427(3)	0,0758(11)
C3B	0,9747(6)	0,9399(2)	0,0943(5)	0,165(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$



Tabelle 15.9.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,01915(8)	0,02280(9)	0,02079(9)	-0,00085(7)	0,01050(6)	0,00001(7)
P1	0,0238(3)	0,0266(3)	0,0217(3)	-0,0009(2)	0,0104(2)	0,0000(2)
P2	0,0205(3)	0,0247(3)	0,0256(3)	-0,0001(2)	0,0123(2)	-0,0007(2)
C1	0,0323(12)	0,0375(13)	0,0238(12)	-0,0044(10)	0,0150(10)	0,0002(10)
C2	0,0341(13)	0,0394(14)	0,0302(12)	0,0002(10)	0,0214(11)	0,0011(10)
C3	0,0250(11)	0,0303(12)	0,0331(12)	-0,0010(10)	0,0172(10)	0,0017(10)
C11	0,0328(12)	0,0329(12)	0,0204(11)	-0,0016(9)	0,0122(10)	-0,0048(10)
C12	0,0308(13)	0,0414(14)	0,0311(13)	0,0037(11)	0,0092(11)	-0,0040(11)
C13	0,0328(14)	0,0614(19)	0,0392(15)	0,0090(13)	0,0097(12)	-0,0091(13)
C14	0,0482(17)	0,064(2)	0,0336(14)	-0,0036(13)	0,0143(13)	-0,0263(15)
C15	0,077(2)	0,0389(16)	0,0520(18)	-0,0145(13)	0,0374(17)	-0,0218(15)
C16	0,0495(16)	0,0347(14)	0,0440(15)	-0,0066(12)	0,0269(13)	-0,0060(12)
C21	0,0241(11)	0,0313(12)	0,0319(12)	0,0026(10)	0,0136(10)	-0,0009(9)
C22	0,0392(14)	0,0335(13)	0,0422(15)	0,0032(11)	0,0199(12)	0,0046(11)
C23	0,0616(19)	0,0326(15)	0,067(2)	0,0032(14)	0,0325(17)	0,0089(13)
C24	0,0607(19)	0,0418(17)	0,071(2)	0,0257(15)	0,0357(18)	0,0171(15)
C25	0,0520(17)	0,0538(18)	0,0418(16)	0,0214(14)	0,0181(14)	0,0086(14)
C26	0,0414(14)	0,0419(15)	0,0332(14)	0,0057(11)	0,0149(12)	0,0004(12)
C31	0,0203(10)	0,0297(12)	0,0310(12)	0,0032(10)	0,0136(10)	-0,0035(9)
C32	0,0294(12)	0,0347(13)	0,0335(13)	-0,0002(10)	0,0146(11)	-0,0043(10)
C33	0,0367(14)	0,0498(16)	0,0302(13)	0,0001(12)	0,0097(12)	-0,0093(12)
C34	0,0291(13)	0,0575(17)	0,0353(15)	0,0126(13)	0,0069(12)	-0,0006(13)
C35	0,0344(14)	0,0421(15)	0,0471(16)	0,0131(13)	0,0148(13)	0,0098(12)
C36	0,0298(12)	0,0336(13)	0,0366(13)	0,0003(11)	0,0136(11)	0,0008(10)
C41	0,0223(11)	0,0282(12)	0,0285(12)	0,0013(9)	0,0099(10)	-0,0007(9)
C42	0,0368(14)	0,0315(13)	0,0458(15)	-0,0012(11)	0,0241(12)	0,0000(11)
C43	0,0462(15)	0,0302(14)	0,0610(18)	-0,0049(12)	0,0265(15)	0,0014(12)
C44	0,0437(15)	0,0252(13)	0,0499(16)	0,0044(12)	0,0129(13)	-0,0007(11)
C45	0,0428(15)	0,0355(14)	0,0450(16)	0,0077(12)	0,0195(13)	-0,0073(12)
C46	0,0317(13)	0,0342(13)	0,0367(13)	0,0016(11)	0,0164(11)	-0,0023(10)
C51	0,0238(11)	0,0281(11)	0,0205(11)	-0,0007(9)	0,0113(9)	0,0004(9)
C52	0,0266(11)	0,0245(11)	0,0322(12)	-0,0052(9)	0,0160(10)	-0,0033(9)
C53	0,0272(11)	0,0317(12)	0,0432(14)	-0,0047(11)	0,0207(11)	0,0038(10)
C54	0,0224(11)	0,0374(14)	0,0400(14)	-0,0040(11)	0,0184(11)	-0,0055(10)
C55	0,0307(12)	0,0249(11)	0,0326(12)	-0,0017(9)	0,0179(11)	-0,0051(9)
C56	0,0247(11)	0,0283(12)	0,0250(11)	0,0013(9)	0,0134(10)	0,0056(9)
C61	0,0207(10)	0,0295(12)	0,0283(11)	-0,0004(10)	0,0139(9)	-0,0026(9)
C62	0,0280(12)	0,0294(12)	0,0261(12)	0,0008(9)	0,0125(10)	0,0007(9)
C63	0,0380(13)	0,0370(14)	0,0296(13)	-0,0081(11)	0,0177(11)	-0,0035(11)
C64	0,0345(13)	0,0464(14)	0,0192(11)	0,0012(10)	0,0096(10)	-0,0017(11)
C65	0,0291(12)	0,0344(13)	0,0302(12)	0,0073(10)	0,0119(11)	0,0028(10)
C66	0,0246(11)	0,0323(12)	0,0283(12)	-0,0028(10)	0,0133(10)	-0,0012(10)
F52	0,0347(8)	0,0249(7)	0,0638(10)	-0,0085(7)	0,0275(7)	-0,0033(6)
F53	0,0343(8)	0,0377(8)	0,0892(12)	-0,0081(8)	0,0380(9)	0,0049(7)
F54	0,0292(7)	0,0451(9)	0,0804(12)	-0,0061(8)	0,0333(8)	-0,0082(6)
F55	0,0417(8)	0,0272(7)	0,0603(10)	-0,0030(7)	0,0289(8)	-0,0073(6)
F56	0,0335(7)	0,0269(7)	0,0527(9)	0,0026(6)	0,0251(7)	0,0062(6)
F62	0,0496(9)	0,0312(7)	0,0334(7)	0,0001(6)	0,0202(7)	0,0081(6)
F63	0,0708(11)	0,0483(9)	0,0331(8)	-0,0111(7)	0,0249(8)	0,0054(8)
F64	0,0535(9)	0,0636(10)	0,0220(7)	0,0031(7)	0,0134(7)	0,0028(8)
F65	0,0528(9)	0,0440(9)	0,0364(8)	0,0130(7)	0,0153(7)	0,0145(7)
F66	0,0463(8)	0,0336(8)	0,0326(7)	0,0002(6)	0,0173(7)	0,0102(6)
OA	0,196(4)	0,104(2)	0,0313(14)	0,0046(13)	0,0425(18)	0,037(2)
C1A	0,070(2)	0,064(2)	0,0492(18)	0,0131(15)	0,0376(17)	0,0233(16)
C2A	0,0613(18)	0,063(2)	0,0369(16)	0,0002(14)	0,0290(15)	-0,0025(15)
C3A	0,070(2)	0,075(2)	0,074(2)	0,0158(19)	0,045(2)	0,0123(19)
OB	0,167(4)	0,225(5)	0,158(4)	0,012(4)	0,090(3)	0,107(4)
C1B	0,071(3)	0,144(5)	0,123(4)	0,045(4)	0,018(3)	-0,024(3)
C2B	0,063(2)	0,104(3)	0,060(2)	0,006(2)	0,029(2)	0,009(2)
C3B	0,174(6)	0,143(5)	0,088(4)	0,013(4)	-0,012(4)	-0,077(5)

Tabelle 15.10.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,6325	0,8102	0,1705	0,037
H1B	0,5627	0,8418	0,0627	0,037
H2A	0,7651	0,8618	0,1338	0,038
H2B	0,7103	0,8990	0,1812	0,038
H3A	0,9098	0,8698	0,3235	0,034
H3B	0,8403	0,8261	0,3221	0,034
H12	0,2475	0,8737	0,1183	0,044
H13	0,0707	0,8297	0,0375	0,057
H14	0,0870	0,7556	0,0045	0,061
H15	0,2803	0,7253	0,0569	0,064
H16	0,4582	0,7687	0,1399	0,049
H22	0,5140	0,9477	0,2963	0,046
H23	0,4518	0,0171	0,2129	0,064
H24	0,3549	0,0251	0,0114	0,067
H25	0,3223	0,9646	0,8921	0,061
H26	0,3879	0,8955	-0,0267	0,048
H32	0,9319	0,9158	0,6620	0,039
H33	0,1005	0,8946	0,8371	0,050
H34	0,2071	0,8303	0,8473	0,053
H35	0,1467	0,7873	0,6811	0,052
H36	-0,0229	0,8078	0,5051	0,041
H42	0,7134	0,9548	0,5055	0,043
H43	0,7294	0,0307	0,4981	0,054
H44	0,8307	0,0618	0,4025	0,052
H45	0,9192	0,0174	0,3164	0,050
H46	0,9097	0,9415	0,3277	0,041
H1A1	0,8762	0,7104	0,6472	0,085

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A2	0,9986	0,6924	0,6490	0,085
H1A3	0,0075	0,7258	0,7458	0,085
H3A1	0,4093	0,8994	0,7684	0,102
H3A2	0,3064	0,8708	0,6679	0,102
H3A3	0,4240	0,8868	0,6573	0,102
H1B1	0,1908	0,9799	0,1306	0,185
H1B2	0,2078	0,9646	0,2537	0,185
H1B3	0,1921	0,0149	0,2209	0,185
H3B1	0,8856	0,9431	0,0606	0,247
H3B2	0,0029	0,9180	0,1556	0,247
H3B3	0,9959	0,9307	0,0344	0,247

## 15.5. cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome mit Ausnahme des Palladiumatoms (2a) entsprechen 4c.

Tabelle 15.11.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,0000	0,3202(1)	0,0000	0,0390(3)
P	0,9742(2)	0,4740(4)	0,1391(3)	0,0429(9)
F52	0,8303(3)	0,1738(6)	0,9994(4)	0,066(2)
F53	0,7988(4)	0,9915(7)	0,1517(5)	0,086(2)
F54	0,9243(4)	0,8829(6)	0,3459(6)	0,089(2)
F55	0,0859(5)	0,9663(8)	0,3881(6)	0,091(2)
F56	0,1199(4)	0,1452(7)	0,2394(6)	0,068(2)
C1	0,9303(7)	0,6365(11)	0,0780(10)	0,066(3)
C2	0,9913(8)	0,7442(11)	0,0615(8)	0,070(3)
C11	0,8963(6)	0,4164(9)	0,2114(8)	0,042(2)
C12	0,8117(7)	0,4378(13)	0,1479(10)	0,072(4)
C13	0,7520(7)	0,3858(11)	0,1948(11)	0,077(4)
C14	0,7739(7)	0,320(2)	0,3016(11)	0,083(3)
C15	0,8584(7)	0,2911(13)	0,3679(9)	0,065(4)
C16	0,9180(6)	0,3419(15)	0,3209(8)	0,055(3)
C21	0,0636(6)	0,5096(9)	0,2721(8)	0,035(2)
C22	0,0598(8)	0,5947(12)	0,3714(10)	0,062(4)
C23	0,1319(8)	0,6258(11)	0,4769(9)	0,068(3)
C24	0,2079(7)	0,5664(12)	0,4854(10)	0,068(4)
C25	0,2127(6)	0,4859(12)	0,3894(10)	0,065(3)
C26	0,1429(7)	0,4601(13)	0,2837(10)	0,057(3)
C51	0,9751(8)	0,1711(13)	0,1102(9)	0,039(3)
C52	0,8976(6)	0,1221(10)	0,0960(8)	0,042(2)
C53	0,8785(7)	0,0310(11)	0,1738(10)	0,056(3)
C54	0,9425(8)	0,9773(11)	0,2715(10)	0,057(3)
C55	0,0223(8)	0,0179(11)	0,2911(10)	0,059(3)
C56	0,0370(7)	0,1083(11)	0,2121(9)	0,045(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.12.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von cis-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,0432(6)	0,0378(8)	0,0367(5)	0,000	0,0144(5)	0,000
P	0,050(2)	0,043(2)	0,0380(17)	0,0009(15)	0,0177(15)	0,002(2)
F52	0,052(4)	0,082(5)	0,058(3)	0,003(3)	0,012(3)	-0,014(3)
F53	0,082(5)	0,102(6)	0,081(4)	-0,003(4)	0,036(3)	-0,034(4)
F54	0,136(5)	0,063(6)	0,090(4)	0,017(3)	0,066(4)	-0,017(4)
F55	0,104(5)	0,095(7)	0,073(4)	0,047(4)	0,029(4)	0,017(5)
F56	0,056(5)	0,066(6)	0,071(4)	0,034(4)	0,006(3)	0,021(4)
C1	0,092(9)	0,044(9)	0,077(7)	0,007(6)	0,047(6)	0,025(7)
C2	0,116(9)	0,045(8)	0,061(6)	-0,014(5)	0,045(7)	-0,006(6)
C11	0,060(7)	0,035(7)	0,040(5)	0,005(4)	0,029(5)	0,014(5)
C12	0,052(7)	0,101(11)	0,071(7)	0,023(7)	0,032(6)	0,017(7)
C13	0,061(7)	0,094(11)	0,084(8)	-0,003(7)	0,038(7)	-0,006(6)
C14	0,093(9)	0,090(9)	0,093(7)	0,001(13)	0,068(7)	0,009(16)
C15	0,099(9)	0,040(12)	0,066(6)	0,010(5)	0,040(6)	0,002(6)
C16	0,070(6)	0,053(11)	0,053(5)	-0,015(6)	0,035(5)	-0,016(7)
C21	0,045(6)	0,034(7)	0,032(5)	0,004(4)	0,021(5)	-0,002(5)
C22	0,068(8)	0,058(10)	0,058(7)	-0,014(6)	0,017(6)	-0,015(6)
C23	0,103(10)	0,061(9)	0,042(6)	-0,022(5)	0,027(6)	-0,021(7)
C24	0,070(8)	0,081(11)	0,046(6)	-0,012(6)	0,010(6)	-0,022(8)
C25	0,041(7)	0,072(10)	0,085(7)	0,005(7)	0,024(6)	0,000(6)
C26	0,059(8)	0,063(9)	0,056(6)	-0,005(6)	0,030(6)	-0,004(7)
C51	0,055(7)	0,033(8)	0,030(5)	-0,005(5)	0,016(5)	0,002(6)
C52	0,045(6)	0,036(7)	0,044(5)	-0,002(4)	0,016(5)	-0,006(5)
C53	0,063(7)	0,058(9)	0,058(7)	-0,013(5)	0,035(6)	-0,017(6)
C54	0,095(9)	0,031(7)	0,059(7)	-0,005(5)	0,043(7)	-0,002(6)
C55	0,090(9)	0,041(8)	0,046(6)	0,015(5)	0,025(6)	0,016(7)
C56	0,055(7)	0,038(8)	0,041(6)	-0,004(5)	0,014(6)	-0,004(6)

Tabelle 15.13.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppb)]

Atom	x/a	y/b	z/c	<i>U</i> <sub>eq</sub>
H1A	0,8874	0,6227	-0,0044	0,080
H1B	0,9024	0,6716	0,1350	0,080
H2A	0,9687	0,8307	0,0717	0,084
H2B	1,0442	0,7341	0,1302	0,084
H12	0,7950	0,4875	0,0730	0,086
H13	0,6954	0,3981	0,1494	0,092
H14	0,7328	0,2911	0,3346	0,099
H15	0,8736	0,2392	0,4415	0,078
H16	0,9744	0,3254	0,3646	0,066
H22	0,0084	0,6315	0,3675	0,074
H23	0,1284	0,6850	0,5395	0,081
H24	0,2552	0,5815	0,5563	0,082
H25	0,2639	0,4474	0,3949	0,078
H26	0,1492	0,4080	0,2182	0,068

## 15.6. *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.14.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	<i>U</i> <sub>eq</sub>
Pd	0,75692(2)	0,83916(3)	0,84430(2)	0,0223(1)
Cl	0,82699(8)	0,01321(9)	0,81479(5)	0,0338(3)
P1	0,69214(8)	0,68675(9)	0,88679(5)	0,0248(3)
P2	0,90934(8)	0,74262(9)	0,83362(6)	0,0242(3)
C1	0,7265(4)	0,5479(4)	0,8596(3)	0,0318(12)
C2	0,8450(4)	0,5248(4)	0,8701(3)	0,0335(13)
C3	0,8985(4)	0,5889(4)	0,8231(3)	0,0281(12)
C11	0,5494(3)	0,6804(4)	0,8763(2)	0,0294(11)
C12	0,4867(4)	0,6417(4)	0,8176(3)	0,0455(14)
C13	0,3771(5)	0,6447(5)	0,8072(4)	0,0610(19)
C14	0,3297(5)	0,6846(5)	0,8544(4)	0,065(2)
C15	0,3887(5)	0,7221(5)	0,9123(4)	0,0573(17)
C16	0,4982(4)	0,7215(4)	0,9231(3)	0,0399(14)
C21	0,7468(3)	0,6803(3)	0,9738(2)	0,0243(11)
C22	0,7150(4)	0,5974(4)	0,0123(3)	0,0362(13)
C23	0,7657(5)	0,5889(5)	0,0772(3)	0,0463(16)
C24	0,8495(5)	0,6602(5)	0,1035(3)	0,0505(15)
C25	0,8818(4)	0,7408(5)	0,0656(3)	0,0467(15)
C26	0,8286(4)	0,7515(5)	0,0015(3)	0,0361(14)
C31	0,9585(3)	0,7816(3)	0,7623(2)	0,0249(11)
C32	0,8925(4)	0,7681(4)	0,7017(3)	0,0331(13)
C33	0,9280(4)	0,7899(4)	0,6459(3)	0,0359(13)
C34	0,0293(5)	0,8256(4)	0,6502(3)	0,0437(15)
C35	0,0959(5)	0,8409(5)	0,7096(3)	0,0500(15)
C36	0,0610(4)	0,8197(4)	0,7652(3)	0,0391(13)
C41	0,0165(3)	0,7655(3)	0,9040(2)	0,0210(11)
C42	0,0765(3)	0,6786(4)	0,9374(2)	0,0333(12)
C43	0,1486(4)	0,6982(5)	0,9953(3)	0,0404(14)
C44	0,1620(4)	0,8064(5)	0,0202(3)	0,0453(16)
C45	0,1051(4)	0,8947(5)	0,9871(2)	0,0377(14)
C46	0,0333(3)	0,8744(4)	0,9301(2)	0,0318(13)
C51	0,6184(3)	0,9231(3)	0,8490(2)	0,0243(11)
C52	0,5330(3)	0,9209(3)	0,7962(2)	0,0257(11)
C53	0,4377(3)	0,9741(4)	0,7954(2)	0,0308(12)
C54	0,4217(3)	0,0330(4)	0,8491(2)	0,0344(12)
C55	0,5059(4)	0,0370(4)	0,9021(2)	0,0315(12)
C56	0,6017(3)	0,9813(4)	0,9006(2)	0,0284(11)
C57	0,2595(4)	0,0301(5)	0,8793(3)	0,0671(17)
F52	0,54176(17)	0,8619(2)	0,74181(12)	0,0379(7)
F53	0,35823(18)	0,9697(2)	0,74200(13)	0,0529(8)
F55	0,4957(2)	0,0970(2)	0,95559(13)	0,0510(8)
F56	0,67818(18)	0,9889(2)	0,95606(12)	0,0464(7)
O	0,3279(2)	0,0874(3)	0,84756(17)	0,0534(10)
H1A	0,697(3)	0,538(3)	0,816(2)	0,034(14)
H1B	0,695(3)	0,497(3)	0,8843(17)	0,017(11)
H2A	0,857(2)	0,452(3)	0,8625(16)	0,005(10)
H2B	0,881(3)	0,541(3)	0,913(2)	0,036(14)
H3A	0,860(3)	0,576(3)	0,7790(18)	0,021(12)
H3B	0,963(2)	0,558(3)	0,8225(15)	0,002(10)
H12	0,521(2)	0,609(3)	0,7857(16)	0,004(10)
H13	0,339(4)	0,613(4)	0,769(2)	0,061(18)
H14	0,256(4)	0,686(4)	0,850(2)	0,071(17)
H15	0,364(3)	0,757(3)	0,946(2)	0,039(15)
H16	0,537(3)	0,751(3)	0,961(2)	0,031(14)
H22	0,657(2)	0,547(3)	0,9927(15)	0,002(9)
H23	0,741(3)	0,538(4)	0,097(2)	0,038(16)
H24	0,886(3)	0,653(4)	0,150(2)	0,063(16)
H25	0,937(3)	0,787(4)	0,083(2)	0,047(16)
H26	0,849(3)	0,804(3)	0,9816(18)	0,011(13)
H32	0,826(3)	0,744(3)	0,7004(18)	0,027(13)
H33	0,887(3)	0,783(3)	0,607(2)	0,039(15)
H34	0,048(3)	0,841(3)	0,6140(19)	0,023(12)
H35	0,160(4)	0,857(4)	0,711(2)	0,067(19)
H36	0,106(3)	0,826(3)	0,806(2)	0,034(13)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H42	0,067(3)	0,609(3)	0,9182(19)	0,031(13)
H43	0,187(3)	0,635(4)	0,016(2)	0,053(16)
H44	0,203(3)	0,818(3)	0,056(2)	0,034(14)
H45	0,117(3)	0,967(4)	0,006(2)	0,045(15)
H46	0,997(3)	0,935(3)	0,9085(18)	0,030(13)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)]$$
 [92]
Tabelle 15.15.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,02132(18)	0,02423(19)	0,0212(2)	0,00136(18)	0,00465(14)	0,00008(18)
Cl	0,0326(7)	0,0315(7)	0,0373(8)	0,0103(6)	0,0078(6)	-0,0022(6)
P1	0,0250(6)	0,0261(7)	0,0240(7)	-0,0003(6)	0,0072(5)	-0,0028(5)
P2	0,0225(6)	0,0247(7)	0,0253(7)	-0,0016(6)	0,0049(6)	0,0013(6)
C1	0,037(3)	0,029(3)	0,031(4)	-0,003(3)	0,012(3)	-0,006(2)
C2	0,047(4)	0,018(3)	0,035(4)	-0,005(3)	0,010(3)	0,002(3)
C3	0,021(3)	0,034(3)	0,030(4)	-0,001(3)	0,009(3)	0,005(2)
C11	0,026(3)	0,025(3)	0,036(3)	0,004(2)	0,005(2)	-0,003(2)
C12	0,040(3)	0,042(4)	0,054(4)	-0,003(3)	0,009(3)	0,000(3)
C13	0,040(4)	0,049(4)	0,082(5)	-0,002(4)	-0,013(4)	-0,010(3)
C14	0,029(4)	0,052(4)	0,114(7)	0,022(4)	0,015(4)	-0,002(3)
C15	0,050(4)	0,049(4)	0,081(6)	0,010(4)	0,033(4)	0,017(3)
C16	0,032(3)	0,038(3)	0,052(4)	0,000(3)	0,015(3)	-0,001(3)
C21	0,029(3)	0,021(3)	0,025(3)	0,001(2)	0,011(2)	0,002(2)
C22	0,042(3)	0,030(3)	0,037(4)	0,003(3)	0,010(3)	0,001(3)
C23	0,067(4)	0,041(4)	0,038(4)	0,019(3)	0,026(3)	0,015(3)
C24	0,062(4)	0,061(4)	0,026(3)	0,007(4)	0,005(3)	0,016(4)
C25	0,044(4)	0,059(4)	0,035(4)	-0,008(3)	0,005(3)	-0,002(3)
C26	0,046(3)	0,043(3)	0,020(3)	0,003(3)	0,008(3)	-0,005(3)
C31	0,024(3)	0,026(3)	0,024(3)	-0,001(2)	0,003(2)	0,000(2)
C32	0,026(3)	0,035(3)	0,041(4)	-0,003(3)	0,013(3)	0,000(2)
C33	0,042(4)	0,037(3)	0,028(4)	-0,003(3)	0,006(3)	0,004(3)
C34	0,061(4)	0,044(3)	0,035(4)	0,002(3)	0,031(3)	0,001(3)
C35	0,039(4)	0,062(4)	0,056(5)	0,003(4)	0,026(3)	-0,014(3)
C36	0,033(3)	0,047(3)	0,036(4)	-0,002(3)	0,006(3)	-0,006(3)
C41	0,020(2)	0,020(3)	0,022(3)	0,001(2)	0,002(2)	0,003(2)
C42	0,031(3)	0,030(3)	0,037(3)	-0,005(3)	0,002(2)	0,000(3)
C43	0,031(3)	0,046(4)	0,040(4)	0,011(3)	-0,001(3)	0,008(3)
C44	0,033(3)	0,057(4)	0,040(4)	-0,004(3)	-0,005(3)	0,001(3)
C45	0,029(3)	0,038(3)	0,041(4)	-0,014(3)	-0,002(3)	0,000(3)
C46	0,021(3)	0,031(3)	0,041(4)	0,004(3)	0,001(2)	0,004(2)
C51	0,021(2)	0,026(3)	0,025(3)	0,003(2)	0,003(2)	0,000(2)
C52	0,030(3)	0,025(3)	0,023(3)	-0,003(2)	0,009(2)	-0,003(2)
C53	0,025(3)	0,038(3)	0,029(3)	0,005(3)	0,004(2)	0,002(2)
C54	0,027(3)	0,034(3)	0,044(4)	0,006(3)	0,012(3)	0,009(2)
C55	0,038(3)	0,027(3)	0,033(3)	-0,011(2)	0,016(3)	0,000(2)
C56	0,031(3)	0,027(3)	0,022(3)	0,001(2)	-0,007(2)	-0,005(2)
C57	0,039(3)	0,081(4)	0,087(5)	0,011(4)	0,026(3)	0,008(3)
F52	0,0385(15)	0,0483(17)	0,0261(16)	-0,0080(13)	0,0052(12)	0,0022(13)
F53	0,0326(16)	0,074(2)	0,0427(19)	-0,0021(16)	-0,0115(14)	0,0076(15)
F55	0,0599(19)	0,0483(18)	0,049(2)	-0,0143(15)	0,0212(15)	0,0084(14)
F56	0,0429(16)	0,0577(18)	0,0339(18)	-0,0101(14)	-0,0015(14)	-0,0009(14)
O	0,034(2)	0,054(2)	0,080(3)	0,016(2)	0,030(2)	0,0159(18)

Tabelle 15.16.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H57A	0,2552	-0,0486	0,8664	0,101
H57B	0,1902	0,0639	0,8680	0,101
H57C	0,2861	0,0352	0,9254	0,101

## 15.7. *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2a.

Tabelle 15.17.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
PdA	0,51224(3)	0,16355(3)	0,01623(3)	0,02216(12)
ClA	0,53818(12)	0,08588(11)	0,88067(12)	0,0361(4)
P1A	0,47011(11)	0,23985(10)	0,13423(11)	0,0221(3)
P2A	0,62476(10)	0,26688(10)	0,00782(11)	0,0223(3)
C1A	0,5671(5)	0,2762(5)	0,2321(5)	0,0332(15)
C2A	0,6554(5)	0,3015(5)	0,2049(5)	0,0347(15)
C3A	0,6414(5)	0,3464(4)	0,1078(5)	0,0324(15)
C11A	0,3919(4)	0,1891(4)	0,2006(4)	0,0341(13)
C12A	0,4220(4)	0,1170(4)	0,2566(4)	0,0374(14)
C13A	0,3633(5)	0,0768(4)	0,3046(5)	0,0465(17)
C14A	0,2748(5)	0,1088(5)	0,2972(5)	0,0490(17)
C15A	0,2442(5)	0,1777(5)	0,2401(5)	0,0492(18)
C16A	0,3014(5)	0,2185(4)	0,1914(5)	0,0427(15)
C21A	0,4097(5)	0,3377(4)	0,0809(5)	0,0389(15)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C22A	0,3896(6)	0,4046(5)	0,1391(7)	0,062(2)
C23A	0,3396(6)	0,4774(6)	0,1004(10)	0,082(3)
C24A	0,3080(7)	0,4839(6)	0,9979(9)	0,075(3)
C25A	0,3283(6)	0,4172(6)	0,9409(7)	0,069(2)
C26A	0,3792(6)	0,3454(5)	0,9804(6)	0,049(2)
C31A	0,7377(11)	0,2188(9)	0,0300(13)	0,037(4)
C32A	0,7519(5)	0,1315(5)	0,0204(5)	0,0451(16)
C33A	0,8384(5)	0,0950(5)	0,0342(6)	0,0571(19)
C34A	0,9191(6)	0,1485(5)	0,0551(5)	0,0525(19)
C35A	0,9086(5)	0,2349(5)	0,0597(5)	0,0484(17)
C36A	0,8202(5)	0,2719(4)	0,0461(5)	0,0405(15)
C41A	0,6064(5)	0,3309(4)	0,8983(5)	0,0358(14)
C42A	0,6599(5)	0,4050(4)	0,8911(5)	0,0459(16)
C43A	0,6440(6)	0,4530(5)	0,8071(5)	0,0528(18)
C44A	0,5745(6)	0,4279(5)	0,7265(6)	0,057(2)
C45A	0,5209(6)	0,3560(5)	0,7304(5)	0,058(2)
C46A	0,5361(5)	0,3069(5)	0,8163(5)	0,0432(15)
C51A	0,4259(4)	0,0650(4)	0,0366(4)	0,0269(13)
C52A	0,4677(4)	0,9939(4)	0,0833(4)	0,0348(13)
C53A	0,4177(5)	0,9241(4)	0,1049(5)	0,0469(17)
C54A	0,3236(6)	0,9252(5)	0,0841(5)	0,0523(19)
C55A	0,2797(5)	0,9992(4)	0,0350(5)	0,0401(15)
C56A	0,3309(5)	0,0649(4)	0,0114(4)	0,0401(14)
C57A	0,2812(7)	0,8457(6)	0,2129(6)	0,062(2)
C58A	0,2524(9)	0,7622(8)	0,2298(8)	0,103(4)
F52A	0,5614(3)	0,9898(3)	0,1120(3)	0,0491(10)
F53A	0,4646(4)	0,8531(3)	0,1489(3)	0,0639(13)
F55A	0,1859(3)	0,0022(3)	0,0084(3)	0,0577(12)
F56A	0,2836(3)	0,1350(3)	0,9655(3)	0,0598(12)
OA	0,2732(5)	0,8562(4)	0,1078(4)	0,075(2)
PdB	0,84984(3)	0,33768(3)	0,60130(3)	0,02170(12)
ClB	0,82396(12)	0,41465(11)	0,45267(11)	0,0363(4)
P1B	0,89216(11)	0,26117(10)	0,74002(10)	0,0219(3)
P2B	0,73794(10)	0,23336(10)	0,53666(10)	0,0220(3)
Cl1B	0,7963(5)	0,2269(4)	0,7922(4)	0,0302(14)
C2B	0,7065(4)	0,1991(5)	0,7177(4)	0,0323(14)
C3B	0,7218(5)	0,1530(4)	0,6285(5)	0,0311(14)
Cl11B	0,9697(4)	0,3111(4)	0,8437(4)	0,0348(13)
Cl12B	0,9402(5)	0,3851(4)	0,8861(5)	0,0404(14)
Cl13B	0,9992(5)	0,4227(5)	0,9657(5)	0,0473(17)
Cl14B	0,0893(6)	0,3912(6)	0,0028(5)	0,0543(19)
Cl15B	0,1185(6)	0,3210(6)	0,9623(6)	0,059(2)
Cl16B	0,0608(5)	0,2809(5)	0,8808(5)	0,0466(16)
C21B	0,9531(5)	0,1642(4)	0,7162(5)	0,0370(14)
C22B	0,9721(6)	0,0964(5)	0,7825(6)	0,0572(19)
C23B	0,0232(6)	0,0239(6)	0,7643(8)	0,070(3)
C24B	0,0549(6)	0,0202(6)	0,6839(8)	0,070(3)
C25B	0,0381(6)	0,0899(6)	0,6160(6)	0,061(2)
C26B	0,9890(6)	0,1599(5)	0,6328(6)	0,048(2)
Cl31B	0,6235(10)	0,2819(8)	0,4979(11)	0,036(3)
Cl32B	0,6095(5)	0,3680(5)	0,4847(5)	0,0444(16)
Cl33B	0,5221(5)	0,4048(5)	0,4540(6)	0,0552(18)
Cl34B	0,4445(5)	0,3494(5)	0,4357(5)	0,0514(19)
Cl35B	0,4559(5)	0,2643(5)	0,4470(6)	0,0530(18)
Cl36B	0,5419(5)	0,2272(5)	0,4785(5)	0,0423(15)
Cl41B	0,7576(5)	0,1706(4)	0,4354(5)	0,0368(14)
Cl42B	0,7031(5)	0,0956(5)	0,4019(5)	0,0483(17)
Cl43B	0,7203(6)	0,0479(5)	0,3249(6)	0,0531(18)
Cl44B	0,7902(7)	0,0719(5)	0,2797(6)	0,060(2)
Cl45B	0,8431(6)	0,1446(5)	0,3123(6)	0,0539(19)
Cl46B	0,8253(5)	0,1936(5)	0,3887(5)	0,0466(17)
Cl51B	0,9343(4)	0,4362(4)	0,6648(4)	0,0262(13)
Cl52B	0,8949(4)	0,5080(4)	0,6915(4)	0,0316(12)
Cl53B	0,9436(5)	0,5790(4)	0,7359(5)	0,0453(16)
Cl54B	0,0374(6)	0,5795(5)	0,7577(5)	0,0527(18)
Cl55B	0,0836(4)	0,5064(4)	0,7334(4)	0,0372(14)
Cl56B	0,0306(5)	0,4390(4)	0,6853(5)	0,0397(14)
Cl57B	0,0839(8)	0,6601(8)	0,9084(7)	0,086(3)
Cl58B	0,1236(13)	0,7389(10)	0,9422(10)	0,159(8)
F52B	0,8009(3)	0,5107(2)	0,6739(3)	0,0467(9)
F53B	0,8979(4)	0,6495(2)	0,7580(3)	0,0617(12)
F55B	0,1763(3)	0,5041(3)	0,7538(3)	0,0556(11)
F56B	0,0787(3)	0,3713(3)	0,6608(4)	0,0577(11)
OB	0,0920(5)	0,6489(4)	0,8044(5)	0,076(2)
PdC	0,5150(5)	0,16052(18)	0,5172(5)	0,0154(8)
ClC	0,5420(8)	0,0831(7)	0,3808(9)	0,028(2)
P1C	0,4722(7)	0,7627(6)	0,1355(7)	0,0088(17)
P2C	0,6201(18)	0,2650(17)	0,504(2)	0,012(4)
Cl51C	0,436(3)	0,939(2)	0,035(3)	0,014(7)
Cl1C	0,569(3)	0,276(2)	0,729(3)	0,017(8)
C2C	0,656(3)	0,299(3)	0,704(3)	0,017(8)
Cl3C	0,653(4)	0,339(3)	0,611(4)	0,034(11)
PdD	0,8529(5)	0,33483(19)	0,0985(5)	0,0165(8)
ClD	0,8256(8)	0,4129(7)	0,9500(8)	0,025(2)
P1D	0,8952(8)	0,7414(6)	0,7390(7)	0,0127(19)
P2D	0,745(2)	0,2316(19)	0,029(2)	0,012(5)
Cl51D	0,940(3)	0,568(2)	0,657(3)	0,013(7)
Cl1D	0,796(3)	0,220(3)	0,289(3)	0,020(8)
C2D	0,714(3)	0,202(2)	0,217(3)	0,013(7)
Cl3D	0,721(4)	0,143(3)	0,120(4)	0,031(11)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.18.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
PdA	0,0230(3)	0,0231(2)	0,0217(2)	-0,00339(18)	0,00798(18)	-0,0030(2)
ClA	0,0414(9)	0,0384(9)	0,0324(8)	-0,0113(7)	0,0164(7)	-0,0049(7)
P1A	0,0234(8)	0,0229(7)	0,0206(7)	0,0019(6)	0,0065(6)	0,0007(6)
P2A	0,0222(7)	0,0244(7)	0,0211(7)	-0,0039(6)	0,0070(6)	-0,0043(6)
C1A	0,033(4)	0,043(4)	0,025(3)	-0,008(3)	0,009(3)	-0,002(3)
C2A	0,022(3)	0,053(4)	0,029(3)	-0,010(3)	0,006(3)	-0,003(3)
C3A	0,035(4)	0,036(4)	0,029(3)	-0,004(3)	0,012(3)	-0,005(3)
C11A	0,039(3)	0,036(3)	0,028(3)	0,003(2)	0,010(2)	0,006(3)
C12A	0,036(3)	0,047(4)	0,031(3)	-0,002(3)	0,012(3)	0,001(3)
C13A	0,066(5)	0,041(4)	0,030(3)	0,012(3)	0,008(3)	-0,006(3)
C14A	0,054(4)	0,060(5)	0,040(4)	0,009(3)	0,025(3)	-0,004(4)
C15A	0,037(4)	0,062(5)	0,048(4)	0,014(3)	0,010(3)	-0,008(3)
C16A	0,044(4)	0,041(4)	0,045(4)	0,010(3)	0,014(3)	0,000(3)
C21A	0,040(4)	0,033(3)	0,048(4)	0,004(3)	0,018(3)	-0,002(3)
C22A	0,072(6)	0,040(4)	0,081(6)	-0,011(4)	0,032(4)	0,001(4)
C23A	0,046(5)	0,058(5)	0,149(10)	-0,018(6)	0,040(6)	0,004(4)
C24A	0,049(5)	0,065(6)	0,115(9)	0,029(6)	0,028(5)	0,006(4)
C25A	0,055(5)	0,075(6)	0,072(5)	0,026(5)	0,007(4)	0,018(5)
C26A	0,036(4)	0,054(5)	0,062(5)	0,007(4)	0,021(4)	0,003(3)
C31A	0,033(5)	0,042(8)	0,037(5)	0,008(5)	0,008(3)	-0,015(5)
C32A	0,038(4)	0,040(4)	0,058(4)	0,006(3)	0,013(3)	-0,001(3)
C33A	0,048(4)	0,055(4)	0,070(5)	0,008(4)	0,017(4)	0,009(4)
C34A	0,044(4)	0,065(5)	0,047(4)	0,015(3)	0,008(3)	0,015(4)
C35A	0,032(4)	0,055(4)	0,057(4)	0,008(3)	0,009(3)	-0,006(3)
C36A	0,033(3)	0,046(4)	0,043(4)	0,004(3)	0,008(3)	-0,004(3)
C41A	0,036(3)	0,037(3)	0,038(3)	-0,002(3)	0,015(3)	0,005(3)
C42A	0,044(4)	0,038(3)	0,054(4)	0,008(3)	0,009(3)	-0,002(3)
C43A	0,066(5)	0,042(4)	0,053(4)	0,008(3)	0,019(4)	-0,008(4)
C44A	0,081(6)	0,040(4)	0,053(4)	0,012(3)	0,022(4)	0,008(4)
C45A	0,072(6)	0,065(5)	0,030(3)	0,003(3)	-0,003(3)	-0,004(4)
C46A	0,048(4)	0,046(4)	0,036(3)	0,003(3)	0,010(3)	-0,005(3)
C51A	0,032(3)	0,029(3)	0,023(3)	-0,002(2)	0,012(2)	-0,001(3)
C52A	0,035(3)	0,039(3)	0,030(3)	0,003(2)	0,004(2)	-0,001(3)
C53A	0,063(5)	0,037(4)	0,039(4)	-0,004(3)	0,010(3)	0,001(3)
C54A	0,060(5)	0,048(4)	0,047(4)	0,006(3)	0,011(3)	-0,026(3)
C55A	0,031(3)	0,056(4)	0,031(3)	0,005(3)	0,004(2)	-0,011(3)
C56A	0,045(4)	0,041(4)	0,031(3)	0,006(3)	0,004(3)	-0,002(3)
C57A	0,071(6)	0,075(6)	0,044(4)	0,011(4)	0,018(4)	-0,011(4)
C58A	0,124(10)	0,098(8)	0,080(7)	0,033(6)	0,010(7)	-0,018(7)
F52A	0,033(2)	0,055(2)	0,059(2)	0,0093(18)	0,0101(17)	0,0112(17)
F53A	0,097(4)	0,036(2)	0,061(3)	0,0124(19)	0,022(3)	0,008(2)
F55A	0,028(2)	0,083(3)	0,059(3)	0,012(2)	0,0058(18)	-0,0151(19)
F56A	0,052(3)	0,062(3)	0,061(3)	0,019(2)	0,003(2)	-0,007(2)
OA	0,101(5)	0,071(4)	0,049(3)	0,007(3)	0,012(3)	-0,049(4)
PdB	0,0224(3)	0,0222(2)	0,0196(2)	0,00197(18)	0,00323(17)	-0,0013(2)
ClB	0,0439(9)	0,0370(9)	0,0257(7)	0,0095(6)	0,0037(6)	-0,0036(7)
P1B	0,0234(7)	0,0228(7)	0,0198(7)	-0,0008(6)	0,0061(6)	0,0004(6)
P2B	0,0226(7)	0,0237(7)	0,0190(7)	0,0008(6)	0,0035(6)	-0,0027(6)
C1B	0,036(4)	0,032(3)	0,025(3)	0,005(3)	0,012(3)	0,002(3)
C2B	0,024(3)	0,045(4)	0,030(3)	0,006(3)	0,010(3)	0,005(3)
C3B	0,034(4)	0,037(4)	0,020(3)	0,005(2)	0,003(3)	-0,009(3)
C11B	0,041(4)	0,033(3)	0,035(3)	0,003(2)	0,017(3)	-0,003(3)
C12B	0,042(4)	0,041(4)	0,041(3)	0,000(3)	0,015(3)	0,002(3)
C13B	0,054(4)	0,052(4)	0,040(4)	-0,009(3)	0,018(3)	-0,012(3)
C14B	0,049(4)	0,071(5)	0,042(4)	-0,021(4)	0,009(3)	-0,009(4)
C15B	0,037(4)	0,098(6)	0,041(4)	-0,015(4)	0,006(3)	-0,002(4)
C16B	0,036(4)	0,050(4)	0,051(4)	-0,012(3)	0,004(3)	-0,001(3)
C21B	0,038(3)	0,035(3)	0,034(3)	-0,002(2)	0,002(3)	0,002(3)
C22B	0,066(5)	0,044(4)	0,061(5)	0,012(3)	0,015(4)	0,007(4)
C23B	0,045(5)	0,053(5)	0,099(7)	0,015(5)	-0,008(5)	0,006(4)
C24B	0,032(4)	0,068(6)	0,101(7)	-0,043(5)	-0,002(4)	0,007(4)
C25B	0,050(5)	0,069(6)	0,065(5)	-0,024(4)	0,013(4)	0,013(4)
C26B	0,042(5)	0,059(5)	0,037(4)	-0,006(3)	-0,003(3)	0,001(3)
C31B	0,041(5)	0,036(7)	0,034(5)	-0,009(5)	0,015(3)	-0,015(5)
C32B	0,032(4)	0,049(4)	0,052(4)	-0,003(3)	0,007(3)	-0,002(3)
C33B	0,047(4)	0,047(4)	0,071(5)	-0,002(4)	0,011(4)	0,005(3)
C34B	0,045(4)	0,065(5)	0,045(4)	-0,006(3)	0,013(3)	0,016(4)
C35B	0,039(4)	0,063(5)	0,055(4)	-0,017(4)	0,008(3)	-0,004(4)
C36B	0,032(3)	0,047(4)	0,048(4)	-0,007(3)	0,009(3)	-0,007(3)
C41B	0,040(4)	0,039(3)	0,031(3)	0,006(2)	0,008(3)	0,002(3)
C42B	0,051(4)	0,043(4)	0,052(4)	-0,016(3)	0,014(3)	-0,006(3)
C43B	0,063(5)	0,037(4)	0,059(4)	-0,005(3)	0,014(4)	0,000(3)
C44B	0,093(6)	0,042(4)	0,048(4)	0,002(3)	0,021(4)	0,009(4)
C45B	0,068(5)	0,052(4)	0,047(4)	0,001(3)	0,025(4)	-0,002(4)
C46B	0,045(4)	0,051(4)	0,046(4)	-0,004(3)	0,016(3)	-0,007(3)
C51B	0,026(3)	0,020(3)	0,030(3)	0,004(2)	0,000(2)	-0,005(2)
C52B	0,031(3)	0,031(3)	0,034(3)	0,004(2)	0,010(2)	0,002(2)
C53B	0,059(5)	0,037(4)	0,040(4)	0,004(3)	0,013(3)	0,004(3)
C54B	0,063(5)	0,048(4)	0,046(4)	-0,009(3)	0,012(3)	-0,014(4)
C55B	0,029(3)	0,055(4)	0,028(3)	-0,003(3)	0,007(2)	-0,009(3)
C56B	0,045(4)	0,042(4)	0,035(3)	0,005(3)	0,016(3)	0,007(3)
C57B	0,079(7)	0,123(10)	0,057(6)	-0,034(5)	0,018(5)	-0,036(6)
C58B	0,26(2)	0,139(12)	0,100(10)	-0,065(9)	0,086(12)	-0,100(14)
F52B	0,0284(19)	0,049(2)	0,061(2)	0,0047(18)	0,0071(17)	0,0051(16)
F53B	0,090(4)	0,038(2)	0,058(3)	-0,0055(18)	0,020(2)	0,009(2)
F55B	0,031(2)	0,078(3)	0,057(3)	-0,007(2)	0,0085(18)	-0,0084(19)
F56B	0,036(2)	0,060(3)	0,079(3)	-0,009(3)	0,017(2)	0,011(2)
OB	0,103(5)	0,063(4)	0,061(4)	-0,019(3)	0,020(4)	-0,036(4)
PdC	0,0154(17)	0,0164(15)	0,0149(15)	-0,0019(12)	0,0045(12)	0,0008(14)
ClC	0,026(5)	0,036(6)	0,029(5)	-0,014(4)	0,021(4)	-0,008(5)
PdD	0,0163(18)	0,0217(16)	0,0115(15)	-0,0014(12)	0,0032(11)	-0,0021(14)
ClD	0,023(5)	0,033(6)	0,015(4)	0,011(4)	-0,006(4)	-0,006(4)
P1D	0,023(5)	0,009(4)	0,006(4)	0,003(3)	0,003(4)	0,003(4)

Tabelle 15.19.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,5458	0,3264	0,2643	0,040
H1A2	0,5818	0,2294	0,2811	0,040
H2A1	0,6930	0,2489	0,2037	0,042
H2A2	0,6911	0,3402	0,2561	0,042
H3A1	0,6960	0,3828	0,1072	0,039
H3A2	0,5865	0,3845	0,0980	0,039
H12A	0,4828	0,0953	0,2620	0,045
H13A	0,3834	0,0268	0,3429	0,056
H14A	0,2354	0,0820	0,3326	0,059
H15A	0,1828	0,1980	0,2337	0,059
H16A	0,2795	0,2670	0,1512	0,051
H22A	0,4108	0,4000	0,2080	0,075
H23A	0,3270	0,5219	0,1418	0,098
H24A	0,2737	0,5328	0,9689	0,090
H25A	0,3065	0,4209	0,8720	0,082
H26A	0,3931	0,3016	0,9389	0,059
H32A	0,6994	0,0948	0,0035	0,054
H33A	0,8446	0,0341	0,0299	0,069
H34A	0,9791	0,1237	0,0655	0,063
H35A	0,9616	0,2712	0,0723	0,058
H36A	0,8144	0,3330	0,0476	0,049
H42A	0,7078	0,4218	0,9454	0,055
H43A	0,6800	0,5032	0,8037	0,063
H44A	0,5641	0,4608	0,6681	0,068
H45A	0,4738	0,3398	0,6752	0,070
H46A	0,4991	0,2575	0,8193	0,052
H57A	0,3461	0,8547	0,2492	0,075
H57B	0,2419	0,8890	0,2357	0,075
H58A	0,1924	0,7503	0,1851	0,154
H58B	0,2465	0,7577	0,2973	0,154
H58C	0,2982	0,7203	0,2187	0,154
H1B1	0,8178	0,1778	0,8368	0,036
H1B2	0,7810	0,2750	0,8318	0,036
H2B1	0,6706	0,1607	0,7511	0,039
H2B2	0,6685	0,2512	0,6962	0,039
H3B1	0,6678	0,1159	0,6005	0,037
H3B2	0,7773	0,1157	0,6469	0,037
H12B	0,8805	0,4088	0,8603	0,048
H13B	0,9785	0,4710	0,9962	0,057
H14B	0,1295	0,4194	0,0562	0,065
H15B	0,1786	0,2984	0,9890	0,071
H16B	0,0832	0,2333	0,8505	0,056
H22B	0,9506	0,0988	0,8407	0,069
H23B	0,0350	-0,0225	0,8097	0,084
H24B	0,0888	-0,0289	0,6718	0,084
H25B	0,0613	0,0874	0,5589	0,074
H26B	0,9788	0,2065	0,5877	0,058
H32B	0,6619	0,4050	0,4970	0,053
H33B	0,5149	0,4655	0,4455	0,066
H34B	0,3839	0,3729	0,4154	0,062
H35B	0,4029	0,2280	0,4329	0,064
H36B	0,5477	0,1664	0,4875	0,051
H42B	0,6553	0,0785	0,4322	0,058
H43B	0,6839	-0,0019	0,3028	0,064
H44B	0,8016	0,0388	0,2271	0,072
H45B	0,8914	0,1610	0,2826	0,065
H46B	0,8609	0,2442	0,4090	0,056
H57C	0,0180	0,6591	0,9111	0,103
H57D	0,1164	0,6124	0,9495	0,103
H58D	0,0805	0,7858	0,9160	0,238
H58E	0,1811	0,7467	0,9208	0,238
H58F	0,1372	0,7399	0,0136	0,238

## 15.8. *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.20.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,92126(2)	0,852544(6)	0,19533(2)	0,02778(8)
P1	0,07389(8)	0,89611(2)	0,15061(6)	0,03061(19)
P2	0,10260(8)	0,81807(2)	0,29613(6)	0,02955(19)
C1	0,2369(3)	0,87660(8)	0,1272(2)	0,0373(8)
C2	0,3223(3)	0,85427(8)	0,2218(3)	0,0387(8)
C3	0,2591(3)	0,81643(8)	0,2377(3)	0,0358(7)
C11	0,1261(3)	0,93040(7)	0,2583(2)	0,0306(7)
C12	0,0323(4)	0,94090(8)	0,3191(3)	0,0436(8)
C13	0,0646(4)	0,96618(10)	0,4020(3)	0,0595(10)
C14	0,1960(4)	0,98158(9)	0,4270(3)	0,0592(10)
C15	0,2941(4)	0,97153(9)	0,3686(3)	0,0536(10)
C16	0,2595(3)	0,94589(8)	0,2844(3)	0,0429(8)
C21	0,0081(3)	0,92412(8)	0,0297(2)	0,0374(8)
C22	0,9144(3)	0,95259(9)	0,0334(3)	0,0467(9)
C23	0,8551(4)	0,97263(10)	0,9411(4)	0,0643(11)
C24	0,8885(5)	0,96395(12)	0,8448(4)	0,0782(14)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C25	0,9819(5)	0,93621(13)	0,8387(3)	0,0759(13)
C26	0,0423(4)	0,91617(10)	0,9309(3)	0,0580(10)
C31	0,1673(3)	0,83485(8)	0,4341(2)	0,0327(7)
C32	0,1023(3)	0,86474(8)	0,4726(3)	0,0392(8)
C33	0,1557(4)	0,87956(9)	0,5742(3)	0,0461(9)
C34	0,2719(4)	0,86442(10)	0,6396(3)	0,0521(9)
C35	0,3354(4)	0,83386(10)	0,6039(3)	0,0554(10)
C36	0,2838(3)	0,81951(9)	0,5024(3)	0,0444(8)
C41	0,0675(3)	0,76883(8)	0,3119(2)	0,0331(7)
C42	0,0188(3)	0,75634(9)	0,4020(3)	0,0411(8)
C43	0,9852(4)	0,71923(9)	0,4110(3)	0,0506(9)
C44	0,9991(4)	0,69436(9)	0,3307(3)	0,0532(10)
C45	0,0480(4)	0,70625(9)	0,2425(3)	0,0546(10)
C46	0,0815(3)	0,74335(9)	0,2327(3)	0,0441(8)
C51	0,7501(3)	0,87935(7)	0,0997(2)	0,0298(7)
C52	0,6631(3)	0,90485(8)	0,1333(2)	0,0355(7)
C53	0,5528(3)	0,92205(8)	0,0639(3)	0,0370(8)
C54	0,5208(3)	0,91451(8)	0,9547(3)	0,0391(8)
C55	0,6064(3)	0,88882(8)	0,9185(3)	0,0392(8)
C56	0,7153(3)	0,87228(8)	0,9894(3)	0,0344(7)
C57	0,4324(5)	0,96465(11)	0,8405(4)	0,1037(18)
C58	0,3144(5)	0,97825(12)	0,7611(4)	0,1130(19)
C61	0,7819(3)	0,81553(8)	0,2383(2)	0,0301(7)
C62	0,7224(3)	0,82223(8)	0,3251(3)	0,0369(8)
C63	0,6279(3)	0,79858(9)	0,3574(3)	0,0415(8)
C64	0,5862(3)	0,76613(9)	0,3013(3)	0,0430(8)
C65	0,6467(3)	0,75851(9)	0,2149(3)	0,0443(8)
C66	0,7404(3)	0,78263(8)	0,1852(3)	0,0377(8)
C67	0,5263(4)	0,78529(10)	0,8977(3)	0,0651(11)
C68	0,4096(4)	0,69913(10)	0,4404(3)	0,0732(12)
F52	0,6849(2)	0,91466(5)	0,23997(14)	0,0517(5)
F53	0,47405(19)	0,94753(5)	0,10436(16)	0,0522(5)
F55	0,5788(2)	0,88015(5)	0,81159(15)	0,0608(6)
F56	0,79465(19)	0,84818(5)	0,94540(14)	0,0473(5)
F62	0,7571(2)	0,85356(5)	0,38559(15)	0,0528(5)
F63	0,5732(2)	0,80789(5)	0,44315(17)	0,0638(6)
F65	0,6107(2)	0,72658(5)	0,15766(18)	0,0705(6)
F66	0,7945(2)	0,77270(5)	0,09827(15)	0,0556(5)
O1	0,4070(2)	0,92969(6)	0,8850(2)	0,0565(7)
O2	0,4829(2)	0,74454(6)	0,3271(2)	0,0634(7)
O1A	0,8330(3)	0,92594(8)	0,5465(3)	0,0853(9)
C1A	0,7795(5)	0,87113(12)	0,6313(3)	0,0810(13)
C2A	0,7445(5)	0,90539(12)	0,5644(3)	0,0657(11)
C3A	0,5936(5)	0,91275(13)	0,5194(5)	0,118(2)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.21.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von  $cis\text{-}[\text{Pd}(\text{C}_6\text{F}_4\text{OEt})_2(\text{dppp})] \cdot 1 \text{ Aceton}$ 

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,02703(12)	0,02506(13)	0,03149(14)	0,00132(11)	0,00685(9)	-0,00054(10)
P1	0,0327(4)	0,0264(4)	0,0332(5)	0,0013(4)	0,0080(4)	-0,0023(3)
P2	0,0291(4)	0,0252(4)	0,0344(5)	0,0014(3)	0,0069(3)	0,0001(3)
C1	0,0339(18)	0,0355(18)	0,046(2)	0,0006(15)	0,0152(15)	-0,0046(14)
C2	0,0286(16)	0,0352(18)	0,055(2)	0,0019(16)	0,0152(15)	0,0013(14)
C3	0,0318(17)	0,0317(17)	0,046(2)	0,0023(15)	0,0123(15)	0,0045(14)
C11	0,0389(18)	0,0184(15)	0,0337(18)	0,0027(13)	0,0063(15)	0,0000(13)
C12	0,052(2)	0,0266(18)	0,050(2)	-0,0064(16)	0,0070(17)	-0,0017(15)
C13	0,075(3)	0,043(2)	0,066(3)	-0,014(2)	0,026(2)	0,002(2)
C14	0,087(3)	0,035(2)	0,050(2)	-0,0099(18)	0,003(2)	0,003(2)
C15	0,056(2)	0,038(2)	0,057(2)	-0,0022(18)	-0,0082(19)	-0,0072(17)
C16	0,042(2)	0,0348(19)	0,049(2)	0,0031(16)	0,0044(16)	-0,0044(15)
C21	0,0411(19)	0,0330(18)	0,0339(19)	0,0058(14)	-0,0012(15)	-0,0117(15)
C22	0,044(2)	0,038(2)	0,055(2)	0,0133(17)	0,0036(17)	-0,0042(16)
C23	0,056(3)	0,048(2)	0,078(3)	0,021(2)	-0,010(2)	-0,0056(19)
C24	0,094(4)	0,065(3)	0,061(3)	0,028(2)	-0,015(3)	-0,017(3)
C25	0,104(4)	0,083(3)	0,038(2)	0,005(2)	0,011(2)	-0,015(3)
C26	0,077(3)	0,054(2)	0,042(2)	0,0046(19)	0,010(2)	-0,007(2)
C31	0,0314(17)	0,0289(17)	0,0375(18)	0,0027(14)	0,0067(14)	-0,0015(14)
C32	0,0397(19)	0,0347(18)	0,042(2)	0,0032(15)	0,0056(16)	0,0080(15)
C33	0,054(2)	0,041(2)	0,043(2)	-0,0087(16)	0,0092(18)	0,0035(16)
C34	0,052(2)	0,061(2)	0,038(2)	-0,0066(18)	-0,0027(17)	-0,0055(19)
C35	0,038(2)	0,069(3)	0,051(2)	0,002(2)	-0,0071(17)	0,0115(19)
C36	0,040(2)	0,046(2)	0,045(2)	-0,0046(17)	0,0045(16)	0,0087(16)
C41	0,0313(16)	0,0269(17)	0,0410(19)	0,0030(15)	0,0075(14)	0,0033(13)
C42	0,0432(19)	0,037(2)	0,046(2)	-0,0017(16)	0,0144(16)	-0,0039(15)
C43	0,059(2)	0,040(2)	0,057(2)	0,0060(18)	0,0231(19)	-0,0118(17)
C44	0,061(2)	0,0276(19)	0,074(3)	-0,0019(19)	0,023(2)	-0,0133(17)
C45	0,071(3)	0,035(2)	0,065(3)	-0,0131(18)	0,029(2)	-0,0079(18)
C46	0,057(2)	0,037(2)	0,043(2)	-0,0005(16)	0,0203(17)	-0,0045(16)
C51	0,0250(16)	0,0270(16)	0,0374(18)	0,0033(14)	0,0070(14)	-0,0017(12)
C52	0,0386(19)	0,0331(18)	0,0368(19)	0,0026(15)	0,0125(15)	-0,0048(15)
C53	0,0311(17)	0,0267(17)	0,056(2)	0,0014(15)	0,0152(16)	0,0062(13)
C54	0,0290(17)	0,0319(18)	0,053(2)	0,0068(16)	0,0013(16)	0,0014(14)
C55	0,0407(19)	0,0374(19)	0,036(2)	-0,0018(16)	0,0018(15)	-0,0017(15)
C56	0,0314(17)	0,0278(17)	0,042(2)	-0,0044(15)	0,0040(15)	0,0004(14)
C57	0,096(4)	0,052(3)	0,132(4)	0,035(3)	-0,043(3)	-0,002(3)
C58	0,116(4)	0,079(3)	0,118(4)	0,030(3)	-0,029(4)	0,011(3)
C61	0,0222(15)	0,0317(17)	0,0357(18)	0,0067(14)	0,0048(13)	0,0041(13)
C62	0,0340(18)	0,0303(18)	0,046(2)	0,0055(16)	0,0086(15)	0,0004(14)
C63	0,0317(18)	0,048(2)	0,049(2)	0,0136(17)	0,0166(16)	0,0060(16)
C64	0,0251(16)	0,040(2)	0,062(2)	0,0180(18)	0,0036(16)	-0,0016(15)
C65	0,0380(19)	0,037(2)	0,054(2)	-0,0005(17)	0,0002(17)	-0,0097(15)
C66	0,0333(18)	0,040(2)	0,0378(19)	0,0031(16)	0,0039(15)	-0,0034(15)
C67	0,051(2)	0,064(3)	0,078(3)	-0,037(2)	0,009(2)	0,001(2)



Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C68	0,068(3)	0,063(3)	0,095(3)	0,033(2)	0,031(2)	-0,003(2)
F52	0,0612(13)	0,0543(12)	0,0423(12)	-0,0018(9)	0,0175(10)	0,0131(10)
F53	0,0457(12)	0,0407(11)	0,0754(14)	0,0024(10)	0,0244(10)	0,0130(9)
F55	0,0613(13)	0,0672(14)	0,0443(12)	-0,0096(10)	-0,0099(10)	0,0107(10)
F56	0,0477(11)	0,0475(11)	0,0457(11)	-0,0110(9)	0,0080(9)	0,0134(9)
F62	0,0629(13)	0,0461(11)	0,0571(13)	-0,0092(10)	0,0302(10)	-0,0081(10)
F63	0,0635(14)	0,0668(14)	0,0737(15)	0,0090(11)	0,0430(12)	-0,0001(11)
F65	0,0742(15)	0,0522(13)	0,0813(16)	-0,0123(12)	0,0087(12)	-0,0292(11)
F66	0,0627(13)	0,0549(12)	0,0513(13)	-0,0147(10)	0,0172(11)	-0,0147(10)
O1	0,0395(14)	0,0448(15)	0,0751(18)	0,0087(13)	-0,0097(12)	0,0091(11)
O2	0,0334(13)	0,0567(16)	0,099(2)	0,0386(15)	0,0117(13)	-0,0059(11)
O1A	0,091(2)	0,0611(19)	0,105(3)	0,0028(17)	0,025(2)	-0,0004(17)
C1A	0,098(4)	0,085(3)	0,062(3)	0,010(3)	0,023(3)	0,011(3)
C2A	0,076(3)	0,059(3)	0,064(3)	-0,010(2)	0,021(2)	0,012(2)
C3A	0,090(4)	0,111(4)	0,151(5)	0,017(4)	0,020(4)	0,042(3)

Tabelle 15.22.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,2151	0,8606	0,0638	0,045
H1B	0,2945	0,8968	0,1106	0,045
H2A	0,4157	0,8506	0,2095	0,046
H2B	0,3307	0,8686	0,2881	0,046
H3A	0,3297	0,8015	0,2848	0,043
H3B	0,2349	0,8040	0,1678	0,043
H12	-0,0566	0,9304	0,3035	0,052
H13	-0,0019	0,9729	0,4411	0,071
H14	0,2189	0,9988	0,4832	0,071
H15	0,3832	0,9819	0,3854	0,064
H16	0,3258	0,9391	0,2453	0,051
H22	0,8908	0,9584	0,0991	0,056
H23	0,7930	0,9919	0,9449	0,077
H24	0,8472	0,9770	0,7824	0,094
H25	1,0050	0,9308	0,7726	0,091
H26	0,1059	0,8973	0,9265	0,070
H32	0,0218	0,8749	0,4295	0,047
H33	0,1124	0,9000	0,5982	0,055
H34	0,3082	0,8746	0,7078	0,062
H35	0,4132	0,8231	0,6488	0,066
H36	0,3277	0,7991	0,4790	0,053
H42	0,0089	0,7730	0,4561	0,049
H43	0,9532	0,7111	0,4713	0,061
H44	0,9753	0,6695	0,3365	0,064
H45	0,0586	0,6894	0,1890	0,066
H46	0,1137	0,7512	0,1723	0,053
H57A	0,5122	0,9624	0,8069	0,124
H57B	0,4561	0,9827	0,8990	0,124
H58A	0,2963	0,9618	0,6995	0,169
H58B	0,3346	1,0027	0,7381	0,169
H58C	0,2337	0,9792	0,7926	0,169
H67A	0,5654	0,8046	0,8595	0,078
H67B	0,5991	0,7769	0,9580	0,078
H68A	0,4438	0,6795	0,4909	0,110
H68B	0,3400	0,6894	0,3813	0,110
H68C	0,3690	0,7183	0,4766	0,110
H1A1	0,8743	0,8640	0,6325	0,122
H1A2	0,7176	0,8514	0,6003	0,122
H1A3	0,7693	0,8759	0,7041	0,122
H3A1	0,5840	0,9333	0,4698	0,178
H3A2	0,5483	0,9186	0,5777	0,178
H3A3	0,5509	0,8911	0,4818	0,178

## 15.9. *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2a.

Tabelle 15.23.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
PdA	0,35954(3)	0,83182(3)	0,65063(3)	0,01998(14)
ClA	0,33611(13)	0,90657(13)	0,78781(13)	0,0338(4)
P1A	0,39830(12)	0,75932(12)	0,52896(12)	0,0203(4)
P2A	0,24643(12)	0,73031(11)	0,65615(13)	0,0204(4)
C1A	0,3006(5)	0,7287(5)	0,4312(5)	0,0395(18)
C2A	0,2150(5)	0,6984(6)	0,4583(5)	0,047(2)
C3A	0,2278(5)	0,6533(5)	0,5555(5)	0,0383(18)
C11A	0,4581(5)	0,6605(5)	0,5762(6)	0,0354(17)
C12A	0,4913(6)	0,6503(6)	0,6731(6)	0,043(2)
C13A	0,5412(7)	0,5765(7)	0,7078(7)	0,065(3)
C14A	0,5551(7)	0,5117(6)	0,6456(9)	0,067(3)
C15A	0,5234(7)	0,5224(7)	0,5491(10)	0,074(3)
C16A	0,4723(7)	0,5960(6)	0,5136(7)	0,060(2)
C21A	0,4744(5)	0,8105(5)	0,4638(5)	0,0306(15)
C22A	0,5654(5)	0,7803(5)	0,4711(5)	0,0389(18)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C23A	0,6229(6)	0,8231(6)	0,4254(6)	0,047(2)
C24A	0,5932(6)	0,8924(6)	0,3682(6)	0,045(2)
C25A	0,5033(6)	0,9249(5)	0,3601(5)	0,045(2)
C26A	0,4446(5)	0,8822(5)	0,4075(5)	0,0359(17)
C31A	0,2615(5)	0,6642(5)	0,7650(5)	0,0331(16)
C32A	0,3250(6)	0,6886(5)	0,8475(5)	0,0386(19)
C33A	0,3381(6)	0,6407(6)	0,9343(6)	0,054(2)
C34A	0,2844(6)	0,5671(6)	0,9339(6)	0,056(2)
C35A	0,2200(5)	0,5436(5)	0,8527(6)	0,0431(18)
C36A	0,2072(6)	0,5908(5)	0,7671(6)	0,0441(19)
C41A	0,1350(9)	0,7815(8)	0,6360(10)	0,026(3)
C42A	0,0523(5)	0,7291(5)	0,6192(5)	0,0387(17)
C43A	0,9666(5)	0,7664(6)	0,6061(5)	0,046(2)
C44A	0,9585(6)	0,8532(6)	0,6111(5)	0,046(2)
C45A	0,0367(6)	0,9048(6)	0,6304(6)	0,051(2)
C46A	0,1227(5)	0,8666(5)	0,6436(6)	0,0409(18)
C51A	0,4464(5)	0,9271(5)	0,6310(5)	0,0320(15)
C52A	0,5396(5)	0,9272(5)	0,6533(5)	0,0391(17)
C53A	0,5932(5)	0,9920(5)	0,6306(5)	0,0382(18)
C54A	0,5524(6)	0,0651(5)	0,5854(6)	0,047(2)
C55A	0,4556(5)	0,0702(5)	0,5666(5)	0,0353(16)
C56A	0,4066(4)	0,0022(4)	0,5877(4)	0,0253(14)
C57A	0,5978(6)	0,1414(6)	0,4561(6)	0,049(2)
C58A	0,6390(6)	0,2209(6)	0,4410(7)	0,058(2)
C59A	0,5852(7)	0,2971(6)	0,4623(8)	0,067(3)
F52A	0,5853(4)	0,8558(4)	0,6963(4)	0,0541(14)
F53A	0,6850(3)	0,9873(3)	0,6525(4)	0,0599(14)
F55A	0,4142(4)	0,1413(3)	0,5232(3)	0,0523(12)
F56A	0,3143(3)	0,0086(3)	0,5614(3)	0,0436(11)
OA	0,6045(5)	0,1308(4)	0,5612(4)	0,0613(19)
PdB	0,02424(3)	0,33231(3)	0,56590(3)	0,01927(14)
ClB	0,04731(14)	0,40618(13)	0,71522(12)	0,0342(4)
P1B	0,98436(12)	0,25948(11)	0,42509(12)	0,0200(4)
P2B	0,13612(12)	0,22970(11)	0,62824(12)	0,0202(4)
C1B	0,0807(5)	0,2288(5)	0,3737(5)	0,0388(18)
C2B	0,1675(5)	0,1982(6)	0,4464(5)	0,0430(19)
C3B	0,1533(5)	0,1522(5)	0,5373(5)	0,0371(18)
C11B	0,9072(5)	0,3100(5)	0,3237(5)	0,0323(16)
C12B	0,9375(5)	0,3847(5)	0,2813(5)	0,0369(17)
C13B	0,8798(6)	0,4236(6)	0,2048(6)	0,051(2)
C14B	0,7897(6)	0,3929(6)	0,1673(6)	0,048(2)
C15B	0,7587(5)	0,3225(6)	0,2088(6)	0,049(2)
C16B	0,8178(5)	0,2802(6)	0,2861(6)	0,0439(19)
C21B	0,9246(5)	0,1609(4)	0,4429(5)	0,0325(16)
C22B	0,9077(7)	0,0955(6)	0,3758(7)	0,058(2)
C23B	0,8595(7)	0,0241(6)	0,3865(8)	0,068(3)
C24B	0,8260(6)	0,0153(6)	0,4646(8)	0,059(3)
C25B	0,8417(6)	0,0783(7)	0,5369(7)	0,058(3)
C26B	0,8888(6)	0,1514(6)	0,5252(6)	0,042(2)
C31B	0,2450(9)	0,2792(9)	0,6629(11)	0,028(4)
C32B	0,2593(6)	0,3651(5)	0,6769(6)	0,0447(19)
C33B	0,3481(6)	0,4020(6)	0,7068(6)	0,050(2)
C34B	0,4254(6)	0,3501(6)	0,7273(6)	0,050(2)
C35B	0,4155(5)	0,2639(6)	0,7171(6)	0,047(2)
C36B	0,3302(5)	0,2273(6)	0,6859(6)	0,047(2)
C41B	0,1196(5)	0,1646(5)	0,7309(5)	0,0343(16)
C42B	0,1730(6)	0,0908(5)	0,7604(6)	0,0433(19)
C43B	0,1620(6)	0,0451(5)	0,8422(6)	0,048(2)
C44B	0,0952(7)	0,0679(6)	0,8881(6)	0,060(2)
C45B	0,0411(6)	0,1401(6)	0,8579(6)	0,051(2)
C46B	0,0547(6)	0,1878(6)	0,7804(6)	0,045(2)
C51B	0,9406(5)	0,4313(4)	0,5036(5)	0,0328(16)
C52B	0,9783(4)	0,5043(4)	0,4811(4)	0,0259(14)
C53B	0,9305(6)	0,5728(5)	0,4368(6)	0,0409(18)
C54B	0,8368(6)	0,5726(5)	0,4165(6)	0,050(2)
C55B	0,7923(5)	0,4994(5)	0,4360(5)	0,0381(17)
C56B	0,8465(5)	0,4316(5)	0,4837(5)	0,0330(16)
C57B	0,7816(9)	0,6448(9)	0,2571(7)	0,082(4)
C58B	0,7371(8)	0,7215(7)	0,2209(7)	0,078(3)
C59B	0,7859(8)	0,8007(8)	0,2594(8)	0,078(3)
F52B	0,0711(3)	0,5072(3)	0,4978(3)	0,0457(11)
F55B	0,6997(3)	0,4965(3)	0,4150(4)	0,0624(14)
F53B	0,9726(4)	0,6435(3)	0,4134(4)	0,0573(13)
F56B	0,7988(3)	0,3616(3)	0,5060(4)	0,0513(13)
OB	0,7843(5)	0,6412(4)	0,3686(5)	0,068(2)
PdC	0,0218(6)	0,6689(3)	0,5665(6)	0,0137(11)
ClC	0,0471(10)	0,4091(9)	0,2164(10)	0,018(3)
P1C	0,9849(10)	0,7403(9)	0,4226(10)	0,010(3)
P2C	0,129(2)	0,7629(19)	0,629(2)	0,009(6)
PdD	0,3571(6)	0,1673(3)	0,6470(6)	0,0116(11)
ClD	0,3333(10)	0,9060(9)	0,2840(11)	0,021(3)
P1D	0,3984(9)	0,2382(8)	0,5251(9)	0,005(2)
P2D	0,258(2)	0,268(2)	0,662(2)	0,005(6)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 15.24.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
PdA	0,0204(3)	0,0198(3)	0,0208(3)	-0,0031(2)	0,0069(2)	-0,0022(2)
ClA	0,0393(11)	0,0354(11)	0,0304(9)	-0,0100(8)	0,0159(8)	-0,0064(9)
P1A	0,0219(9)	0,0219(10)	0,0181(8)	-0,0006(7)	0,0067(7)	0,0004(7)
P2A	0,0200(9)	0,0222(9)	0,0204(8)	-0,0040(7)	0,0073(7)	-0,0045(7)
ClA	0,046(5)	0,044(5)	0,025(3)	0,001(3)	0,001(3)	0,007(4)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C2A	0,032(4)	0,078(6)	0,032(4)	-0,019(4)	0,009(3)	-0,010(4)
C3A	0,038(4)	0,039(5)	0,043(4)	-0,010(3)	0,018(3)	-0,008(3)
C11A	0,033(4)	0,032(4)	0,045(4)	0,005(3)	0,018(3)	-0,001(3)
C12A	0,040(5)	0,041(5)	0,050(5)	0,004(4)	0,011(4)	-0,004(4)
C13A	0,056(6)	0,072(8)	0,062(6)	0,031(6)	0,005(5)	0,010(5)
C14A	0,058(6)	0,046(6)	0,113(9)	0,027(6)	0,049(7)	0,021(5)
C15A	0,059(6)	0,051(6)	0,126(10)	0,000(6)	0,050(7)	0,006(5)
C16A	0,074(7)	0,041(5)	0,076(6)	-0,009(5)	0,041(5)	-0,001(5)
C21A	0,029(4)	0,035(4)	0,028(3)	-0,003(3)	0,007(3)	0,002(3)
C22A	0,047(5)	0,032(4)	0,036(4)	0,008(3)	0,006(3)	-0,003(4)
C23A	0,033(4)	0,066(6)	0,041(5)	0,006(4)	0,009(4)	-0,002(4)
C24A	0,044(5)	0,051(6)	0,043(4)	0,005(4)	0,017(4)	-0,011(4)
C25A	0,059(5)	0,044(5)	0,030(4)	0,003(3)	0,008(4)	-0,007(4)
C26A	0,035(4)	0,037(4)	0,035(4)	0,004(3)	0,008(3)	0,004(3)
C31A	0,035(4)	0,031(4)	0,033(4)	0,002(3)	0,008(3)	0,011(3)
C32A	0,043(5)	0,043(5)	0,029(4)	0,001(3)	0,006(3)	-0,012(4)
C33A	0,059(6)	0,068(6)	0,033(4)	0,014(4)	0,004(4)	-0,013(5)
C34A	0,074(6)	0,041(5)	0,053(5)	0,013(4)	0,018(5)	-0,006(5)
C35A	0,046(5)	0,035(5)	0,046(4)	0,012(4)	0,007(4)	-0,008(4)
C36A	0,044(5)	0,030(4)	0,056(5)	-0,003(4)	0,006(4)	-0,004(4)
C41A	0,031(5)	0,019(7)	0,025(5)	-0,001(4)	0,003(3)	-0,015(5)
C42A	0,034(4)	0,038(5)	0,041(4)	0,000(3)	0,002(3)	-0,004(3)
C43A	0,027(4)	0,071(7)	0,041(4)	-0,005(4)	0,006(3)	-0,009(4)
C44A	0,040(5)	0,061(6)	0,035(4)	0,006(4)	0,003(3)	0,010(4)
C45A	0,058(6)	0,039(5)	0,060(5)	0,009(4)	0,017(4)	0,009(4)
C46A	0,041(5)	0,034(4)	0,048(4)	0,000(3)	0,012(4)	-0,007(4)
C51A	0,035(4)	0,028(4)	0,035(4)	0,002(3)	0,013(3)	0,002(3)
C52A	0,042(4)	0,022(4)	0,048(4)	0,001(3)	0,001(3)	-0,002(3)
C53A	0,032(4)	0,037(4)	0,041(4)	0,005(3)	-0,001(3)	-0,012(3)
C54A	0,053(5)	0,030(4)	0,050(5)	0,003(3)	-0,003(4)	-0,017(4)
C55A	0,045(4)	0,023(4)	0,034(4)	-0,006(3)	0,002(3)	0,004(3)
C56A	0,030(4)	0,015(3)	0,031(3)	-0,001(3)	0,008(3)	-0,001(3)
C57A	0,046(5)	0,060(6)	0,043(5)	-0,006(4)	0,012(4)	-0,016(4)
C58A	0,049(5)	0,068(7)	0,062(6)	0,018(5)	0,021(4)	0,005(5)
C59A	0,053(6)	0,053(6)	0,090(7)	0,015(5)	0,007(5)	0,002(5)
F52A	0,047(3)	0,051(3)	0,060(3)	0,022(3)	0,002(2)	-0,004(3)
F53A	0,028(2)	0,066(4)	0,079(3)	0,026(3)	0,001(2)	-0,017(2)
F55A	0,073(3)	0,028(3)	0,058(3)	0,009(2)	0,021(2)	0,003(2)
F56A	0,029(2)	0,046(3)	0,058(3)	0,011(2)	0,016(2)	0,0125(19)
OA	0,068(4)	0,053(4)	0,058(4)	0,007(3)	0,003(3)	-0,032(4)
PdB	0,0200(3)	0,0184(3)	0,0187(3)	-0,0028(2)	0,0029(2)	0,0011(2)
C1B	0,0409(11)	0,0358(11)	0,0235(8)	-0,0092(8)	0,0030(7)	0,0069(9)
P1B	0,0218(9)	0,0197(9)	0,0184(8)	-0,0010(7)	0,0047(7)	-0,0027(7)
P2B	0,0197(9)	0,0207(9)	0,0197(8)	-0,0027(7)	0,0034(7)	0,0031(7)
C1B	0,044(5)	0,040(5)	0,037(4)	-0,002(3)	0,018(3)	-0,004(4)
C2B	0,030(4)	0,058(5)	0,039(4)	-0,015(4)	0,005(3)	0,008(4)
C3B	0,033(4)	0,046(5)	0,029(4)	-0,004(3)	0,002(3)	0,013(3)
C11B	0,041(4)	0,037(4)	0,021(3)	0,000(3)	0,013(3)	0,001(3)
C12B	0,039(4)	0,040(5)	0,033(4)	0,000(3)	0,011(3)	-0,004(3)
C13B	0,060(6)	0,047(5)	0,051(5)	0,008(4)	0,023(4)	0,007(4)
C14B	0,047(5)	0,059(6)	0,035(4)	0,016(4)	0,006(4)	0,007(4)
C15B	0,025(4)	0,087(7)	0,035(4)	0,009(4)	0,004(3)	0,005(4)
C16B	0,028(4)	0,056(6)	0,045(4)	0,009(4)	0,003(3)	0,001(4)
C21B	0,032(4)	0,032(4)	0,029(4)	0,001(3)	0,000(3)	0,002(3)
C22B	0,070(6)	0,033(5)	0,065(5)	-0,010(4)	0,005(5)	0,003(4)
C23B	0,065(7)	0,049(6)	0,079(7)	-0,014(5)	0,000(5)	-0,020(5)
C24B	0,037(5)	0,044(6)	0,086(7)	0,025(5)	-0,008(5)	-0,014(4)
C25B	0,049(6)	0,061(7)	0,065(6)	0,033(5)	0,016(5)	-0,005(5)
C26B	0,032(5)	0,049(6)	0,041(4)	-0,001(4)	0,001(4)	-0,009(4)
C31B	0,024(6)	0,027(7)	0,037(5)	0,012(4)	0,013(4)	0,015(4)
C32B	0,047(5)	0,038(5)	0,048(5)	0,005(4)	0,009(4)	0,012(4)
C33B	0,046(5)	0,043(5)	0,057(5)	-0,004(4)	0,001(4)	-0,010(4)
C34B	0,042(5)	0,066(7)	0,045(5)	-0,003(4)	0,018(4)	-0,018(4)
C35B	0,031(4)	0,052(6)	0,055(5)	-0,002(4)	0,004(4)	0,004(4)
C36B	0,037(5)	0,057(6)	0,044(4)	0,013(4)	0,008(4)	0,002(4)
C41B	0,033(4)	0,033(4)	0,033(4)	-0,004(3)	0,001(3)	-0,005(3)
C42B	0,051(5)	0,027(4)	0,055(5)	0,010(3)	0,018(4)	-0,003(4)
C43B	0,052(5)	0,035(5)	0,058(5)	0,010(4)	0,015(4)	0,006(4)
C44B	0,093(7)	0,044(5)	0,048(5)	0,005(4)	0,029(5)	-0,005(5)
C45B	0,056(5)	0,058(6)	0,049(5)	0,002(4)	0,029(4)	0,005(5)
C46B	0,044(5)	0,051(6)	0,044(4)	0,008(4)	0,018(4)	0,009(4)
C51B	0,043(4)	0,022(4)	0,031(3)	0,002(3)	0,006(3)	0,015(3)
C52B	0,024(3)	0,029(4)	0,024(3)	0,001(3)	0,004(3)	-0,005(3)
C53B	0,053(5)	0,020(4)	0,049(4)	-0,008(3)	0,012(4)	-0,014(3)
C54B	0,049(5)	0,030(5)	0,070(6)	0,010(4)	0,010(4)	0,008(4)
C55B	0,029(4)	0,043(5)	0,041(4)	0,003(3)	0,005(3)	0,000(3)
C56B	0,035(4)	0,032(4)	0,033(4)	0,002(3)	0,010(3)	-0,001(3)
C57B	0,083(8)	0,100(10)	0,054(6)	-0,010(6)	-0,004(6)	0,023(7)
C58B	0,083(8)	0,086(9)	0,052(6)	0,019(6)	-0,015(5)	-0,010(7)
C59B	0,073(7)	0,086(9)	0,089(8)	0,026(7)	0,045(6)	0,005(6)
F52B	0,029(2)	0,043(3)	0,062(3)	-0,002(2)	0,004(2)	-0,0048(19)
F55B	0,028(2)	0,071(4)	0,086(4)	0,004(3)	0,007(2)	0,006(2)
F53B	0,080(4)	0,032(3)	0,059(3)	0,003(2)	0,015(3)	-0,015(3)
F56B	0,036(3)	0,041(3)	0,078(3)	0,019(3)	0,016(2)	-0,003(2)
OB	0,075(5)	0,045(4)	0,082(5)	0,020(3)	0,015(4)	0,015(4)
PdC	0,013(2)	0,017(3)	0,009(2)	0,0012(18)	-0,0004(16)	-0,004(2)
PdD	0,012(2)	0,010(2)	0,011(2)	-0,0016(17)	-0,0007(16)	-0,0031(19)

Tabelle 15.25.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,2844	0,7775	0,3883	0,047
H1A2	0,3207	0,6837	0,3938	0,047
H2A1	0,1831	0,6598	0,4079	0,056

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H2A2	0,1754	0,7474	0,4586	0,056
H3A1	0,2801	0,6151	0,5645	0,046
H3A2	0,1740	0,6192	0,5559	0,046
H12A	0,4810	0,6919	0,7164	0,052
H13A	0,5658	0,5707	0,7744	0,078
H14A	0,5856	0,4618	0,6702	0,081
H15A	0,5351	0,4813	0,5060	0,089
H16A	0,4477	0,6016	0,4470	0,072
H22A	0,5858	0,7314	0,5070	0,047
H23A	0,6830	0,8045	0,4335	0,056
H24A	0,6320	0,9186	0,3343	0,054
H25A	0,4838	0,9739	0,3238	0,054
H26A	0,3851	0,9020	0,4013	0,043
H32A	0,3599	0,7375	0,8461	0,046
H33A	0,3809	0,6573	0,9901	0,065
H34A	0,2929	0,5338	0,9899	0,067
H35A	0,1843	0,4953	0,8546	0,052
H36A	0,1634	0,5743	0,7120	0,053
H42A	0,0573	0,6699	0,6172	0,046
H43A	0,9145	0,7323	0,5938	0,056
H44A	0,9008	0,8780	0,6017	0,055
H45A	0,0314	0,9638	0,6344	0,062
H46A	0,1742	0,9016	0,6583	0,049
H57C	0,6291	0,0948	0,4322	0,059
H57D	0,5340	0,1409	0,4208	0,059
H58C	0,6442	0,2239	0,3739	0,070
H58D	0,7004	0,2232	0,4825	0,070
H59D	0,5295	0,3021	0,4126	0,100
H59E	0,6211	0,3480	0,4635	0,100
H59F	0,5707	0,2896	0,5244	0,100
H1B1	0,0604	0,1836	0,3267	0,047
H1B2	0,0969	0,2775	0,3386	0,047
H2B1	0,2003	0,1600	0,4125	0,052
H2B2	0,2065	0,2474	0,4672	0,052
H3B1	0,2065	0,1172	0,5646	0,044
H3B2	0,1003	0,1150	0,5198	0,044
H12B	0,9960	0,4064	0,3060	0,044
H13B	0,8999	0,4713	0,1765	0,061
H14B	0,7515	0,4202	0,1146	0,057
H15B	0,6989	0,3032	0,1856	0,059
H16B	0,7975	0,2318	0,3129	0,053
H22B	0,9305	0,1005	0,3203	0,069
H23B	0,8502	-0,0184	0,3392	0,081
H24B	0,7918	-0,0330	0,4714	0,071
H25B	0,8203	0,0708	0,5930	0,069
H26B	0,8968	0,1944	0,5718	0,050
H32B	0,2086	0,4011	0,6663	0,054
H33B	0,3545	0,4610	0,7127	0,060
H34B	0,4834	0,3741	0,7477	0,060
H35B	0,4671	0,2291	0,7315	0,056
H36B	0,3258	0,1682	0,6791	0,056
H42B	0,2152	0,0726	0,7259	0,052
H43B	0,2003	-0,0009	0,8652	0,058
H44B	0,0856	0,0352	0,9397	0,071
H45B	-0,0037	0,1560	0,8900	0,062
H46B	0,0193	0,2363	0,7613	0,054
H57A	0,8433	0,6438	0,2471	0,099
H57B	0,7483	0,5961	0,2239	0,099
H58A	0,6772	0,7222	0,2356	0,094
H58B	0,7277	0,7216	0,1506	0,094
H59A	0,7810	0,8095	0,3252	0,118
H59B	0,7591	0,8483	0,2200	0,118
H59C	0,8494	0,7958	0,2581	0,118

## 15.10. *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.26.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,59148(2)	0,646758(6)	0,805526(16)	0,03511(8)
P2	0,41435(7)	0,68101(2)	0,70406(6)	0,03889(18)
P1	0,43452(8)	0,60479(2)	0,84698(6)	0,04242(19)
C1	0,2660(3)	0,62377(9)	0,8604(3)	0,0546(8)
C2	0,1875(3)	0,64525(9)	0,7658(3)	0,0561(8)
C3	0,2533(3)	0,68278(8)	0,7541(3)	0,0493(8)
C11	0,4930(4)	0,57960(9)	0,9692(3)	0,0548(8)
C12	0,4659(5)	0,59273(13)	0,0623(3)	0,0851(13)
C13	0,5216(7)	0,5751(2)	0,1550(4)	0,118(2)
C14	0,6041(7)	0,5453(2)	0,1571(4)	0,122(2)
C15	0,6300(5)	0,53161(12)	0,0667(4)	0,0972(15)
C16	0,5753(4)	0,54894(10)	0,9714(3)	0,0706(10)
C21	0,3907(3)	0,56929(8)	0,7473(2)	0,0461(7)
C22	0,2636(4)	0,55123(10)	0,7271(3)	0,0641(9)
C23	0,2346(4)	0,52507(11)	0,6492(4)	0,0798(12)
C24	0,3313(5)	0,51643(11)	0,5924(3)	0,0804(12)
C25	0,4581(5)	0,53434(11)	0,6110(3)	0,0787(11)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C26	0,4865(4)	0,56075(9)	0,6882(3)	0,0630(9)
C31	0,4572(3)	0,72908(8)	0,6938(2)	0,0404(7)
C32	0,4483(3)	0,75321(9)	0,7743(3)	0,0537(8)
C33	0,4914(4)	0,78924(9)	0,7708(3)	0,0648(9)
C34	0,5444(4)	0,80128(9)	0,6878(3)	0,0632(9)
C35	0,5544(3)	0,77803(9)	0,6081(3)	0,0579(9)
C36	0,5104(3)	0,74177(9)	0,6108(2)	0,0489(7)
C41	0,3545(3)	0,66528(8)	0,5700(2)	0,0421(7)
C42	0,2381(3)	0,68119(10)	0,5037(3)	0,0577(9)
C43	0,1895(4)	0,66787(12)	0,4047(3)	0,0701(10)
C44	0,2545(4)	0,63829(11)	0,3696(3)	0,0686(10)
C45	0,3702(4)	0,62289(10)	0,4338(3)	0,0650(10)
C46	0,4213(3)	0,63644(9)	0,5329(3)	0,0521(8)
C51	0,7582(3)	0,62026(7)	0,9016(2)	0,0385(6)
C52	0,7882(3)	0,62622(8)	0,0078(2)	0,0457(7)
C53	0,8945(4)	0,60899(9)	0,0779(2)	0,0549(8)
C54	0,9810(4)	0,58454(9)	0,0440(3)	0,0596(9)
C55	0,9558(3)	0,57791(8)	0,9382(3)	0,0522(8)
C56	0,8481(3)	0,59558(8)	0,8706(2)	0,0462(7)
C57	0,0786(11)	0,53170(18)	0,1321(7)	0,256(6)
C58	0,1979(9)	0,51763(19)	0,2159(6)	0,157(3)
C59	0,1624(19)	0,5286(3)	0,2947(8)	0,311(9)
C61	0,7356(3)	0,68294(8)	0,7687(2)	0,0368(6)
C62	0,7774(3)	0,71418(8)	0,8255(2)	0,0415(7)
C63	0,8688(3)	0,73931(8)	0,7994(2)	0,0443(7)
C64	0,9265(3)	0,73426(8)	0,7132(2)	0,0439(7)
C65	0,8861(3)	0,70335(8)	0,6548(2)	0,0418(7)
C66	0,7937(3)	0,67857(8)	0,6826(2)	0,0384(6)
C67	0,9756(4)	0,71105(11)	0,1314(3)	0,0784(12)
C68	0,1004(5)	0,80884(11)	0,6049(4)	0,0875(13)
C69	0,1571(5)	0,79134(16)	0,5264(4)	0,1121(17)
F52	0,7080(2)	0,65020(5)	0,04900(14)	0,0601(5)
F53	0,9160(2)	0,61684(6)	0,18088(15)	0,0818(6)
F55	0,0379(2)	0,55379(5)	0,89965(18)	0,0746(6)
F56	0,8318(2)	0,58726(5)	0,76703(14)	0,0625(5)
F62	0,7247(2)	0,72154(5)	0,91157(13)	0,0585(5)
F63	0,9051(2)	0,76945(5)	0,86022(15)	0,0673(5)
F65	0,93939(18)	0,69690(5)	0,56928(14)	0,0605(5)
F66	0,75954(19)	0,64892(5)	0,62002(14)	0,0552(5)
O1	0,0922(3)	0,56926(8)	0,1134(2)	0,0897(9)
O2	0,0273(2)	0,75731(6)	0,69032(18)	0,0583(6)
OA	0,6930(5)	0,57532(11)	0,4519(4)	0,1332(14)
C1A	0,9350(7)	0,5873(2)	0,5064(6)	0,176(3)
C2A	0,7906(6)	0,59436(15)	0,4484(4)	0,0964(15)
C3A	0,7661(7)	0,62875(17)	0,3855(4)	0,125(2)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$
Tabelle 15.27.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von  $cis\text{-}[\text{Pd}(\text{C}_6\text{F}_4\text{OnPr})_2(\text{dppp})] \cdot 1 \text{ Aceton}$ 

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,03696(13)	0,03163(13)	0,03892(13)	0,00153(9)	0,01299(9)	-0,00040(9)
P2	0,0363(4)	0,0356(4)	0,0471(4)	0,0025(3)	0,0140(3)	0,0017(3)
P1	0,0455(4)	0,0358(4)	0,0486(4)	0,0025(3)	0,0161(4)	-0,0051(3)
C1	0,055(2)	0,0450(19)	0,072(2)	0,0007(16)	0,0325(17)	-0,0068(15)
C2	0,0386(17)	0,053(2)	0,082(2)	0,0030(17)	0,0249(16)	0,0001(15)
C3	0,0436(17)	0,0457(18)	0,064(2)	0,0032(15)	0,0237(15)	0,0046(14)
C11	0,060(2)	0,052(2)	0,0527(19)	0,0074(15)	0,0115(16)	-0,0228(17)
C12	0,098(3)	0,103(3)	0,057(2)	0,006(2)	0,021(2)	-0,009(3)
C13	0,138(5)	0,161(6)	0,055(3)	0,017(3)	0,018(3)	-0,024(4)
C14	0,140(5)	0,137(5)	0,073(4)	0,052(4)	-0,011(3)	-0,047(4)
C15	0,109(4)	0,065(3)	0,101(4)	0,036(3)	-0,014(3)	-0,018(3)
C16	0,088(3)	0,047(2)	0,070(2)	0,0174(18)	0,003(2)	-0,011(2)
C21	0,0512(19)	0,0335(16)	0,0527(18)	0,0042(13)	0,0093(15)	0,0011(14)
C22	0,060(2)	0,053(2)	0,079(2)	-0,0081(18)	0,0157(19)	-0,0106(18)
C23	0,069(3)	0,059(3)	0,104(3)	-0,015(2)	0,001(2)	-0,017(2)
C24	0,105(3)	0,054(2)	0,073(3)	-0,017(2)	0,000(2)	0,002(2)
C25	0,094(3)	0,065(3)	0,081(3)	-0,020(2)	0,027(2)	0,002(2)
C26	0,072(2)	0,046(2)	0,072(2)	-0,0112(17)	0,0191(19)	-0,0014(18)
C31	0,0324(14)	0,0386(16)	0,0508(17)	0,0061(13)	0,0101(13)	0,0048(12)
C32	0,066(2)	0,0449(19)	0,0566(19)	-0,0016(15)	0,0268(17)	-0,0036(16)
C33	0,080(2)	0,046(2)	0,075(2)	-0,0106(17)	0,033(2)	-0,0052(18)
C34	0,072(2)	0,0384(19)	0,084(3)	0,0054(17)	0,028(2)	-0,0082(17)
C35	0,062(2)	0,050(2)	0,067(2)	0,0072(17)	0,0247(18)	-0,0084(17)
C36	0,0485(18)	0,0478(19)	0,0528(18)	0,0005(15)	0,0162(15)	-0,0003(15)
C41	0,0378(16)	0,0417(17)	0,0466(17)	0,0039(13)	0,0085(13)	-0,0007(13)
C42	0,0503(19)	0,061(2)	0,061(2)	0,0048(17)	0,0102(16)	0,0134(17)
C43	0,056(2)	0,090(3)	0,056(2)	0,008(2)	-0,0051(17)	0,012(2)
C44	0,070(2)	0,080(3)	0,050(2)	-0,0046(18)	-0,0016(18)	-0,001(2)
C45	0,074(2)	0,058(2)	0,061(2)	-0,0086(17)	0,0080(19)	0,0090(19)
C46	0,0496(19)	0,052(2)	0,0523(19)	-0,0016(15)	0,0051(15)	0,0070(15)
C51	0,0401(16)	0,0317(15)	0,0459(17)	0,0042(12)	0,0144(13)	-0,0030(12)
C52	0,0484(18)	0,0365(17)	0,0537(19)	-0,0002(14)	0,0140(15)	-0,0033(14)
C53	0,062(2)	0,051(2)	0,0484(19)	0,0062(15)	0,0036(16)	-0,0033(17)
C54	0,052(2)	0,048(2)	0,075(2)	0,0218(17)	0,0039(18)	-0,0008(16)
C55	0,0463(19)	0,0381(18)	0,077(2)	0,0144(16)	0,0237(17)	0,0035(15)
C56	0,0510(18)	0,0374(17)	0,0549(19)	0,0055(14)	0,0220(15)	-0,0013(14)
C57	0,322(11)	0,093(5)	0,252(9)	0,092(6)	-0,160(9)	-0,014(6)
C58	0,194(7)	0,105(5)	0,131(6)	0,050(5)	-0,055(5)	-0,006(5)
C59	0,53(2)	0,225(12)	0,125(7)	0,023(8)	-0,055(11)	0,112(13)
C61	0,0327(15)	0,0391(16)	0,0380(15)	0,0072(12)	0,0062(12)	0,0026(12)
C62	0,0389(16)	0,0492(18)	0,0363(15)	0,0031(13)	0,0076(12)	-0,0020(14)
C63	0,0435(17)	0,0414(17)	0,0439(17)	-0,0001(13)	0,0002(13)	-0,0068(14)
C64	0,0318(15)	0,0449(18)	0,0529(18)	0,0158(14)	0,0048(13)	0,0001(13)
C65	0,0352(15)	0,0508(19)	0,0415(15)	0,0096(14)	0,0130(13)	0,0058(14)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C66	0,0350(15)	0,0393(16)	0,0413(16)	0,0020(13)	0,0093(12)	0,0009(13)
C67	0,062(2)	0,075(3)	0,102(3)	-0,044(2)	0,026(2)	-0,001(2)
C68	0,105(3)	0,067(3)	0,102(3)	0,025(2)	0,047(3)	0,001(2)
C69	0,108(4)	0,141(5)	0,097(4)	-0,007(3)	0,044(3)	-0,024(3)
F52	0,0765(13)	0,0529(12)	0,0521(11)	-0,0090(8)	0,0163(10)	0,0076(9)
F53	0,1025(17)	0,0825(16)	0,0493(12)	0,0024(10)	-0,0085(11)	-0,0016(13)
F55	0,0656(13)	0,0549(13)	0,1127(17)	0,0189(11)	0,0404(12)	0,0226(10)
F56	0,0790(13)	0,0590(12)	0,0571(11)	0,0006(9)	0,0312(10)	0,0142(10)
F62	0,0760(12)	0,0592(12)	0,0451(10)	-0,0082(8)	0,0239(9)	-0,0128(10)
F63	0,0815(13)	0,0571(12)	0,0607(12)	-0,0098(9)	0,0094(10)	-0,0256(10)
F65	0,0580(11)	0,0725(13)	0,0602(11)	0,0048(9)	0,0333(9)	-0,0014(9)
F66	0,0641(11)	0,0535(11)	0,0547(10)	-0,0123(8)	0,0273(9)	-0,0067(9)
O1	0,0695(17)	0,0728(19)	0,112(2)	0,0341(17)	-0,0125(16)	0,0089(14)
O2	0,0354(11)	0,0567(14)	0,0808(16)	0,0266(12)	0,0079(10)	-0,0069(10)
OA	0,133(3)	0,082(3)	0,178(4)	-0,017(2)	0,019(3)	-0,011(2)
C1A	0,122(5)	0,196(8)	0,198(7)	-0,031(6)	0,004(5)	0,082(5)
C2A	0,109(4)	0,083(4)	0,101(4)	-0,036(3)	0,029(3)	-0,005(3)
C3A	0,178(6)	0,124(5)	0,080(3)	-0,007(3)	0,040(4)	-0,014(4)

Tabelle 15.28.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,2064	0,6039	0,8737	0,066
H1B	0,2819	0,6397	0,9209	0,066
H2A	0,0910	0,6487	0,7722	0,067
H2B	0,1860	0,6310	0,7031	0,067
H3A	0,2737	0,6948	0,8217	0,059
H3B	0,1850	0,6977	0,7073	0,059
H12	0,4102	0,6134	0,0621	0,102
H13	0,5022	0,5839	0,2170	0,142
H14	0,6432	0,5342	0,2205	0,146
H15	0,6843	0,5106	0,0681	0,117
H16	0,5946	0,5398	0,9098	0,085
H22	0,1970	0,5567	0,7660	0,077
H23	0,1480	0,5133	0,6356	0,096
H24	0,3118	0,4985	0,5411	0,096
H25	0,5245	0,5287	0,5719	0,094
H26	0,5721	0,5730	0,7002	0,076
H32	0,4131	0,7451	0,8309	0,064
H33	0,4844	0,8052	0,8246	0,078
H34	0,5737	0,8254	0,6858	0,076
H35	0,5905	0,7863	0,5521	0,069
H36	0,5171	0,7260	0,5562	0,059
H42	0,1933	0,7010	0,5270	0,069
H43	0,1126	0,6788	0,3610	0,084
H44	0,2203	0,6289	0,3030	0,082
H45	0,4146	0,6031	0,4100	0,078
H46	0,5010	0,6261	0,5749	0,063
H67A	0,9099	0,7180	0,0678	0,094
H67B	0,9274	0,6953	0,1718	0,094
H68A	0,0715	0,8334	0,5818	0,105
H68B	0,1734	0,8109	0,6679	0,105
H69A	0,1798	0,7665	0,5464	0,168
H69B	0,2405	0,8039	0,5184	0,168
H69C	0,0893	0,7918	0,4614	0,168
H1A1	0,9680	0,6078	0,5506	0,265
H1A2	0,9949	0,5837	0,4578	0,265
H1A3	0,9363	0,5658	0,5485	0,265
H3A1	0,6687	0,6354	0,3741	0,188
H3A2	0,7913	0,6249	0,3193	0,188
H3A3	0,8225	0,6481	0,4225	0,188

## 15.11. *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome mit Ausnahme des Palladiumatoms (4c) entsprechen 8d.

Tabelle 15.29.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,0000	0,754831(9)	0,7500	0,01149(8)
P	0,08352(4)	0,67345(3)	0,87595(5)	0,01505(12)
F52	0,95751(9)	0,85056(7)	0,01609(12)	0,0301(3)
F53	0,05623(10)	0,96210(7)	0,11826(12)	0,0368(3)
F54	0,22745(12)	0,01091(7)	0,00383(13)	0,0406(4)
F55	0,29932(10)	0,94574(7)	0,78374(13)	0,0351(3)
F56	0,20563(9)	0,83186(6)	0,68491(11)	0,0267(3)
C1	0,05924(19)	0,57859(11)	0,8476(2)	0,0251(5)
C2	0,0387(4)	0,5573(3)	0,7005(5)	0,0262(10)
C3	0,05113(17)	0,68479(13)	0,0485(2)	0,0241(5)
C4	0,93870(19)	0,68108(16)	0,0735(2)	0,0338(6)
C5	0,22017(15)	0,67956(12)	0,8759(2)	0,0205(4)
C6	0,26922(18)	0,66116(14)	0,7452(2)	0,0305(5)
C51	0,07691(14)	0,83596(10)	0,84566(18)	0,0153(4)
C52	0,04326(16)	0,87184(10)	0,95533(19)	0,0199(4)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C53	0,09186(16)	0,92985(10)	0,00995(19)	0,0233(5)
C54	0,17814(17)	0,95475(10)	0,9523(2)	0,0260(5)
C55	0,21429(15)	0,92132(11)	0,8422(2)	0,0231(5)
C56	0,16415(15)	0,86312(10)	0,79263(19)	0,0185(4)
H1A	0,000(4)	0,571(3)	0,895(5)	0,036(14)
H1B	0,088(3)	0,5558(17)	0,907(3)	0,064(10)
H1C	0,114(4)	0,562(3)	0,808(5)	0,027(13)
H2A	0,047(3)	0,516(3)	0,689(4)	0,022(12)
H2B	0,092(3)	0,579(2)	0,648(4)	0,017(10)
H3A	0,0779(18)	0,7282(14)	0,070(2)	0,029(6)
H3B	0,0854(18)	0,6504(13)	0,097(2)	0,030(6)
H4A	0,9066(19)	0,7137(13)	0,018(2)	0,035(7)
H4B	0,9261(18)	0,6901(12)	0,161(3)	0,032(6)
H4C	0,918(2)	0,6355(16)	0,053(3)	0,051(8)
H5A	0,2369(18)	0,7286(13)	0,898(2)	0,028(6)
H5B	0,2456(17)	0,6485(12)	0,945(2)	0,029(6)
H6A	0,2429(18)	0,6910(12)	0,673(2)	0,028(6)
H6B	0,338(3)	0,6684(15)	0,753(2)	0,052(8)
H6C	0,257(2)	0,6097(15)	0,718(2)	0,043(7)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) [92]$$

Tabelle 15.30.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,00973(12)	0,01285(11)	0,01190(12)	0,000	-0,00068(8)	0,000
P	0,0134(2)	0,0169(2)	0,0149(2)	0,00079(19)	-0,00159(19)	0,0022(2)
F52	0,0217(7)	0,0404(7)	0,0281(7)	-0,0102(5)	0,0088(5)	-0,0012(6)
F53	0,0459(9)	0,0348(7)	0,0296(7)	-0,0180(6)	-0,0024(6)	0,0091(6)
F54	0,0529(9)	0,0250(7)	0,0438(9)	-0,0090(6)	-0,0118(7)	-0,0152(6)
F55	0,0314(7)	0,0350(7)	0,0389(7)	0,0052(6)	-0,0006(6)	-0,0194(6)
F56	0,0234(6)	0,0339(7)	0,0227(6)	-0,0049(5)	0,0071(5)	-0,0072(5)
C1	0,0266(14)	0,0183(11)	0,0304(12)	0,0030(9)	-0,0044(11)	0,0038(9)
C2	0,026(2)	0,017(2)	0,036(3)	-0,0097(19)	-0,008(2)	0,0077(19)
C3	0,0258(12)	0,0314(12)	0,0153(10)	0,0046(9)	-0,0010(9)	0,0068(10)
C4	0,0305(14)	0,0478(16)	0,0230(12)	0,0025(11)	0,0091(10)	0,0006(12)
C5	0,0153(10)	0,0239(11)	0,0222(10)	-0,0004(9)	-0,0040(8)	0,0031(9)
C6	0,0166(12)	0,0450(14)	0,0297(13)	-0,0039(11)	0,0026(9)	0,0051(10)
C51	0,0145(9)	0,0144(9)	0,0170(9)	0,0005(7)	-0,0027(8)	0,0013(8)
C52	0,0164(10)	0,0221(10)	0,0210(10)	0,0003(8)	-0,0009(8)	0,0026(8)
C53	0,0309(12)	0,0188(10)	0,0200(10)	-0,0058(8)	-0,0057(9)	0,0071(9)
C54	0,0328(13)	0,0143(10)	0,0308(12)	-0,0012(8)	-0,0133(10)	-0,0038(9)
C55	0,0212(11)	0,0210(10)	0,0270(11)	0,0066(8)	-0,0048(9)	-0,0058(9)
C56	0,0196(11)	0,0190(9)	0,0168(9)	-0,0003(8)	-0,0021(8)	-0,0002(8)

## 15.12. *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 8c.

Tabelle 15.31.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,41657(2)	0,09202(2)	0,69974(1)	0,0186(1)
Cl	0,52673(7)	0,97164(8)	0,75398(5)	0,0250(2)
P1	0,30004(8)	0,20143(9)	0,65761(5)	0,0218(2)
P2	0,32668(8)	0,13074(9)	0,78058(5)	0,0197(2)
F52	0,5732(2)	0,2539(3)	0,62680(12)	0,0422(7)
F53	0,6990(2)	0,2115(4)	0,53992(15)	0,0721(12)
F54	0,6981(3)	0,0040(4)	0,48921(13)	0,0794(13)
F55	0,5670(3)	0,8403(3)	0,52744(13)	0,0662(11)
F56	0,4365(2)	0,8829(2)	0,61338(12)	0,0379(7)
C1	0,2376(3)	0,2886(3)	0,71135(18)	0,0239(9)
C2	0,2117(3)	0,2159(4)	0,7626(2)	0,0254(9)
C3	0,3388(4)	0,2977(5)	0,6027(2)	0,0342(11)
C4	0,1965(4)	0,1194(4)	0,6259(2)	0,0301(10)
C5	0,4024(4)	0,2158(4)	0,8286(2)	0,0299(10)
C6	0,2822(4)	0,0124(4)	0,8227(2)	0,0245(9)
C51	0,5012(3)	0,0683(4)	0,62502(18)	0,0254(9)
C52	0,5684(3)	0,1486(5)	0,60354(19)	0,0333(11)
C53	0,6342(4)	0,1301(6)	0,5585(2)	0,0471(15)
C54	0,6344(4)	0,0269(7)	0,5333(2)	0,0530(17)
C55	0,5689(4)	0,9433(5)	0,5525(2)	0,0436(14)
C56	0,5025(3)	0,9667(4)	0,59744(19)	0,0296(10)
H1A	0,288(4)	0,352(4)	0,7182(19)	0,026(12)
H1B	0,174(4)	0,327(4)	0,696(2)	0,033(13)
H2A	0,186(4)	0,255(4)	0,7975(19)	0,027(12)
H2B	0,153(4)	0,155(4)	0,755(2)	0,037(13)
H3A	0,367(4)	0,257(5)	0,573(2)	0,040(15)
H3B	0,272(5)	0,346(5)	0,590(2)	0,054(17)
H3C	0,385(5)	0,343(5)	0,615(2)	0,048(18)
H4A	0,230(4)	0,070(4)	0,600(2)	0,036(14)
H4B	0,146(4)	0,169(4)	0,609(2)	0,029(13)
H4C	0,165(4)	0,081(4)	0,652(2)	0,026(13)
H5A	0,456(4)	0,173(5)	0,839(2)	0,042(15)
H5B	0,364(4)	0,238(4)	0,863(2)	0,043(15)
H5C	0,420(4)	0,287(5)	0,811(2)	0,040(14)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H6A	0,345(4)	0,964(4)	0,830(2)	0,037(14)
H6B	0,256(4)	0,040(4)	0,8602(19)	0,025(11)
H6C	0,226(4)	0,978(4)	0,806(2)	0,033(13)
C1A	0,0655(16)	0,4214(19)	0,9794(10)	0,223(9)
C2A	0,0555(14)	0,5131(17)	0,9469(7)	0,186(6)
C3A	0,0000(17)	0,3800(17)	0,0217(9)	0,214(8)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) \text{ [92]}$$

Tabelle 15.32.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PdCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dmpe)] · 0,5 py

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,01526(15)	0,01987(15)	0,02079(16)	-0,00117(12)	0,00175(12)	0,00176(12)
Cl	0,0204(5)	0,0253(5)	0,0295(5)	0,0028(4)	0,0001(4)	0,0046(4)
P1	0,0200(5)	0,0220(5)	0,0235(6)	-0,0018(4)	0,0002(4)	0,0031(4)
P2	0,0193(5)	0,0178(5)	0,0220(5)	-0,0033(4)	0,0030(4)	-0,0008(4)
F52	0,0375(15)	0,0481(17)	0,0409(16)	0,0067(14)	-0,0059(13)	-0,0151(14)
F53	0,0339(17)	0,128(3)	0,055(2)	0,035(2)	0,0112(16)	-0,015(2)
F54	0,053(2)	0,154(4)	0,0312(17)	0,007(2)	0,0210(16)	0,042(2)
F55	0,083(3)	0,080(3)	0,0348(18)	-0,0224(17)	-0,0065(17)	0,048(2)
F56	0,0479(17)	0,0292(14)	0,0365(15)	-0,0041(12)	-0,0039(13)	0,0080(12)
C1	0,022(2)	0,021(2)	0,029(2)	-0,0048(17)	0,0022(18)	0,0021(17)
C2	0,021(2)	0,021(2)	0,034(3)	-0,0025(18)	0,0031(19)	0,0020(17)
C3	0,035(3)	0,037(3)	0,031(3)	0,007(2)	0,005(2)	0,004(2)
C4	0,026(2)	0,030(2)	0,035(3)	-0,007(2)	-0,005(2)	0,001(2)
C5	0,032(3)	0,027(2)	0,030(3)	-0,003(2)	-0,003(2)	-0,004(2)
C6	0,026(2)	0,019(2)	0,029(2)	0,0001(18)	0,0039(19)	-0,0002(18)
C51	0,019(2)	0,035(2)	0,022(2)	0,0011(18)	-0,0009(17)	0,0072(17)
C52	0,020(2)	0,055(3)	0,025(2)	0,009(2)	0,0004(18)	0,002(2)
C53	0,021(2)	0,093(5)	0,028(3)	0,016(3)	0,003(2)	0,004(3)
C54	0,029(3)	0,108(5)	0,022(3)	0,011(3)	0,008(2)	0,026(3)
C55	0,042(3)	0,065(4)	0,024(2)	-0,013(2)	-0,007(2)	0,030(3)
C56	0,028(2)	0,036(3)	0,025(2)	0,0004(19)	-0,0023(18)	0,013(2)

## 15.13. *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome, mit Ausnahme des Palladiumatoms (4e), entsprechen 8f.

Tabelle 15.33.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pd	0,0000	0,57630(3)	0,2500	0,0127(2)
P	0,07639(4)	0,38307(9)	0,24383(6)	0,0142(2)
C1	0,02722(15)	0,1980(3)	0,2205(2)	0,0167(6)
C2	0,15022(17)	0,3574(4)	0,3704(3)	0,0235(7)
C3	0,11811(18)	0,3934(4)	0,1409(3)	0,0209(7)
C51	0,07488(15)	0,7425(3)	0,2410(2)	0,0147(6)
C52	0,12883(15)	0,7989(3)	0,3302(2)	0,0165(6)
C53	0,18021(15)	0,9040(3)	0,3239(3)	0,0191(7)
C54	0,17921(16)	0,9538(4)	0,2239(3)	0,0213(7)
C55	0,12657(17)	0,8989(3)	0,1314(3)	0,0204(7)
C56	0,07647(16)	0,7951(3)	0,1430(2)	0,0190(6)
F52	0,13384(9)	0,7516(2)	0,43122(13)	0,0247(4)
F53	0,23150(10)	0,9585(2)	0,41433(16)	0,0295(5)
F54	0,22751(10)	0,0585(2)	0,21530(18)	0,0289(5)
F55	0,12492(11)	0,9468(2)	0,03273(16)	0,0328(5)
F56	0,02661(10)	0,7431(2)	0,04851(14)	0,0313(5)
H1A	0,0576(16)	0,110(4)	0,236(3)	0,016(8)
H1B	0,0058(17)	0,194(4)	0,147(3)	0,025(9)
H2A	0,1762(17)	0,454(4)	0,388(3)	0,029(9)
H2B	0,1801(17)	0,272(4)	0,367(3)	0,031(10)
H2C	0,1323(18)	0,344(4)	0,426(3)	0,033(10)
H3A	0,1477(16)	0,481(4)	0,151(3)	0,021(8)
H3B	0,1487(17)	0,303(4)	0,140(3)	0,027(9)
H3C	0,083(2)	0,404(4)	0,070(4)	0,037(11)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \text{ [92]}$$

Tabelle 15.34.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[Pd(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dmpe)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pd	0,0162(2)	0,0121(2)	0,0113(2)	0,000	0,00657(15)	0,000
P	0,0155(4)	0,0150(4)	0,0131(4)	-0,0009(3)	0,0060(3)	0,0001(3)
C1	0,0195(15)	0,0163(15)	0,0162(16)	-0,0006(12)	0,0085(13)	0,0013(12)
C2	0,0227(17)	0,0220(18)	0,0220(17)	-0,0006(14)	0,0030(14)	0,0018(14)
C3	0,0228(17)	0,0226(16)	0,0231(18)	-0,0037(14)	0,0153(15)	-0,0026(14)
C51	0,0197(14)	0,0100(14)	0,0161(15)	0,0004(11)	0,0083(12)	0,0014(11)
C52	0,0196(14)	0,0163(14)	0,0163(15)	0,0001(12)	0,0094(12)	0,0026(12)
C53	0,0153(15)	0,0186(15)	0,0209(17)	-0,0054(12)	0,0029(13)	0,0020(11)
C54	0,0171(15)	0,0174(15)	0,0337(19)	0,0029(14)	0,0144(14)	0,0013(12)
C55	0,0283(17)	0,0184(15)	0,0191(16)	0,0020(13)	0,0139(14)	0,0010(13)
C56	0,0233(15)	0,0196(15)	0,0147(15)	-0,0002(12)	0,0073(12)	-0,0025(12)
F52	0,0329(10)	0,0290(10)	0,0116(9)	-0,0004(8)	0,0071(7)	-0,0034(8)
F53	0,0223(9)	0,0339(10)	0,0270(10)	-0,0075(9)	0,0018(8)	-0,0072(8)



Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
F54	0,0231(10)	0,0225(10)	0,0456(13)	0,0035(8)	0,0175(9)	-0,0065(7)
F55	0,0466(13)	0,0351(11)	0,0231(11)	0,0076(8)	0,0202(9)	-0,0087(9)
F56	0,0403(11)	0,0385(11)	0,0113(9)	0,0000(8)	0,0042(8)	-0,0155(9)

## 15.14. cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.35.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,75749(1)	0,16312(1)	0,845292(7)	0,0122(1)
Cl	0,82475(9)	0,98817(9)	0,81274(5)	0,0195(2)
P1	0,69468(10)	0,31564(10)	0,88820(6)	0,0147(3)
P2	0,91076(9)	0,25682(10)	0,83488(5)	0,0141(3)
C1	0,7300(4)	0,4572(4)	0,8618(2)	0,0203(10)
C2	0,8502(4)	0,4784(4)	0,8718(2)	0,0211(10)
C3	0,9020(4)	0,4120(4)	0,8244(2)	0,0165(10)
C11	0,7484(4)	0,3224(4)	0,9754(2)	0,0158(10)
C12	0,8328(4)	0,2511(4)	0,0030(2)	0,0194(10)
C13	0,8835(4)	0,2636(5)	0,0683(2)	0,0273(12)
C14	0,8474(5)	0,3444(4)	0,1053(3)	0,0294(14)
C15	0,7628(4)	0,4153(5)	0,0787(2)	0,0279(12)
C16	0,7126(4)	0,4059(4)	0,0137(2)	0,0207(10)
C21	0,5501(4)	0,3227(4)	0,8765(2)	0,0184(10)
C22	0,4991(4)	0,2798(4)	0,9227(3)	0,0236(11)
C23	0,3876(5)	0,2763(5)	0,9110(3)	0,0351(13)
C24	0,3281(5)	0,3147(5)	0,8527(3)	0,0369(15)
C25	0,3788(4)	0,3568(5)	0,8061(3)	0,0346(14)
C26	0,4892(4)	0,3605(5)	0,8176(3)	0,0265(12)
C31	0,0192(4)	0,2327(4)	0,9048(2)	0,0166(10)
C32	0,0350(4)	0,1213(5)	0,9302(2)	0,0200(10)
C33	0,1063(4)	0,1010(4)	0,9881(2)	0,0242(11)
C34	0,1646(4)	0,1918(5)	0,0220(2)	0,0240(11)
C35	0,1519(4)	0,3006(5)	0,9963(3)	0,0255(11)
C36	0,0802(4)	0,3212(4)	0,9378(3)	0,0204(11)
C41	0,9593(4)	0,2166(4)	0,7627(2)	0,0168(10)
C42	0,0629(4)	0,1798(4)	0,7662(3)	0,0226(11)
C43	0,1002(5)	0,1586(4)	0,7098(3)	0,0277(14)
C44	0,0314(5)	0,1738(4)	0,6498(3)	0,0267(13)
C45	0,9276(4)	0,2101(4)	0,6468(2)	0,0225(11)
C46	0,8915(4)	0,2310(4)	0,7025(2)	0,0213(10)
C51	0,6173(3)	0,0771(4)	0,8485(2)	0,0162(9)
C52	0,5993(4)	0,0167(4)	0,9015(2)	0,0177(10)
C53	0,5055(4)	0,9609(4)	0,9026(2)	0,0200(10)
C54	0,4208(4)	0,9637(4)	0,8493(2)	0,0200(10)
C55	0,4369(4)	0,0226(4)	0,7957(2)	0,0199(10)
C56	0,5323(4)	0,0775(4)	0,7964(2)	0,0156(9)
F52	0,6767(2)	0,0122(2)	0,95689(12)	0,0260(6)
F53	0,4937(2)	0,9017(2)	0,95622(13)	0,0285(7)
F55	0,3569(2)	0,0265(3)	0,74187(13)	0,0296(7)
F56	0,5408(2)	0,1355(2)	0,74104(12)	0,0210(6)
O	0,3255(3)	0,9092(3)	0,84786(18)	0,0305(8)
C57	0,2564(4)	0,9692(6)	0,8807(3)	0,0376(14)
H1A	0,695(4)	0,515(4)	0,887(2)	0,025(14)
H1B	0,702(4)	0,475(4)	0,820(3)	0,027(14)
H2A	0,885(4)	0,469(4)	0,916(3)	0,031(14)
H2B	0,861(3)	0,555(4)	0,867(2)	0,009(11)
H3A	0,976(4)	0,442(4)	0,825(2)	0,020(12)
H3B	0,865(3)	0,422(3)	0,785(2)	0,002(10)
H12	0,861(3)	0,195(4)	0,980(2)	0,002(10)
H13	0,937(5)	0,215(5)	0,088(3)	0,033(15)
H14	0,882(4)	0,353(4)	0,149(3)	0,013(13)
H15	0,734(4)	0,465(4)	0,100(3)	0,023(14)
H16	0,649(4)	0,457(4)	0,993(2)	0,020(12)
H22	0,537(4)	0,253(4)	0,956(3)	0,023(15)
H23	0,355(4)	0,252(4)	0,941(3)	0,025(14)
H24	0,249(4)	0,310(5)	0,846(2)	0,031(18)
H25	0,344(4)	0,388(5)	0,768(3)	0,032(15)
H26	0,524(4)	0,389(4)	0,786(2)	0,014(12)
H32	0,996(5)	0,069(5)	0,913(3)	0,039(18)
H33	0,121(4)	0,025(4)	0,004(2)	0,010(11)
H34	0,212(4)	0,175(4)	0,061(3)	0,020(14)
H35	0,188(4)	0,364(4)	0,019(2)	0,017(12)
H36	0,067(5)	0,387(5)	0,928(3)	0,037(17)
H42	0,105(6)	0,178(5)	0,803(3)	0,05(2)
H43	0,175(6)	0,143(5)	0,712(3)	0,05(2)
H44	0,055(5)	0,160(4)	0,616(3)	0,032(17)
H45	0,882(4)	0,218(4)	0,611(3)	0,022(13)
H46	0,819(4)	0,265(4)	0,702(2)	0,026(13)
H57A	0,261(5)	0,049(6)	0,874(4)	0,06(2)
H57B	0,285(5)	0,949(5)	0,932(3)	0,043(17)
H57C	0,185(4)	0,932(4)	0,872(2)	0,016(12)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.36.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)(dppp)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,01098(15)	0,01430(14)	0,01054(13)	-0,00053(6)	0,00038(8)	-0,00027(6)
Cl	0,0185(6)	0,0190(6)	0,0205(5)	-0,0053(5)	0,0026(4)	0,0008(4)
P1	0,0143(6)	0,0163(5)	0,0127(6)	0,0002(5)	0,0012(5)	0,0013(5)
P2	0,0116(6)	0,0166(6)	0,0132(6)	0,0010(4)	0,0008(5)	-0,0010(5)
C1	0,026(3)	0,020(2)	0,013(2)	0,001(2)	0,001(2)	-0,001(2)
C2	0,023(3)	0,018(3)	0,021(3)	0,000(2)	0,003(2)	-0,004(2)
C3	0,014(2)	0,017(2)	0,018(3)	0,0026(19)	0,002(2)	0,002(2)
C11	0,016(3)	0,018(2)	0,015(2)	0,0010(17)	0,0066(19)	-0,0043(18)
C12	0,020(3)	0,022(3)	0,016(2)	0,002(2)	0,003(2)	0,001(2)
C13	0,025(3)	0,034(3)	0,021(3)	0,003(2)	0,000(2)	0,000(2)
C14	0,028(3)	0,039(4)	0,019(3)	0,001(2)	0,002(3)	-0,010(2)
C15	0,036(3)	0,027(3)	0,023(3)	-0,012(2)	0,011(2)	-0,010(2)
C16	0,024(3)	0,017(2)	0,022(2)	0,000(2)	0,007(2)	-0,003(2)
C21	0,018(3)	0,016(2)	0,022(3)	-0,0033(18)	0,005(2)	0,0044(18)
C22	0,016(3)	0,026(3)	0,029(3)	-0,005(2)	0,006(2)	0,000(2)
C23	0,032(3)	0,031(3)	0,047(4)	-0,008(3)	0,020(3)	-0,007(3)
C24	0,015(3)	0,029(3)	0,064(4)	-0,010(3)	0,002(3)	-0,002(2)
C25	0,021(3)	0,027(3)	0,046(4)	-0,003(3)	-0,014(3)	0,008(2)
C26	0,023(3)	0,026(3)	0,026(3)	0,001(2)	-0,004(2)	0,003(2)
C31	0,008(2)	0,026(2)	0,018(2)	-0,0018(19)	0,0068(17)	-0,0017(19)
C32	0,014(2)	0,023(3)	0,022(3)	0,001(2)	-0,001(2)	-0,002(2)
C33	0,018(3)	0,023(3)	0,029(3)	0,005(2)	-0,001(2)	0,001(2)
C34	0,013(3)	0,038(3)	0,020(3)	0,001(2)	0,000(2)	0,002(2)
C35	0,020(3)	0,024(3)	0,027(3)	-0,010(2)	-0,007(2)	0,003(2)
C36	0,014(3)	0,018(2)	0,028(3)	-0,002(2)	0,001(2)	0,001(2)
C41	0,019(3)	0,014(2)	0,018(2)	0,0011(18)	0,0052(19)	-0,0055(19)
C42	0,017(3)	0,028(3)	0,022(3)	-0,002(2)	0,002(2)	0,001(2)
C43	0,025(3)	0,031(3)	0,030(3)	0,000(2)	0,013(3)	0,005(2)
C44	0,037(4)	0,024(3)	0,022(3)	-0,001(2)	0,013(3)	0,004(2)
C45	0,029(3)	0,022(3)	0,016(3)	0,001(2)	0,004(2)	0,001(2)
C46	0,019(3)	0,022(2)	0,021(3)	0,000(2)	0,000(2)	-0,001(2)
C51	0,013(2)	0,017(2)	0,017(2)	-0,0028(18)	0,0002(18)	0,0014(18)
C52	0,018(2)	0,016(2)	0,016(2)	-0,0007(19)	-0,0013(18)	0,0011(19)
C53	0,026(3)	0,019(2)	0,016(2)	0,0029(19)	0,0083(19)	0,002(2)
C54	0,019(3)	0,017(2)	0,025(3)	-0,005(2)	0,006(2)	-0,002(2)
C55	0,014(2)	0,024(3)	0,020(2)	-0,005(2)	-0,0021(18)	0,0007(19)
C56	0,019(2)	0,015(2)	0,012(2)	0,0002(18)	0,0018(18)	0,0005(19)
F52	0,0255(15)	0,0348(16)	0,0145(13)	0,0049(12)	-0,0029(11)	-0,0008(12)
F53	0,0354(17)	0,0298(15)	0,0216(15)	0,0084(12)	0,0087(12)	-0,0034(13)
F55	0,0169(14)	0,0429(18)	0,0239(15)	-0,0009(13)	-0,0071(12)	-0,0047(13)
F56	0,0218(15)	0,0261(13)	0,0136(13)	0,0034(12)	0,0007(11)	-0,0001(12)
O	0,0219(19)	0,0293(19)	0,043(2)	-0,0104(17)	0,0141(17)	-0,0085(16)
C57	0,020(3)	0,044(4)	0,052(4)	-0,009(3)	0,014(3)	-0,004(3)

## 15.15. *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Die Atome Pt, C2, H2A, H2B, OA, C1A, C2A und C3A besetzen die spezielle Lage 4c. Alle anderen angegebenen Atome entsprechen der Wyckoff-Lagen 8d.

Tabelle 15.37.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,123132(7)	0,7500	0,832609(13)	0,01611(6)
P	0,04590(4)	0,83072(4)	0,78904(7)	0,01807(15)
F52	0,15939(10)	0,81900(10)	0,10363(17)	0,0360(5)
F53	0,24401(12)	0,91495(12)	0,16798(17)	0,0458(6)
F55	0,32420(9)	0,92312(9)	0,7363(2)	0,0393(5)
F56	0,23930(10)	0,82749(10)	0,66885(15)	0,0319(4)
O	0,32854(11)	0,97163(12)	0,9864(3)	0,0411(6)
C1	0,96128(15)	0,81315(15)	0,8527(3)	0,0231(6)
C2	0,9297(2)	0,7500	0,7990(5)	0,0265(9)
C11	0,06613(14)	0,91019(14)	0,8604(3)	0,0205(6)
C12	0,06047(16)	0,92005(16)	0,9930(3)	0,0294(7)
C13	0,08144(17)	0,97777(17)	0,0507(3)	0,0327(7)
C14	0,10839(15)	0,02669(16)	0,9746(3)	0,0288(7)
C15	0,11450(17)	0,01787(18)	0,8420(3)	0,0297(7)
C16	0,09324(15)	0,95996(15)	0,7845(3)	0,0250(6)
C21	0,03263(14)	0,84984(14)	0,6174(3)	0,0213(6)
C22	0,97738(16)	0,88618(18)	0,5769(3)	0,0332(8)
C23	0,96905(18)	0,9016(2)	0,4461(3)	0,0432(9)
C24	0,0155(2)	0,8793(2)	0,3562(3)	0,0422(9)
C25	0,07051(19)	0,84399(19)	0,3945(3)	0,0383(8)
C26	0,07950(16)	0,82969(16)	0,5259(3)	0,0277(7)
C51	0,19441(13)	0,81925(13)	0,8834(3)	0,0197(6)
C52	0,20000(14)	0,84349(15)	0,0075(3)	0,0244(6)
C53	0,24312(16)	0,89303(17)	0,0432(3)	0,0304(7)
C54	0,28563(14)	0,92203(15)	0,9528(3)	0,0281(7)
C55	0,28302(15)	0,89722(16)	0,8278(3)	0,0267(7)
C56	0,23918(14)	0,84780(15)	0,7953(3)	0,0223(6)
C57	0,2968(2)	0,0349(2)	0,9808(5)	0,0568(13)
H1A	0,9650(14)	0,8107(14)	0,945(3)	0,020(8)
H1B	0,9298(17)	0,8528(17)	0,831(3)	0,026(9)
H2A	0,880(3)	0,7500	0,820(6)	0,06(2)
H2B	0,933(2)	0,7500	0,706(5)	0,028(12)
H12	0,0491(18)	0,8889(19)	0,041(4)	0,043(11)
H13	0,0781(19)	0,9890(19)	0,143(3)	0,043(11)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H14	0,1221(14)	0,067(2)	0,013(4)	0,035(10)
H15	0,1301(17)	0,047(2)	0,798(4)	0,044(12)
H16	0,0989(17)	0,9546(16)	0,704(4)	0,025(9)
H22	0,9453(19)	0,9014(19)	0,641(3)	0,039(10)
H23	0,929(2)	0,930(2)	0,427(4)	0,066(13)
H24	0,009(2)	0,886(2)	0,268(5)	0,079(15)
H25	0,103(2)	0,822(2)	0,332(4)	0,058(13)
H26	0,1181(16)	0,810(2)	0,550(4)	0,039(11)
H57A	0,328(2)	0,067(2)	0,016(4)	0,069(13)
H57B	0,278(2)	0,041(2)	0,907(5)	0,060(13)
H57C	0,258(4)	0,038(4)	0,062(7)	0,16(3)
OA	0,3962(7)	0,7500	0,3625(10)	0,304(10)
C1A	0,2783(6)	0,7500	0,3453(8)	0,131(4)
C2A	0,3504(6)	0,7500	0,2934(11)	0,113(4)
C3A	0,3628(5)	0,7500	0,1561(8)	0,088(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) [92]$$

Tabelle 15.38.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,01789(9)	0,01815(8)	0,01230(8)	0,000	0,00202(6)	0,000
P	0,0199(3)	0,0204(4)	0,0139(3)	0,0003(3)	0,0022(3)	0,0015(3)
F52	0,0461(11)	0,0434(12)	0,0185(9)	-0,0021(8)	0,0067(8)	-0,0141(9)
F53	0,0584(14)	0,0544(15)	0,0247(10)	-0,0113(9)	-0,0062(9)	-0,0185(11)
F55	0,0322(10)	0,0438(12)	0,0418(12)	0,0048(9)	0,0114(9)	-0,0124(9)
F56	0,0377(11)	0,0364(11)	0,0217(9)	-0,0034(8)	0,0092(7)	-0,0070(9)
O	0,0307(11)	0,0352(13)	0,0574(16)	-0,0024(12)	-0,0132(11)	-0,0119(10)
C1	0,0197(14)	0,0269(16)	0,0227(16)	0,0013(12)	0,0043(12)	0,0016(12)
C2	0,020(2)	0,030(2)	0,029(3)	0,000	0,0045(18)	0,000
C11	0,0218(14)	0,0216(14)	0,0181(14)	-0,0010(11)	-0,0011(11)	0,0029(11)
C12	0,0390(18)	0,0284(17)	0,0210(16)	0,0004(14)	0,0032(14)	-0,0042(14)
C13	0,0400(18)	0,0354(19)	0,0226(16)	-0,0077(14)	0,0004(14)	0,0013(15)
C14	0,0296(15)	0,0251(16)	0,0318(18)	-0,0082(13)	-0,0063(13)	0,0035(12)
C15	0,0335(18)	0,0262(17)	0,0295(18)	0,0038(14)	-0,0021(13)	-0,0030(13)
C16	0,0318(17)	0,0271(16)	0,0160(14)	-0,0008(13)	0,0009(14)	-0,0003(13)
C21	0,0250(14)	0,0230(15)	0,0160(13)	0,0002(11)	-0,0001(12)	-0,0022(11)
C22	0,0291(16)	0,050(2)	0,0210(16)	0,0077(15)	0,0011(13)	0,0086(15)
C23	0,0346(19)	0,067(3)	0,0277(18)	0,0139(18)	-0,0047(15)	0,0071(18)
C24	0,045(2)	0,065(3)	0,0167(17)	0,0085(16)	-0,0021(15)	-0,0075(19)
C25	0,044(2)	0,051(2)	0,0191(17)	0,0009(15)	0,0107(15)	0,0000(17)
C26	0,0305(16)	0,0315(17)	0,0210(16)	0,0034(13)	0,0028(13)	0,0019(13)
C51	0,0206(13)	0,0200(14)	0,0187(14)	0,0013(11)	0,0005(11)	-0,0005(11)
C52	0,0260(14)	0,0284(15)	0,0187(14)	0,0002(12)	0,0009(12)	-0,0035(12)
C53	0,0343(17)	0,0349(18)	0,0220(15)	-0,0053(13)	-0,0054(13)	-0,0016(14)
C54	0,0232(15)	0,0266(16)	0,0344(17)	-0,0011(13)	-0,0052(13)	-0,0029(12)
C55	0,0216(14)	0,0281(16)	0,0305(17)	0,0042(13)	0,0038(12)	-0,0032(12)
C56	0,0228(14)	0,0239(15)	0,0202(14)	-0,0004(12)	0,0021(12)	0,0037(11)
C57	0,066(3)	0,031(2)	0,073(3)	0,002(2)	-0,037(3)	-0,0136(19)
OA	0,170(9)	0,66(3)	0,087(6)	0,000	-0,065(6)	0,000
C1A	0,113(9)	0,187(13)	0,094(7)	0,000	-0,033(6)	0,000
C2A	0,111(7)	0,157(10)	0,070(6)	0,000	-0,061(6)	0,000
C3A	0,094(6)	0,074(6)	0,095(8)	0,000	-0,047(5)	0,000

Tabelle 15.39.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OMe)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,2495	0,7244	0,2869	0,197
H1A2	0,2616	0,7951	0,3497	0,197
H1A3	0,2776	0,7306	0,4325	0,197
H3A1	0,3398	0,7874	0,1160	0,132
H3A2	0,3457	0,7093	0,1180	0,132
H3A3	0,4115	0,7533	0,1402	0,132

## 15.16. *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.40.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,850686(13)	0,868588(16)	0,122808(7)	0,01654(9)
P1	0,84058(9)	0,65730(12)	0,10748(5)	0,0189(3)
P2	0,69778(9)	0,91431(12)	0,07586(5)	0,0181(3)
Cl	0,86570(9)	0,08828(12)	0,14593(5)	0,0299(3)
C1	0,7598(4)	0,6051(5)	0,04910(19)	0,0230(12)
C2	0,6569(4)	0,6581(5)	0,0420(2)	0,0268(13)
C3	0,6478(4)	0,8007(5)	0,02623(19)	0,0235(12)
C11	0,7931(4)	0,5683(4)	0,15292(19)	0,0216(11)
C12	0,7533(4)	0,6335(5)	0,1869(2)	0,0263(13)
C13	0,7109(4)	0,5665(6)	0,2192(2)	0,0327(13)
C14	0,7086(4)	0,4329(6)	0,2180(2)	0,0379(15)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C15	0,7487(5)	0,3650(5)	0,1843(3)	0,0376(15)
C16	0,7915(4)	0,4331(5)	0,1522(2)	0,0307(13)
C21	0,9568(3)	0,5842(4)	0,1070(2)	0,0214(11)
C22	0,0159(4)	0,5301(4)	0,15034(19)	0,0244(12)
C23	0,1103(4)	0,4917(5)	0,1510(2)	0,0320(13)
C24	0,1452(4)	0,5032(5)	0,1092(2)	0,0355(14)
C25	0,0874(4)	0,5531(5)	0,0658(2)	0,0328(14)
C26	0,9933(4)	0,5942(5)	0,0653(2)	0,0248(12)
C31	0,6052(4)	0,9332(4)	0,11080(19)	0,0220(11)
C32	0,6338(4)	0,9680(6)	0,1608(2)	0,0313(13)
C33	0,5663(4)	0,9862(5)	0,1877(2)	0,0369(14)
C34	0,4681(4)	0,9702(6)	0,1668(2)	0,0366(14)
C35	0,4391(4)	0,9379(6)	0,1178(2)	0,0391(15)
C36	0,5062(4)	0,9200(6)	0,0891(2)	0,0338(14)
C41	0,6964(3)	0,0652(5)	0,04175(18)	0,0205(11)
C42	0,6361(4)	0,1682(5)	0,0465(2)	0,0259(12)
C43	0,6370(4)	0,2809(5)	0,0184(2)	0,0317(14)
C44	0,6987(4)	0,2900(5)	0,9871(2)	0,0310(13)
C45	0,7590(4)	0,1881(5)	0,9826(2)	0,0330(13)
C46	0,7576(4)	0,0765(5)	0,00993(19)	0,0261(12)
C51	0,9933(4)	0,8441(4)	0,1623(2)	0,0203(11)
C52	0,0233(4)	0,8182(5)	0,2119(2)	0,0287(12)
C53	0,1189(4)	0,8075(6)	0,2375(2)	0,0325(13)
C54	0,1931(4)	0,8179(5)	0,2136(2)	0,0288(13)
C55	0,1651(4)	0,8400(5)	0,1634(2)	0,0247(12)
C56	0,0689(4)	0,8550(4)	0,13876(19)	0,0205(12)
C57	0,3297(4)	0,6838(6)	0,2419(2)	0,0427(16)
C58	0,4376(4)	0,6950(6)	0,2620(3)	0,0512(18)
O	0,2892(3)	0,8125(3)	0,23824(15)	0,0349(9)
F52	0,9559(2)	0,8025(4)	0,23918(12)	0,0514(10)
F53	0,1421(3)	0,7846(4)	0,28710(12)	0,0606(11)
F55	0,2356(2)	0,8488(3)	0,13747(13)	0,0371(8)
F56	0,0495(2)	0,8784(3)	0,08927(12)	0,0296(8)
OA	0,1553(4)	0,2111(5)	0,0308(2)	0,0755(17)
C1A	0,1778(6)	0,1629(6)	0,1143(3)	0,063(2)
C2A	0,1188(4)	0,1934(5)	0,0637(2)	0,0340(14)
C3A	0,0124(5)	0,2037(7)	0,0587(3)	0,072(3)
OBA	0,6444(6)	0,5731(8)	0,9234(3)	0,051(3)
OB	0,5261(7)	0,5220(9)	0,9360(3)	0,056(3)
C1B	0,4716(8)	0,3121(8)	0,1222(3)	0,092(3)
C2B	0,5556(6)	0,5614(7)	0,8920(3)	0,070(3)
C3B	0,4562(5)	0,5501(7)	0,1410(3)	0,065(2)
H12	0,750(3)	0,730(5)	0,1867(18)	0,020(13)
H32	0,705(4)	0,976(4)	0,1772(18)	0,019(13)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.41.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,01627(13)	0,01743(13)	0,01482(13)	-0,00178(7)	0,00159(8)	0,00049(7)
P1	0,0192(7)	0,0200(6)	0,0188(7)	-0,0018(5)	0,0069(5)	0,0005(5)
P2	0,0165(6)	0,0216(6)	0,0151(7)	-0,0033(5)	0,0019(5)	-0,0006(5)
C1	0,0293(7)	0,0198(6)	0,0340(8)	-0,0073(6)	-0,0056(6)	0,0014(5)
C1	0,030(3)	0,024(3)	0,015(3)	-0,003(2)	0,006(2)	-0,002(2)
C2	0,025(3)	0,029(3)	0,025(3)	-0,009(2)	0,003(2)	-0,006(2)
C3	0,023(3)	0,030(3)	0,016(3)	-0,003(2)	0,002(2)	-0,002(2)
C11	0,021(3)	0,020(3)	0,024(3)	0,001(2)	0,008(2)	0,000(2)
C12	0,027(3)	0,027(3)	0,025(3)	0,001(2)	0,006(2)	0,001(2)
C13	0,033(3)	0,047(4)	0,021(3)	0,004(3)	0,012(2)	0,002(3)
C14	0,029(3)	0,048(4)	0,039(4)	0,016(3)	0,011(3)	-0,006(3)
C15	0,040(4)	0,029(3)	0,047(4)	0,005(3)	0,016(3)	-0,005(2)
C16	0,040(3)	0,022(3)	0,033(3)	-0,002(2)	0,014(3)	0,001(2)
C21	0,020(3)	0,011(2)	0,033(3)	0,001(2)	0,006(2)	-0,003(2)
C22	0,034(3)	0,020(3)	0,022(3)	-0,001(2)	0,012(2)	0,000(2)
C23	0,025(3)	0,028(3)	0,039(4)	0,005(3)	0,002(3)	0,001(2)
C24	0,022(3)	0,027(3)	0,058(4)	-0,005(3)	0,011(3)	0,002(2)
C25	0,039(3)	0,025(3)	0,041(4)	-0,006(2)	0,023(3)	-0,004(2)
C26	0,031(3)	0,022(3)	0,024(3)	0,000(2)	0,012(2)	0,001(2)
C31	0,024(3)	0,020(3)	0,022(3)	0,004(2)	0,005(2)	0,000(2)
C32	0,021(3)	0,048(4)	0,024(3)	-0,006(3)	0,003(2)	0,004(3)
C33	0,037(3)	0,053(4)	0,022(3)	-0,006(3)	0,009(3)	0,008(3)
C34	0,031(3)	0,050(4)	0,035(4)	-0,005(3)	0,020(3)	-0,001(3)
C35	0,020(3)	0,058(4)	0,041(4)	-0,011(3)	0,010(3)	-0,011(3)
C36	0,025(3)	0,045(3)	0,030(3)	-0,008(3)	0,003(3)	-0,007(3)
C41	0,017(3)	0,026(3)	0,015(3)	0,000(2)	-0,003(2)	-0,001(2)
C42	0,021(3)	0,028(3)	0,028(3)	-0,003(2)	0,005(2)	-0,002(2)
C43	0,030(3)	0,023(3)	0,038(4)	-0,002(2)	0,001(3)	0,004(2)
C44	0,032(3)	0,035(3)	0,024(3)	0,004(2)	0,001(3)	-0,010(3)
C45	0,035(3)	0,039(3)	0,023(3)	0,002(3)	0,003(3)	-0,010(3)
C46	0,026(3)	0,033(3)	0,019(3)	0,001(2)	0,006(2)	0,001(2)
C51	0,019(3)	0,018(2)	0,023(3)	-0,005(2)	0,003(2)	0,002(2)
C52	0,029(3)	0,037(3)	0,022(3)	-0,005(2)	0,011(2)	0,009(3)
C53	0,030(3)	0,049(4)	0,016(3)	-0,005(3)	0,001(2)	0,008(3)
C54	0,020(3)	0,027(3)	0,035(3)	-0,008(2)	-0,003(2)	0,006(2)
C55	0,022(3)	0,022(3)	0,032(3)	0,001(2)	0,010(2)	-0,004(2)
C56	0,025(3)	0,019(3)	0,016(3)	0,0011(19)	0,003(2)	-0,004(2)
C57	0,034(3)	0,039(3)	0,048(4)	0,000(3)	-0,005(3)	0,011(3)
C58	0,035(4)	0,059(4)	0,050(4)	-0,006(3)	-0,009(3)	0,021(3)
O	0,023(2)	0,036(2)	0,040(3)	-0,0068(19)	-0,0050(17)	0,0077(17)
F52	0,0287(19)	0,107(3)	0,0213(19)	0,0030(19)	0,0112(15)	0,018(2)
F53	0,041(2)	0,119(3)	0,0171(19)	0,003(2)	-0,0015(16)	0,023(2)
F55	0,0216(17)	0,053(2)	0,039(2)	0,0101(15)	0,0109(15)	-0,0031(14)
F56	0,0267(17)	0,0387(18)	0,0233(18)	0,0087(13)	0,0060(14)	-0,0035(13)
OA	0,097(4)	0,074(4)	0,081(4)	0,026(3)	0,070(4)	0,023(3)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C1A	0,078(6)	0,035(3)	0,060(5)	0,001(3)	-0,012(4)	0,009(4)
C2A	0,042(4)	0,025(3)	0,037(4)	0,003(3)	0,015(3)	-0,007(3)
C3A	0,047(5)	0,061(5)	0,108(7)	0,038(5)	0,017(5)	-0,001(4)
OBA	0,049(6)	0,064(6)	0,035(6)	0,004(4)	-0,002(4)	0,012(4)
OBB	0,062(7)	0,067(7)	0,038(6)	0,005(5)	0,011(5)	0,002(5)
C1B	0,172(10)	0,060(5)	0,064(6)	0,004(4)	0,071(7)	0,020(6)
C2B	0,104(7)	0,056(5)	0,036(5)	-0,011(3)	-0,014(5)	0,036(4)
C3B	0,064(5)	0,065(5)	0,063(5)	-0,026(4)	0,008(4)	0,008(4)

Tabelle 15.42.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,7862	0,6337	0,0218	0,028
H1B	0,7572	0,5113	0,0483	0,028
H2A	0,6368	0,6489	0,0728	0,032
H2B	0,6130	0,6068	0,0171	0,032
H3A	0,5795	0,8206	0,0130	0,028
H3B	0,6807	0,8129	-0,0002	0,028
H13	0,6840	0,6112	0,2417	0,039
H14	0,6802	0,3879	0,2398	0,046
H15	0,7468	0,2751	0,1835	0,045
H16	0,8193	0,3885	0,1301	0,037
H22	-0,0082	0,5200	0,1784	0,029
H23	0,1499	0,4581	0,1799	0,038
H24	0,2084	0,4771	0,1101	0,043
H25	0,1109	0,5591	0,0374	0,039
H26	0,9545	0,6289	0,0364	0,030
H33	0,5866	0,0100	0,2208	0,044
H34	0,4227	0,9811	0,1857	0,044
H35	0,3732	0,9277	0,1032	0,047
H36	0,4851	0,8993	0,0557	0,041
H42	0,5955	0,1625	0,0682	0,031
H43	0,5959	0,3495	0,0209	0,038
H44	0,6998	0,3652	0,9688	0,037
H45	0,8005	0,1944	0,9614	0,040
H46	0,7983	0,0080	0,0069	0,031
H57A	0,3156	0,6433	0,2095	0,051
H57B	0,3016	0,6312	0,2637	0,051
H58A	0,4662	0,7337	0,2375	0,077
H58B	0,4648	0,6105	0,2702	0,077
H58C	0,4508	0,7479	0,2912	0,077
H1A1	0,2456	0,1643	0,1143	0,094
H1A2	0,1606	0,0786	0,1239	0,094
H1A3	0,1653	0,2262	0,1372	0,094
H3A1	-0,0018	0,2830	0,0735	0,108
H3A2	-0,0093	0,1318	0,0750	0,108
H3A3	-0,0206	0,2031	0,0242	0,108
H1B1	0,5405	0,3027	0,1264	0,137
H1B2	0,4382	0,2533	0,0971	0,137
H1B3	0,4547	0,2931	0,1529	0,137
H3B1	0,4395	0,5262	0,1712	0,098
H3B2	0,4143	0,6188	0,1253	0,098
H3B3	0,5226	0,5789	0,1481	0,098

## 15.17. *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Alle angegebenen Atome entsprechen der Wyckoff-Lagen 4e.

Tabelle 15.43.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,56017(1)	0,148213(4)	0,30490(1)	0,01217(6)
P1	0,41233(9)	0,10379(3)	0,34906(7)	0,0141(2)
P2	0,37892(9)	0,18198(3)	0,20235(7)	0,0136(2)
C1	0,2488(4)	0,12278(12)	0,3742(3)	0,0178(8)
C2	0,1629(4)	0,14465(11)	0,2780(3)	0,0199(9)
C3	0,2235(4)	0,18313(12)	0,2612(3)	0,0184(8)
C11	0,4824(4)	0,07536(11)	0,4716(3)	0,0181(8)
C12	0,4498(5)	0,08306(13)	0,5727(3)	0,0272(10)
C13	0,5146(5)	0,06289(14)	0,6656(3)	0,0365(12)
C14	0,6112(5)	0,03563(15)	0,6584(4)	0,0378(12)
C15	0,6432(4)	0,02751(13)	0,5581(4)	0,0296(10)
C16	0,5793(4)	0,04731(12)	0,4651(3)	0,0225(9)
C21	0,3590(4)	0,06924(10)	0,2398(3)	0,0157(8)
C22	0,2276(4)	0,05299(12)	0,2131(3)	0,0212(9)
C23	0,1942(4)	0,02751(12)	0,1279(3)	0,0245(9)
C24	0,2918(5)	0,01713(13)	0,0678(3)	0,0286(10)
C25	0,4224(5)	0,03311(13)	0,0923(3)	0,0286(10)
C26	0,4548(4)	0,05842(12)	0,1780(3)	0,0208(9)
C31	0,4114(4)	0,23149(11)	0,1851(3)	0,0161(8)
C32	0,3982(4)	0,25736(12)	0,2665(3)	0,0216(9)
C33	0,4305(4)	0,29494(13)	0,2563(3)	0,0259(9)
C34	0,4770(4)	0,30717(13)	0,1658(3)	0,0253(9)
C35	0,4908(4)	0,28234(12)	0,0838(3)	0,0241(9)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C36	0,4597(4)	0,24463(12)	0,0929(3)	0,0193(8)
C41	0,3157(4)	0,16410(12)	0,0624(3)	0,0186(8)
C42	0,1982(4)	0,17977(12)	0,9931(3)	0,0195(9)
C43	0,1474(4)	0,16412(13)	0,8888(3)	0,0258(9)
C44	0,2136(4)	0,13396(13)	0,8548(3)	0,0251(9)
C45	0,3326(4)	0,11887(12)	0,9211(3)	0,0228(9)
C46	0,3849(4)	0,13432(12)	0,0247(3)	0,0188(8)
C51	0,7325(4)	0,12137(10)	0,4015(3)	0,0150(8)
C52	0,7701(4)	0,12771(11)	0,5146(3)	0,0163(8)
C53	0,8812(4)	0,11135(11)	0,5841(3)	0,0188(8)
C54	0,9653(4)	0,08635(11)	0,5450(3)	0,0201(8)
C55	0,9305(4)	0,07875(11)	0,4327(3)	0,0180(8)
C56	0,8195(4)	0,09653(11)	0,3653(3)	0,0170(8)
C57	0,0531(6)	0,03528(16)	0,6618(5)	0,0477(14)
C58	0,1845(7)	0,02083(19)	0,7333(6)	0,0529(16)
C61	0,6981(3)	0,18641(11)	0,2625(3)	0,0150(8)
C62	0,7385(4)	0,22018(11)	0,3153(3)	0,0191(8)
C63	0,8338(4)	0,24410(12)	0,2868(3)	0,0215(9)
C64	0,8978(4)	0,23584(12)	0,2006(3)	0,0214(9)
C65	0,8574(4)	0,20275(12)	0,1447(3)	0,0209(9)
C66	0,7620(4)	0,17918(11)	0,1753(3)	0,0167(8)
C67	0,9587(4)	0,28476(15)	0,0926(4)	0,0397(12)
C68	0,0790(4)	0,30261(14)	0,0589(4)	0,0390(12)
F52	0,6909(2)	0,15173(6)	0,56181(17)	0,0231(5)
F53	0,9098(2)	0,11963(7)	0,69357(16)	0,0303(6)
F55	0,0090(2)	0,05368(6)	0,39023(17)	0,0249(5)
F56	0,7951(2)	0,08653(7)	0,25617(16)	0,0242(5)
F62	0,6816(2)	0,23054(6)	0,40150(16)	0,0242(5)
F63	0,8676(2)	0,27659(7)	0,34316(19)	0,0333(6)
F65	0,9170(2)	0,19253(7)	0,06000(18)	0,0309(6)
F66	0,7284(2)	0,14719(6)	0,11445(18)	0,0260(5)
O1	0,0811(3)	0,07054(8)	0,6127(2)	0,0265(6)
O2	0,0018(3)	0,25807(9)	0,1769(2)	0,0309(7)
OA	0,6539(3)	0,07453(9)	0,9582(3)	0,0380(8)
C1A	0,8930(6)	0,0888(2)	0,9811(6)	0,0525(15)
C2A	0,7411(5)	0,09562(13)	0,9381(3)	0,0287(10)
C3A	0,7021(6)	0,13009(17)	0,8684(4)	0,0385(12)
H1A	0,277(4)	0,1397(11)	0,435(3)	0,015(10)
H1B	0,205(4)	0,1036(12)	0,393(3)	0,016(10)
H3A	0,247(4)	0,1945(11)	0,328(3)	0,020(10)
H3B	0,166(4)	0,1992(11)	0,210(3)	0,010(9)
H12	0,384(4)	0,1014(12)	0,576(3)	0,016(10)
H13	0,495(4)	0,0678(12)	0,733(4)	0,033(12)
H14	0,653(4)	0,0217(12)	0,715(3)	0,028(12)
H15	0,715(5)	0,0110(13)	0,554(3)	0,033(12)
H16	0,601(4)	0,0438(12)	0,396(3)	0,025(11)
H22	0,160(5)	0,0619(13)	0,259(4)	0,045(13)
H23	0,102(4)	0,0172(12)	0,112(3)	0,029(11)
H24	0,270(4)	0,9999(11)	0,016(3)	0,017(10)
H25	0,493(4)	0,0296(12)	0,053(3)	0,034(12)
H26	0,535(4)	0,0679(11)	0,192(3)	0,009(10)
H32	0,370(4)	0,2477(13)	0,332(4)	0,040(13)
H33	0,427(4)	0,3109(13)	0,310(4)	0,033(13)
H34	0,499(4)	0,3325(14)	0,159(3)	0,034(12)
H35	0,527(4)	0,2913(11)	0,028(3)	0,019(10)
H36	0,472(3)	0,2291(10)	0,042(3)	0,010(9)
H42	0,153(5)	0,1988(13)	0,013(4)	0,038(14)
H43	0,057(4)	0,1732(13)	0,846(4)	0,034(12)
H44	0,182(5)	0,1228(15)	0,795(4)	0,051(16)
H45	0,377(4)	0,0987(12)	0,901(3)	0,024(11)
H46	0,466(4)	0,1187(12)	0,076(3)	0,032(11)
H57A	0,976(8)	0,042(2)	0,706(5)	0,11(3)
H57B	0,014(6)	0,0201(18)	0,597(5)	0,09(2)
H58A	0,214(6)	0,0362(18)	0,784(5)	0,07(2)
H58B	0,164(6)	0,9950(19)	0,770(5)	0,073(18)
H58C	0,247(8)	0,017(2)	0,687(6)	0,12(3)
H1AA	0,911(6)	0,0680(18)	0,038(5)	0,08(2)
H1AB	0,937(6)	0,1110(18)	0,009(5)	0,07(2)
H1AC	0,933(6)	0,0834(16)	0,928(5)	0,061(19)
H3AA	0,620(7)	0,1357(17)	0,860(5)	0,06(2)
H3AB	0,771(5)	0,1531(14)	0,895(4)	0,043(14)
H3AC	0,722(5)	0,1237(15)	0,807(4)	0,049(15)

$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)]$  [92]

Tabelle 15.44.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,01218(9)	0,01377(9)	0,01042(8)	0,00031(5)	0,00212(6)	-0,00023(6)
P1	0,0153(5)	0,0144(5)	0,0127(4)	-0,0002(4)	0,0034(4)	-0,0019(4)
P2	0,0133(5)	0,0154(5)	0,0118(4)	0,0002(4)	0,0021(4)	0,0002(4)
C1	0,019(2)	0,017(2)	0,019(2)	0,0007(17)	0,0063(16)	-0,0057(17)
C2	0,0138(19)	0,024(2)	0,023(2)	-0,0033(16)	0,0073(16)	-0,0024(16)
C3	0,018(2)	0,022(2)	0,016(2)	0,0018(17)	0,0056(16)	0,0019(17)
C11	0,0190(19)	0,018(2)	0,0160(19)	0,0007(15)	0,0004(15)	-0,0089(17)
C12	0,034(2)	0,027(3)	0,020(2)	0,0022(17)	0,0038(18)	-0,003(2)
C13	0,052(3)	0,041(3)	0,015(2)	0,0021(19)	0,003(2)	-0,012(2)
C14	0,042(3)	0,036(3)	0,027(2)	0,018(2)	-0,011(2)	-0,008(2)
C15	0,023(2)	0,025(3)	0,037(3)	0,0080(19)	-0,0033(19)	-0,003(2)
C16	0,020(2)	0,024(3)	0,021(2)	0,0067(17)	0,0007(17)	-0,0047(18)
C21	0,0209(19)	0,010(2)	0,0156(18)	-0,0016(14)	0,0032(15)	0,0051(16)
C22	0,021(2)	0,020(2)	0,022(2)	0,0014(17)	0,0025(16)	0,0018(17)
C23	0,024(2)	0,017(2)	0,027(2)	-0,0016(17)	-0,0057(18)	-0,0033(18)
C24	0,045(3)	0,020(2)	0,016(2)	-0,0035(18)	-0,0033(19)	0,000(2)
C25	0,041(3)	0,022(3)	0,025(2)	-0,0065(18)	0,013(2)	-0,002(2)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C26	0,020(2)	0,015(2)	0,028(2)	-0,0001(16)	0,0070(18)	0,0010(18)
C31	0,0133(18)	0,017(2)	0,0158(18)	0,0001(15)	-0,0007(15)	-0,0014(15)
C32	0,026(2)	0,021(2)	0,0181(19)	-0,0008(17)	0,0058(17)	-0,0033(18)
C33	0,032(2)	0,020(2)	0,027(2)	-0,0065(19)	0,0091(19)	-0,0035(19)
C34	0,024(2)	0,016(2)	0,036(2)	0,0005(18)	0,0051(18)	-0,0046(18)
C35	0,025(2)	0,027(3)	0,023(2)	0,0064(18)	0,0108(18)	-0,0060(18)
C36	0,020(2)	0,022(2)	0,0163(19)	-0,0042(17)	0,0060(16)	-0,0010(17)
C41	0,019(2)	0,022(2)	0,0144(18)	-0,0012(16)	0,0031(15)	0,0029(17)
C42	0,0149(19)	0,025(2)	0,0177(19)	0,0010(17)	0,0017(15)	0,0031(18)
C43	0,019(2)	0,033(3)	0,023(2)	-0,0019(18)	-0,0004(17)	0,0043(19)
C44	0,027(2)	0,029(3)	0,017(2)	-0,0046(18)	-0,0004(18)	-0,004(2)
C45	0,024(2)	0,023(2)	0,021(2)	-0,0039(17)	0,0046(17)	0,0013(19)
C46	0,023(2)	0,017(2)	0,0174(19)	0,0012(16)	0,0060(16)	0,0030(17)
C51	0,0156(18)	0,013(2)	0,0159(18)	0,0034(15)	0,0019(14)	-0,0020(15)
C52	0,0132(18)	0,015(2)	0,0204(19)	-0,0013(15)	0,0034(15)	0,0010(16)
C53	0,0164(19)	0,021(2)	0,0179(19)	-0,0039(16)	0,0013(15)	-0,0037(17)
C54	0,0145(19)	0,021(2)	0,023(2)	0,0030(16)	0,0006(16)	0,0003(16)
C55	0,0142(18)	0,015(2)	0,026(2)	0,0015(16)	0,0085(16)	0,0020(16)
C56	0,0171(19)	0,019(2)	0,0151(18)	-0,0012(15)	0,0048(15)	-0,0045(16)
C57	0,045(3)	0,030(3)	0,056(3)	0,021(3)	-0,014(3)	0,001(3)
C58	0,051(4)	0,044(4)	0,049(4)	0,013(3)	-0,022(3)	0,004(3)
C61	0,0105(17)	0,022(2)	0,0114(17)	0,0059(15)	0,0003(14)	0,0015(15)
C62	0,0158(19)	0,026(2)	0,0136(18)	-0,0001(16)	-0,0005(15)	-0,0017(17)
C63	0,0155(19)	0,023(2)	0,023(2)	0,0011(17)	-0,0025(16)	-0,0027(17)
C64	0,0124(18)	0,022(2)	0,027(2)	0,0106(17)	-0,0016(16)	-0,0016(17)
C65	0,018(2)	0,029(3)	0,0176(19)	0,0080(17)	0,0089(16)	0,0079(18)
C66	0,0139(18)	0,019(2)	0,0154(18)	0,0006(15)	0,0000(15)	-0,0009(16)
C67	0,025(2)	0,043(3)	0,046(3)	0,028(2)	-0,001(2)	-0,003(2)
C68	0,034(3)	0,037(3)	0,050(3)	0,016(2)	0,017(2)	-0,002(2)
F52	0,0220(12)	0,0287(15)	0,0185(11)	-0,0057(9)	0,0042(9)	0,0067(10)
F53	0,0290(12)	0,0415(17)	0,0159(11)	-0,0056(10)	-0,0051(9)	0,0077(11)
F55	0,0226(12)	0,0227(13)	0,0313(12)	-0,0016(10)	0,0104(10)	0,0060(10)
F56	0,0270(12)	0,0316(15)	0,0146(11)	-0,0025(9)	0,0057(9)	0,0069(10)
F62	0,0243(12)	0,0287(14)	0,0199(11)	-0,0076(10)	0,0056(9)	-0,0033(10)
F63	0,0351(14)	0,0274(15)	0,0371(14)	-0,0069(11)	0,0073(11)	-0,0155(11)
F65	0,0274(13)	0,0418(17)	0,0288(13)	0,0051(11)	0,0177(10)	0,0008(11)
F66	0,0335(13)	0,0247(14)	0,0236(12)	-0,0045(9)	0,0141(10)	-0,0053(10)
O1	0,0182(14)	0,0266(18)	0,0303(15)	0,0066(12)	-0,0041(12)	0,0038(12)
O2	0,0157(14)	0,036(2)	0,0391(17)	0,0193(14)	0,0015(12)	-0,0065(13)
OA	0,0414(19)	0,028(2)	0,0443(19)	0,0001(15)	0,0089(15)	-0,0012(16)
C1A	0,034(3)	0,051(4)	0,073(4)	0,009(3)	0,013(3)	0,008(3)
C2A	0,036(2)	0,027(3)	0,023(2)	-0,0055(18)	0,0067(19)	0,006(2)
C3A	0,046(3)	0,047(4)	0,025(3)	0,003(2)	0,012(2)	0,004(3)

Tabelle 15.45.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OEt)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H2A	0,0696	0,1480	0,2902	0,024
H2B	0,1556	0,1300	0,2110	0,024
H67A	0,9035	0,3040	0,1184	0,048
H67B	0,9004	0,2726	0,0292	0,048
H68A	0,0460	0,3196	-0,0011	0,058
H68B	0,1356	0,2836	0,0358	0,058
H68C	0,1333	0,3162	0,1202	0,058

## 15.18. *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.46.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der Atome von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,848685(10)	0,869958(13)	0,122035(5)	0,02131(5)
Cl	0,86672(7)	0,08871(9)	0,14513(4)	0,0331(2)
P1	0,83638(7)	0,65951(9)	0,10634(3)	0,0236(2)
P2	0,69914(7)	0,92033(9)	0,07362(3)	0,0236(2)
C1	0,7558(3)	0,6092(4)	0,04846(14)	0,0304(9)
C2	0,6535(3)	0,6657(4)	0,04036(17)	0,0341(10)
C3	0,6493(3)	0,8069(4)	0,02416(14)	0,0295(9)
C11	0,7895(3)	0,5719(4)	0,15156(14)	0,0268(8)
C12	0,7509(3)	0,6364(4)	0,18574(15)	0,0314(9)
C13	0,7108(3)	0,5703(5)	0,21866(16)	0,0398(11)
C14	0,7093(3)	0,4380(5)	0,21766(19)	0,0479(13)
C15	0,7467(3)	0,3713(5)	0,18375(19)	0,0461(12)
C16	0,7862(3)	0,4368(4)	0,15097(18)	0,0371(10)
C21	0,9519(3)	0,5834(3)	0,10595(14)	0,0262(8)
C22	0,0082(3)	0,5269(4)	0,14862(15)	0,0303(9)
C23	0,1012(3)	0,4860(4)	0,14924(17)	0,0382(10)
C24	0,1370(3)	0,4998(4)	0,1079(2)	0,0433(12)
C25	0,0809(3)	0,5537(4)	0,06533(18)	0,0392(11)
C26	0,9885(3)	0,5966(4)	0,06465(15)	0,0325(9)
C31	0,6062(3)	0,9444(3)	0,10733(13)	0,0254(8)
C32	0,6343(3)	0,9860(4)	0,15609(14)	0,0328(9)
C33	0,5649(3)	0,0125(5)	0,18204(17)	0,0423(11)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C34	0,4679(3)	0,9969(4)	0,16021(17)	0,0417(11)
C35	0,4403(3)	0,9544(5)	0,11205(18)	0,0431(11)
C36	0,5084(3)	0,9278(4)	0,08592(16)	0,0376(10)
C41	0,7007(3)	0,0690(4)	0,03923(13)	0,0255(8)
C42	0,6421(3)	0,1734(4)	0,04210(16)	0,0312(9)
C43	0,6447(3)	0,2836(4)	0,01402(17)	0,0389(10)
C44	0,7066(3)	0,2899(4)	0,98373(16)	0,0392(11)
C45	0,7669(3)	0,1865(5)	0,98074(16)	0,0396(10)
C46	0,7637(3)	0,0773(4)	0,00870(15)	0,0342(10)
C51	0,9889(3)	0,8384(3)	0,16494(15)	0,0283(9)
C52	0,0107(3)	0,8093(4)	0,21104(16)	0,0369(10)
C53	0,1069(3)	0,7905(4)	0,23989(14)	0,0364(10)
C54	0,1848(3)	0,8034(4)	0,21867(15)	0,0357(10)
C55	0,1618(3)	0,8338(4)	0,16889(15)	0,0339(9)
C56	0,0672(3)	0,8518(4)	0,14318(14)	0,0311(9)
C57	0,3172(4)	0,6657(5)	0,2423(2)	0,0506(13)
C58	0,4214(3)	0,6696(5)	0,27083(19)	0,0486(12)
C59	0,4820(4)	0,7676(5)	0,2518(2)	0,0470(12)
F52	0,94293(17)	0,7902(3)	0,23718(9)	0,0523(7)
F53	0,12464(19)	0,7606(3)	0,28845(9)	0,0582(8)
F55	0,23483(17)	0,8457(2)	0,14607(10)	0,0481(6)
F56	0,05284(17)	0,8812(2)	0,09415(8)	0,0422(6)
O	0,2776(2)	0,7928(3)	0,24561(11)	0,0428(7)
OA	0,1539(3)	0,2122(4)	0,02924(15)	0,0935(16)
C1A	0,0180(4)	0,1996(6)	0,0616(3)	0,085(2)
C2A	0,1237(3)	0,1907(4)	0,06341(17)	0,0420(11)
C3A	0,1896(4)	0,1578(5)	0,11172(19)	0,0633(15)
O1B1	0,6505(5)	0,5757(6)	0,9212(2)	0,057(2)
O1B2	0,4819(5)	0,4814(7)	0,0605(3)	0,054(2)
C1B	0,4549(5)	0,5587(6)	0,1384(2)	0,0791(18)
C2B1	0,0732(7)	0,9348(8)	0,3903(3)	0,039(2)
C2B2	0,0313(8)	0,9589(10)	0,4000(4)	0,043(3)
C3B1	0,0036(9)	0,8278(11)	0,3811(4)	0,061(3)
C3B2	0,0520(12)	0,8171(15)	0,3862(6)	0,075(4)
H1A	0,753(3)	0,521(4)	0,0484(13)	0,025(10)
H1B	0,787(3)	0,631(4)	0,0212(17)	0,045(13)
H2A	0,631(3)	0,655(4)	0,0697(15)	0,030(11)
H2B	0,615(3)	0,616(4)	0,0203(17)	0,050(14)
H3A	0,589(3)	0,835(4)	0,0110(14)	0,033(11)
H3B	0,685(3)	0,816(3)	0,9979(13)	0,024(10)
H12	0,751(2)	0,719(3)	0,1854(12)	0,011(9)
H13	0,687(3)	0,609(4)	0,2417(16)	0,040(12)
H14	0,689(3)	0,400(4)	0,2388(17)	0,044(13)
H15	0,745(3)	0,281(5)	0,1803(16)	0,048(13)
H16	0,805(4)	0,398(5)	0,1273(17)	0,053(15)
H22	0,981(3)	0,521(3)	0,1794(13)	0,027(10)
H23	0,141(3)	0,447(4)	0,1778(15)	0,036(11)
H24	0,194(3)	0,474(4)	0,1084(15)	0,038(12)
H25	0,105(3)	0,561(4)	0,0371(17)	0,053(14)
H26	0,953(3)	0,642(3)	0,0383(15)	0,032(11)
H32	0,700(3)	0,004(3)	0,1713(13)	0,024(10)
H33	0,585(3)	0,032(4)	0,2148(17)	0,052(14)
H34	0,422(3)	0,009(4)	0,1787(14)	0,032(11)
H35	0,371(4)	0,943(6)	0,096(2)	0,09(2)
H36	0,488(3)	0,906(4)	0,0530(16)	0,041(12)
H42	0,611(3)	0,170(4)	0,0600(14)	0,021(11)
H43	0,601(3)	0,349(4)	0,0181(16)	0,042(13)
H44	0,710(3)	0,363(4)	0,9655(16)	0,040(12)
H45	0,809(3)	0,195(4)	0,9616(15)	0,034(11)
H46	0,798(3)	0,018(4)	0,0069(13)	0,020(11)
H57A	0,274(4)	0,601(5)	0,256(2)	0,09(2)
H57B	0,303(4)	0,641(4)	0,204(2)	0,061(15)
H59C	0,449(4)	0,874(5)	0,2516(18)	0,066(16)
H59A	0,553(5)	0,766(6)	0,278(2)	0,11(2)
H59B	0,481(4)	0,750(5)	0,217(2)	0,069(16)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.47.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,01996(7)	0,01922(8)	0,02123(7)	-0,00248(6)	-0,00178(5)	0,00089(6)
Cl	0,0307(5)	0,0220(5)	0,0393(5)	-0,0081(4)	-0,0055(4)	0,0010(4)
P1	0,0243(5)	0,0208(5)	0,0243(5)	-0,0023(4)	0,0034(4)	0,0011(4)
P2	0,0211(5)	0,0230(5)	0,0225(5)	-0,0036(4)	-0,0027(4)	0,0018(4)
C1	0,033(2)	0,024(2)	0,029(2)	-0,0094(16)	-0,0036(17)	-0,0001(18)
C2	0,033(2)	0,030(2)	0,033(2)	-0,0087(18)	-0,0053(19)	-0,0069(18)
C3	0,026(2)	0,031(2)	0,024(2)	-0,0053(16)	-0,0077(17)	0,0035(18)
C11	0,0224(19)	0,025(2)	0,031(2)	0,0020(16)	0,0025(16)	0,0021(16)
C12	0,029(2)	0,029(2)	0,034(2)	0,0013(18)	0,0032(16)	0,0009(19)
C13	0,031(2)	0,056(3)	0,032(2)	0,002(2)	0,0071(19)	0,003(2)
C14	0,034(3)	0,058(4)	0,052(3)	0,027(3)	0,010(2)	-0,002(2)
C15	0,040(3)	0,031(3)	0,067(3)	0,012(2)	0,012(2)	-0,005(2)
C16	0,033(2)	0,029(2)	0,049(3)	0,001(2)	0,009(2)	0,0010(19)
C21	0,027(2)	0,0154(18)	0,036(2)	-0,0041(15)	0,0079(17)	0,0006(15)
C22	0,031(2)	0,026(2)	0,034(2)	-0,0018(17)	0,0080(18)	0,0010(17)
C23	0,031(2)	0,029(2)	0,051(3)	0,000(2)	0,004(2)	0,0058(19)
C24	0,028(2)	0,032(3)	0,074(4)	-0,007(2)	0,019(2)	0,002(2)
C25	0,040(3)	0,036(3)	0,047(3)	-0,009(2)	0,023(2)	-0,002(2)
C26	0,038(2)	0,028(2)	0,033(2)	-0,0012(17)	0,0106(18)	0,0027(18)
C31	0,0240(19)	0,020(2)	0,0288(19)	-0,0011(15)	0,0005(15)	0,0007(15)
C32	0,026(2)	0,039(2)	0,031(2)	-0,0025(17)	0,0017(17)	-0,0021(18)
C33	0,039(3)	0,057(3)	0,030(2)	-0,006(2)	0,007(2)	0,001(2)
C34	0,032(2)	0,050(3)	0,046(3)	0,000(2)	0,016(2)	0,003(2)
C35	0,023(2)	0,053(3)	0,051(3)	-0,004(2)	0,004(2)	-0,004(2)



Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C36	0,027(2)	0,047(3)	0,035(2)	-0,009(2)	-0,0014(18)	-0,0027(19)
C41	0,0231(19)	0,025(2)	0,0229(18)	-0,0035(15)	-0,0038(15)	-0,0017(16)
C42	0,026(2)	0,035(2)	0,030(2)	-0,0012(18)	0,0035(18)	-0,0011(18)
C43	0,033(2)	0,029(2)	0,048(3)	0,0027(19)	-0,004(2)	0,001(2)
C44	0,043(3)	0,032(3)	0,035(2)	0,0070(19)	-0,005(2)	-0,010(2)
C45	0,042(3)	0,047(3)	0,029(2)	0,0014(19)	0,007(2)	-0,008(2)
C46	0,038(2)	0,032(2)	0,032(2)	0,0000(18)	0,0065(18)	0,008(2)
C51	0,0159(18)	0,0126(19)	0,048(2)	-0,0060(16)	-0,0080(16)	0,0058(14)
C52	0,037(2)	0,036(2)	0,046(3)	-0,016(2)	0,027(2)	-0,0050(19)
C53	0,035(2)	0,048(3)	0,023(2)	-0,0033(18)	0,0000(17)	0,010(2)
C54	0,025(2)	0,035(2)	0,041(2)	-0,0044(18)	-0,0046(18)	0,0018(18)
C55	0,027(2)	0,037(2)	0,038(2)	0,0036(18)	0,0079(18)	-0,0031(18)
C56	0,032(2)	0,028(2)	0,030(2)	0,0010(16)	0,0006(16)	-0,0001(17)
C57	0,037(3)	0,040(3)	0,065(3)	0,004(2)	-0,006(2)	0,006(2)
C58	0,035(3)	0,043(3)	0,062(3)	0,010(2)	0,000(2)	0,008(2)
C59	0,036(3)	0,055(3)	0,048(3)	-0,002(2)	0,005(2)	0,002(2)
F52	0,0324(14)	0,089(2)	0,0361(14)	-0,0006(13)	0,0097(11)	0,0097(14)
F53	0,0461(16)	0,094(2)	0,0292(13)	0,0057(13)	-0,0007(12)	0,0129(15)
F55	0,0285(13)	0,0610(17)	0,0563(16)	0,0081(13)	0,0131(12)	-0,0021(12)
F56	0,0389(14)	0,0500(16)	0,0359(13)	0,0100(11)	0,0059(11)	-0,0025(12)
O1	0,0250(15)	0,0431(19)	0,0517(19)	-0,0042(14)	-0,0071(13)	0,0089(13)
OA	0,127(4)	0,100(3)	0,079(3)	0,034(2)	0,074(3)	0,051(3)
C1A	0,050(4)	0,083(5)	0,113(5)	0,034(4)	0,004(4)	-0,019(3)
C2A	0,051(3)	0,034(3)	0,043(3)	0,003(2)	0,016(2)	0,004(2)
C3A	0,065(4)	0,059(3)	0,056(3)	0,002(3)	-0,003(3)	0,007(3)

Tabelle 15.48.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)(dppp)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H58A	0,4495	0,5849	0,2698	0,058
H58B	0,4238	0,6890	0,3050	0,058
H1A1	-0,0181	0,2074	0,0279	0,127
H1A2	0,0064	0,2737	0,0799	0,127
H1A3	-0,0020	0,1233	0,0758	0,127
H3A1	0,2551	0,1559	0,1085	0,095
H3A2	0,1727	0,0748	0,1222	0,095
H3A3	0,1837	0,2215	0,1357	0,095

## 15.19. *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Alle angegebenen Atome entsprechen der Wyckoff-Lagen 4e.

Tabelle 15.49.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,42707(2)	0,147013(6)	0,195207(18)	0,02203(8)
P1	0,60507(14)	0,18042(4)	0,29879(12)	0,0258(4)
P2	0,58024(16)	0,10428(4)	0,15428(13)	0,0296(4)
C1	0,7657(6)	0,18225(16)	0,2493(5)	0,0323(15)
C2	0,8287(6)	0,14398(18)	0,2346(5)	0,0405(16)
C3	0,7478(6)	0,12271(17)	0,1389(5)	0,0388(17)
C11	0,6655(6)	0,16410(16)	0,4350(5)	0,0286(14)
C12	0,5950(6)	0,13505(16)	0,4724(5)	0,0343(16)
C13	0,6459(6)	0,12022(17)	0,5728(5)	0,0377(16)
C14	0,7667(6)	0,13481(18)	0,6385(5)	0,0361(16)
C15	0,8327(6)	0,16420(19)	0,6031(5)	0,0411(17)
C16	0,7839(6)	0,17864(17)	0,5032(5)	0,0340(15)
C21	0,5642(6)	0,22896(15)	0,3100(5)	0,0260(13)
C22	0,5097(5)	0,24189(16)	0,3943(5)	0,0284(14)
C23	0,4694(6)	0,27832(17)	0,3979(5)	0,0323(15)
C24	0,4820(6)	0,30214(17)	0,3165(5)	0,0339(16)
C25	0,5371(6)	0,28964(17)	0,2328(5)	0,0346(16)
C26	0,5771(6)	0,25329(16)	0,2309(5)	0,0301(15)
C31	0,6251(6)	0,06932(16)	0,2557(5)	0,0320(15)
C32	0,5306(7)	0,05997(18)	0,3159(5)	0,0418(18)
C33	0,5581(9)	0,0341(2)	0,3966(6)	0,058(2)
C34	0,6852(10)	0,0159(2)	0,4170(6)	0,069(3)
C35	0,7823(8)	0,0245(2)	0,3584(7)	0,065(2)
C36	0,7533(7)	0,05078(18)	0,2776(6)	0,0501(19)
C41	0,5164(6)	0,07885(17)	0,0309(5)	0,0370(16)
C42	0,4307(7)	0,04856(18)	0,0303(5)	0,0422(17)
C43	0,3698(8)	0,0307(2)	0,9348(7)	0,056(2)
C44	0,3962(9)	0,0435(3)	0,8409(7)	0,070(2)
C45	0,4799(9)	0,0730(3)	0,8398(6)	0,070(3)
C46	0,5424(8)	0,0914(2)	0,9350(6)	0,058(2)
C51	0,2840(5)	0,18447(15)	0,2325(4)	0,0198(13)
C52	0,2227(5)	0,17902(15)	0,3185(4)	0,0221(13)
C53	0,1304(5)	0,20377(16)	0,3466(4)	0,0229(13)
C54	0,0902(5)	0,23547(16)	0,2887(4)	0,0233(14)
C55	0,1509(6)	0,24131(15)	0,2024(4)	0,0254(14)
C56	0,2439(5)	0,21640(15)	0,1765(4)	0,0241(14)
C57	0,0408(6)	0,29026(18)	0,3709(5)	0,0408(17)
C58	0,9184(7)	0,30973(17)	0,4011(6)	0,0472(19)
C59	0,8579(7)	0,2891(2)	0,4803(5)	0,0507(19)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C61	0,2579(5)	0,12043(14)	0,0974(5)	0,0218(13)
C62	0,1681(6)	0,09644(16)	0,1299(5)	0,0304(15)
C63	0,0595(6)	0,07832(16)	0,0612(6)	0,0358(16)
C64	0,0311(7)	0,08437(18)	0,9529(6)	0,0442(18)
C65	0,1189(7)	0,10848(18)	0,9188(5)	0,0389(17)
C66	0,2266(6)	0,12603(16)	0,9893(5)	0,0316(15)
F52	0,2551(3)	0,14869(9)	0,3808(2)	0,0300(7)
F53	0,0747(3)	0,19632(9)	0,4322(2)	0,0331(8)
F55	0,1165(3)	0,27208(9)	0,1427(3)	0,0367(9)
F56	0,2989(3)	0,22463(9)	0,0901(2)	0,0332(8)
F62	0,1860(4)	0,08794(9)	0,2357(3)	0,0430(9)
F63	0,9776(4)	0,05445(10)	0,1030(3)	0,0551(11)
F65	0,0939(4)	0,11614(11)	0,8122(3)	0,0612(12)
F66	0,3059(4)	0,14965(10)	0,9442(2)	0,0422(9)
O1	0,9892(4)	0,25803(11)	0,3117(3)	0,0325(10)
O2	0,9191(5)	0,06917(13)	0,8839(4)	0,0668(16)
OA	0,3272(6)	0,07538(14)	0,5437(5)	0,0684(16)
C1A	0,2636(9)	0,1308(2)	0,6173(5)	0,067(2)
C2A	0,2346(8)	0,0961(2)	0,5544(6)	0,052(2)
C3A	0,0839(8)	0,0882(2)	0,5038(7)	0,090(3)
C67A	0,9106(18)	0,0282(5)	0,8863(14)	0,092(7)
C68C	0,818(3)	0,0154(7)	0,779(3)	0,027(13)
C67B	0,9852(17)	0,0385(5)	0,8199(13)	0,045(7)
C68D	0,848(3)	0,0252(7)	0,737(3)	0,018(15)
C68A	0,763(3)	0,0119(5)	0,8039(18)	0,139(10)
C68B	0,904(3)	0,0216(6)	0,700(2)	0,132(13)
C69	0,767(4)	0,0328(8)	0,714(2)	0,092(14)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.50.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,02155(11)	0,02098(12)	0,02553(13)	0,00265(13)	0,00942(8)	0,00232(12)
P1	0,0202(8)	0,0264(9)	0,0320(9)	0,0037(8)	0,0086(7)	0,0005(6)
P2	0,0291(9)	0,0243(9)	0,0391(10)	0,0043(8)	0,0157(8)	0,0067(7)
C1	0,023(3)	0,030(4)	0,047(4)	0,003(3)	0,016(3)	-0,002(3)
C2	0,022(3)	0,037(4)	0,065(5)	-0,003(4)	0,015(3)	0,002(3)
C3	0,035(4)	0,028(4)	0,061(5)	0,001(3)	0,028(3)	0,010(3)
C11	0,023(3)	0,030(4)	0,033(4)	0,004(3)	0,006(3)	-0,001(3)
C12	0,032(4)	0,034(4)	0,036(4)	0,002(3)	0,003(3)	-0,006(3)
C13	0,038(4)	0,036(4)	0,038(4)	0,010(3)	0,006(3)	-0,002(3)
C14	0,033(4)	0,046(4)	0,026(4)	0,006(3)	0,000(3)	0,001(3)
C15	0,030(4)	0,056(5)	0,036(4)	-0,013(4)	0,004(3)	-0,007(3)
C16	0,026(3)	0,041(4)	0,035(4)	-0,003(3)	0,007(3)	-0,003(3)
C21	0,021(3)	0,026(3)	0,032(4)	0,002(3)	0,008(3)	-0,006(3)
C22	0,025(3)	0,030(4)	0,031(4)	0,006(3)	0,008(3)	0,000(3)
C23	0,032(4)	0,033(4)	0,034(4)	-0,001(3)	0,011(3)	0,004(3)
C24	0,033(4)	0,024(4)	0,045(4)	0,000(3)	0,011(3)	0,005(3)
C25	0,035(4)	0,035(4)	0,036(4)	0,006(3)	0,013(3)	0,001(3)
C26	0,031(3)	0,027(4)	0,036(4)	-0,010(3)	0,015(3)	0,001(3)
C31	0,034(4)	0,024(4)	0,038(4)	0,002(3)	0,008(3)	0,002(3)
C32	0,058(5)	0,024(4)	0,040(4)	0,010(3)	0,003(4)	0,007(3)
C33	0,082(6)	0,043(5)	0,047(5)	0,020(4)	0,010(4)	0,002(4)
C34	0,093(7)	0,035(5)	0,061(6)	0,020(4)	-0,021(5)	0,004(5)
C35	0,050(5)	0,029(5)	0,100(7)	0,010(5)	-0,017(5)	0,011(4)
C36	0,034(4)	0,037(4)	0,077(6)	0,005(4)	0,005(4)	0,012(3)
C41	0,037(4)	0,032(4)	0,045(4)	-0,002(3)	0,014(3)	0,014(3)
C42	0,056(4)	0,028(4)	0,042(4)	-0,006(3)	0,010(4)	0,010(3)
C43	0,063(5)	0,033(5)	0,070(6)	-0,009(4)	0,012(5)	0,007(4)
C44	0,087(7)	0,062(6)	0,063(6)	-0,012(5)	0,020(5)	0,016(5)
C45	0,089(7)	0,088(7)	0,039(5)	-0,003(5)	0,026(5)	0,021(6)
C46	0,060(5)	0,064(6)	0,056(5)	-0,003(5)	0,028(4)	0,006(4)
C51	0,020(3)	0,021(3)	0,018(3)	-0,007(3)	0,004(2)	-0,010(2)
C52	0,017(3)	0,023(3)	0,024(3)	-0,001(3)	0,000(3)	0,002(2)
C53	0,014(3)	0,031(4)	0,022(3)	0,000(3)	0,002(2)	0,000(3)
C54	0,015(3)	0,033(4)	0,021(4)	-0,008(3)	0,002(3)	0,001(3)
C55	0,031(3)	0,018(3)	0,023(4)	-0,003(3)	-0,003(3)	0,001(3)
C56	0,025(3)	0,024(4)	0,023(3)	0,001(3)	0,005(3)	-0,002(3)
C57	0,037(4)	0,039(4)	0,053(5)	-0,015(4)	0,022(3)	-0,003(3)
C58	0,055(5)	0,025(4)	0,068(5)	-0,014(4)	0,030(4)	-0,005(3)
C59	0,044(4)	0,063(5)	0,049(5)	0,004(4)	0,018(4)	0,011(4)
C61	0,024(3)	0,014(3)	0,030(4)	0,001(3)	0,010(3)	0,008(2)
C62	0,028(3)	0,028(4)	0,039(4)	-0,003(3)	0,015(3)	0,005(3)
C63	0,030(4)	0,018(4)	0,063(5)	-0,004(3)	0,019(4)	-0,003(3)
C64	0,036(4)	0,023(4)	0,066(6)	-0,015(4)	-0,005(4)	0,006(3)
C65	0,055(4)	0,025(4)	0,029(4)	-0,006(3)	-0,005(3)	0,012(3)
C66	0,044(4)	0,018(3)	0,035(4)	0,001(3)	0,013(3)	0,002(3)
F52	0,0344(18)	0,0322(19)	0,0261(18)	0,0075(17)	0,0124(14)	0,0033(17)
F53	0,0303(19)	0,044(2)	0,030(2)	-0,0006(17)	0,0175(16)	-0,0006(16)
F55	0,044(2)	0,031(2)	0,035(2)	0,0054(17)	0,0069(17)	0,0129(16)
F56	0,041(2)	0,034(2)	0,028(2)	0,0083(17)	0,0158(16)	0,0064(16)
F62	0,056(2)	0,039(2)	0,041(2)	-0,0029(19)	0,0259(19)	-0,0135(18)
F63	0,045(2)	0,032(2)	0,096(3)	-0,021(2)	0,033(2)	-0,0125(18)
F65	0,083(3)	0,051(3)	0,037(2)	-0,005(2)	-0,015(2)	0,015(2)
F66	0,067(2)	0,033(2)	0,0258(19)	0,0058(18)	0,0096(17)	-0,001(2)
O1	0,026(2)	0,031(3)	0,041(3)	-0,012(2)	0,0084(19)	0,0046(19)
O2	0,047(3)	0,041(3)	0,097(4)	-0,035(3)	-0,015(3)	0,000(2)
OA	0,062(4)	0,038(3)	0,099(5)	0,007(3)	0,005(3)	-0,001(3)
C1A	0,094(6)	0,074(6)	0,034(5)	0,002(4)	0,014(4)	0,000(5)
C2A	0,061(5)	0,049(5)	0,043(5)	0,025(4)	0,008(4)	-0,013(4)
C3A	0,062(6)	0,083(7)	0,118(8)	0,018(6)	0,003(6)	-0,020(5)

Tabelle 15.51.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>4</sub>OnPr)<sub>2</sub>(dppp)] · 1 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,7464	0,1950	0,1812	0,039
H1B	0,8350	0,1966	0,2988	0,039
H2A	0,9245	0,1472	0,2271	0,049
H2B	0,8316	0,1295	0,2985	0,049
H3A	0,8057	0,1025	0,1245	0,047
H3B	0,7311	0,1388	0,0771	0,047
H12	0,5133	0,1257	0,4294	0,041
H13	0,5997	0,1006	0,5963	0,045
H14	0,8023	0,1248	0,7056	0,043
H15	0,9116	0,1744	0,6477	0,049
H16	0,8305	0,1984	0,4807	0,041
H22	0,5002	0,2259	0,4489	0,034
H23	0,4339	0,2868	0,4550	0,039
H24	0,4535	0,3265	0,3181	0,041
H25	0,5472	0,3056	0,1784	0,042
H26	0,6139	0,2450	0,1743	0,036
H32	0,4438	0,0717	0,3018	0,050
H33	0,4919	0,0289	0,4365	0,069
H34	0,7049	-0,0019	0,4700	0,083
H35	0,8688	0,0126	0,3729	0,078
H36	0,8198	0,0560	0,2380	0,060
H42	0,4132	0,0400	0,0943	0,051
H43	0,3121	0,0103	0,9350	0,067
H44	0,3561	0,0318	0,7771	0,084
H45	0,4965	0,0814	0,7753	0,084
H46	0,6002	0,1116	0,9337	0,069
H57A	0,0852	0,3064	0,3280	0,049
H57B	0,1100	0,2836	0,4347	0,049
H58A	0,9493	0,3337	0,4303	0,057
H58B	0,8456	0,3136	0,3372	0,057
H59A	0,8324	0,2648	0,4539	0,076
H59B	0,7761	0,3018	0,4915	0,076
H59C	0,9262	0,2876	0,5466	0,076
H1A1	0,3594	0,1380	0,6227	0,101
H1A2	0,2475	0,1269	0,6875	0,101
H1A3	0,2024	0,1499	0,5822	0,101
H3A1	0,0487	0,1068	0,4515	0,135
H3A2	0,0298	0,0882	0,5577	0,135
H3A3	0,0769	0,0645	0,4699	0,135

## 15.20. $\text{trans-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-(dpppe)}\}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{F}_5)_2]$

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 15.52.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der Atome von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>){μ-(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
PtA	0,27494(14)	0,60629(9)	0,12763(8)	0,0476(5)
PtB	0,14703(15)	0,81117(10)	0,36247(8)	0,0451(5)
P1A	0,1973(9)	0,7186(6)	0,0203(5)	0,051(3)
P1B	0,3474(9)	0,4904(6)	0,2337(5)	0,044(2)
P2A	0,0677(9)	0,9089(6)	0,2519(5)	0,050(3)
P2B	0,2169(9)	0,7235(6)	0,4790(5)	0,051(3)
ClA	0,0978(11)	0,5642(7)	0,1677(6)	0,078(4)
C1A	0,097(3)	0,8079(17)	0,0359(18)	0,045(10)
C1B	0,297(3)	0,5133(19)	0,3122(15)	0,056(10)
C2A	0,997(3)	0,783(2)	0,072(2)	0,067(11)
C2B	0,346(3)	0,4522(19)	0,3869(14)	0,054(10)
C3A	0,917(3)	0,867(3)	0,081(2)	0,066(12)
C3B	0,375(3)	0,507(2)	0,4342(18)	0,062(10)
C4A	0,963(3)	0,917(2)	0,1202(17)	0,074(13)
C4B	0,284(3)	0,569(2)	0,4471(18)	0,070(13)
C5A	0,998(3)	0,8571(17)	0,2018(15)	0,041(9)
C5B	0,320(4)	0,629(2)	0,4865(19)	0,068(12)
C11A	0,130(3)	0,680(3)	0,9600(19)	0,054(10)
C11B	0,316(3)	0,3825(17)	0,2391(18)	0,056(10)
C12A	0,129(4)	0,588(2)	0,978(2)	0,071(12)
C12B	0,294(3)	0,369(2)	0,172(2)	0,065(12)
C13A	0,080(4)	0,560(3)	0,931(2)	0,097(15)
C13B	0,275(3)	0,289(2)	0,172(2)	0,079(12)
C14A	0,025(3)	0,624(2)	0,8634(19)	0,070(13)
C14B	0,268(3)	0,216(3)	0,239(2)	0,087(13)
C15A	0,029(4)	0,713(2)	0,8518(18)	0,086(15)
C15B	0,282(3)	0,224(2)	0,3039(18)	0,056(9)
C16A	0,084(4)	0,741(3)	0,894(2)	0,092(14)
C16B	0,305(3)	0,312(2)	0,303(2)	0,077(12)
C21A	0,289(3)	0,783(2)	0,9636(17)	0,048(9)
C21B	0,497(3)	0,474(2)	0,2461(15)	0,046(8)
C22A	0,366(4)	0,746(3)	0,923(2)	0,077(12)
C22B	0,560(4)	0,408(3)	0,229(2)	0,091(15)
C23A	0,453(5)	0,790(3)	0,876(3)	0,109(16)
C23B	0,687(5)	0,403(3)	0,232(2)	0,100(14)
C24A	0,456(4)	0,868(3)	0,877(2)	0,084(13)
C24B	0,732(4)	0,464(4)	0,255(3)	0,13(2)
C25A	0,400(4)	0,911(3)	0,910(2)	0,088(12)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C25B	0,665(4)	0,533(3)	0,266(2)	0,099(16)
C26A	0,312(4)	0,869(2)	0,955(2)	0,088(12)
C26B	0,555(4)	0,534(3)	0,260(2)	0,082(11)
C31A	0,971(3)	0,9882(16)	0,2651(14)	0,033(8)
C31B	0,119(3)	0,677(2)	0,5471(17)	0,052(8)
C32A	0,002(4)	0,040(2)	0,3067(19)	0,071(10)
C32B	0,072(4)	0,605(2)	0,550(2)	0,087(12)
C33A	0,929(5)	0,102(3)	0,317(3)	0,101(16)
C33B	0,008(5)	0,571(4)	0,617(3)	0,128(18)
C34A	0,818(5)	0,116(3)	0,302(2)	0,098(19)
C34B	0,968(4)	0,610(3)	0,657(3)	0,110(15)
C35A	0,783(4)	0,063(3)	0,266(2)	0,084(13)
C35B	0,012(5)	0,680(4)	0,654(3)	0,17(2)
C36A	0,859(4)	0,005(3)	0,247(2)	0,072(14)
C36B	0,084(4)	0,718(3)	0,592(2)	0,101(14)
C41A	0,161(3)	0,9690(19)	0,1842(16)	0,048(8)
C41B	0,286(4)	0,790(2)	0,5116(19)	0,057(12)
C42A	0,148(3)	0,0641(17)	0,1532(15)	0,043(7)
C42B	0,243(3)	0,877(2)	0,4990(18)	0,064(10)
C43A	0,217(3)	0,109(3)	0,1005(17)	0,062(11)
C43B	0,295(4)	0,938(3)	0,5229(19)	0,079(12)
C44A	0,299(4)	0,062(2)	0,0755(18)	0,071(12)
C44B	0,397(5)	0,912(3)	0,554(2)	0,110(16)
C45A	0,313(4)	0,968(2)	0,1088(19)	0,076(13)
C45B	0,448(8)	0,830(6)	0,570(5)	0,24(4)
C46A	0,252(3)	0,921(2)	0,1640(15)	0,049(9)
C46B	0,390(5)	0,764(4)	0,551(3)	0,143(19)
C51A	0,420(3)	0,638(2)	0,0993(18)	0,045(9)
C51B	0,306(4)	0,837(2)	0,3325(16)	0,051(11)
C52A	0,502(4)	0,594(3)	0,072(2)	0,069(12)
C52B	0,386(3)	0,786(2)	0,3129(17)	0,050(9)
C53A	0,601(5)	0,619(4)	0,049(3)	0,104(17)
C53B	0,490(3)	0,802(2)	0,2953(19)	0,065(12)
C54A	0,643(5)	0,680(3)	0,058(3)	0,073(14)
C54B	0,524(4)	0,883(2)	0,2949(17)	0,065(12)
C55A	0,579(5)	0,732(3)	0,090(3)	0,101(19)
C55B	0,446(4)	0,941(2)	0,3121(19)	0,060(10)
C56A	0,473(4)	0,709(3)	0,112(2)	0,063(11)
C56B	0,339(3)	0,919(2)	0,3301(17)	0,050(9)
C61B	0,987(3)	0,780(2)	0,392(2)	0,046(11)
C62B	0,947(3)	0,712(3)	0,377(2)	0,078(15)
C63B	0,840(4)	0,688(3)	0,395(2)	0,063(10)
C64B	0,780(4)	0,730(3)	0,424(2)	0,075(12)
C65B	0,814(4)	0,796(2)	0,444(2)	0,070(13)
C66B	0,915(4)	0,828(2)	0,425(2)	0,070(14)
F52A	0,477(2)	0,518(2)	0,0665(16)	0,114(10)
F52B	0,3606(19)	0,7089(11)	0,3080(12)	0,076(7)
F53A	0,682(3)	0,5604(19)	0,0255(15)	0,127(10)
F53B	0,566(2)	0,7441(18)	0,2779(14)	0,114(9)
F54A	0,253(3)	0,294(2)	0,9596(18)	0,136(11)
F54B	0,631(2)	0,8967(16)	0,2763(17)	0,133(12)
F55A	0,604(3)	0,806(2)	0,0957(18)	0,133(14)
F55B	0,485(2)	0,0163(15)	0,3102(15)	0,102(9)
F56A	0,398(3)	0,7636(15)	0,1332(16)	0,096(10)
F56B	0,271(2)	0,9857(13)	0,3443(12)	0,074(7)
F62B	0,013(2)	0,6643(14)	0,3426(12)	0,079(7)
F63B	0,805(2)	0,6239(16)	0,3756(15)	0,112(10)
F64B	0,667(3)	0,7126(18)	0,4448(15)	0,110(9)
F65B	0,745(3)	0,8401(19)	0,4823(16)	0,138(10)
F66B	0,949(2)	0,8861(14)	0,4467(13)	0,075(7)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^* \cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^* \cos\beta + 2U_{23}cb^*c^* \cos\alpha] \quad [92]$$
Tabelle 15.53.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>{μ-(dpppe)}<sub>2</sub>Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
PtA	0,0481(13)	0,0473(9)	0,0466(11)	-0,0172(8)	0,0008(9)	-0,0048(8)
PtB	0,0489(13)	0,0415(9)	0,0441(10)	-0,0140(7)	-0,0004(8)	-0,0094(8)
P1A	0,057(8)	0,048(5)	0,042(5)	-0,013(4)	0,006(5)	-0,005(5)
P1B	0,051(7)	0,048(5)	0,044(5)	-0,031(4)	-0,002(4)	-0,004(4)
P2A	0,061(8)	0,046(5)	0,050(6)	-0,023(4)	-0,001(5)	-0,014(5)
P2B	0,054(7)	0,038(5)	0,070(7)	-0,031(4)	0,011(5)	-0,013(4)
C1A	0,076(9)	0,071(7)	0,077(7)	-0,013(6)	0,009(6)	-0,015(6)
C1A	0,04(2)	0,014(14)	0,07(2)	-0,007(14)	-0,013(18)	0,010(14)
C1B	0,08(3)	0,054(18)	0,048(19)	-0,040(15)	-0,007(17)	0,019(18)
C2A	0,08(3)	0,06(2)	0,09(3)	-0,050(19)	0,00(2)	-0,01(2)
C2B	0,08(3)	0,050(18)	0,023(16)	-0,005(14)	0,002(16)	-0,018(18)
C3A	0,03(3)	0,10(3)	0,10(3)	-0,08(3)	0,02(2)	-0,02(2)
C3B	0,06(3)	0,06(2)	0,06(2)	-0,030(17)	-0,010(19)	0,014(19)
C4A	0,09(3)	0,07(2)	0,05(2)	-0,005(18)	-0,05(2)	-0,01(2)
C4B	0,08(3)	0,05(2)	0,05(2)	-0,005(17)	0,00(2)	0,03(2)
C5A	0,06(2)	0,027(15)	0,036(17)	-0,015(13)	-0,021(16)	0,010(14)
C5B	0,11(4)	0,045(19)	0,06(2)	-0,045(17)	-0,02(2)	0,01(2)
C11A	0,05(3)	0,07(2)	0,05(2)	-0,040(19)	-0,002(18)	-0,01(2)
C11B	0,07(3)	0,032(16)	0,07(2)	-0,018(16)	0,018(19)	-0,027(16)
C12A	0,08(3)	0,06(2)	0,07(3)	-0,02(2)	-0,01(2)	-0,01(2)
C12B	0,07(3)	0,043(19)	0,11(3)	-0,05(2)	-0,01(2)	-0,015(17)
C13A	0,13(5)	0,08(3)	0,09(3)	-0,03(3)	0,04(3)	-0,05(3)
C13B	0,11(4)	0,07(2)	0,09(3)	-0,05(2)	0,03(2)	-0,05(2)
C14A	0,07(3)	0,06(2)	0,06(2)	-0,008(19)	-0,04(2)	0,01(2)
C15A	0,16(5)	0,05(2)	0,05(2)	-0,037(18)	-0,03(2)	0,02(2)
C21B	0,03(2)	0,061(19)	0,047(19)	-0,021(16)	-0,005(14)	0,002(16)
C22B	0,07(4)	0,09(3)	0,12(4)	-0,06(3)	0,05(3)	0,00(2)
C24B	0,05(4)	0,15(5)	0,19(6)	-0,09(4)	-0,03(4)	0,00(3)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C25B	0,05(3)	0,13(4)	0,15(4)	-0,09(3)	-0,04(3)	0,00(3)
C31A	0,04(2)	0,025(14)	0,038(16)	-0,027(12)	-0,005(14)	0,016(14)
C33A	0,10(5)	0,06(3)	0,14(4)	-0,05(3)	0,03(3)	-0,01(3)
C34A	0,10(4)	0,09(3)	0,06(3)	0,02(2)	0,02(3)	0,00(3)
C36A	0,05(3)	0,10(3)	0,05(2)	-0,02(2)	0,00(2)	0,01(3)
C41B	0,08(3)	0,037(19)	0,05(2)	-0,013(16)	-0,01(2)	-0,002(19)
C43A	0,06(3)	0,09(3)	0,05(2)	-0,05(2)	0,001(18)	0,00(2)
C44A	0,09(3)	0,07(2)	0,04(2)	0,005(19)	0,02(2)	-0,05(2)
C45A	0,10(4)	0,09(3)	0,06(2)	-0,05(2)	-0,03(2)	-0,01(2)
C46A	0,06(3)	0,06(2)	0,025(16)	-0,010(14)	0,028(15)	-0,025(17)
C51B	0,07(3)	0,07(2)	0,023(17)	-0,017(15)	0,003(16)	-0,03(2)
C52B	0,05(3)	0,05(2)	0,05(2)	-0,024(16)	0,015(17)	-0,005(18)
C53B	0,06(3)	0,041(19)	0,07(2)	-0,005(17)	0,00(2)	0,035(19)
C54B	0,07(3)	0,06(2)	0,041(19)	0,010(16)	0,025(18)	-0,04(2)
C55A	0,12(5)	0,06(3)	0,13(4)	-0,02(3)	-0,01(3)	-0,04(3)
C61B	0,02(2)	0,023(16)	0,09(3)	-0,016(16)	-0,001(17)	0,000(14)
C62B	0,04(3)	0,06(2)	0,08(3)	0,03(2)	0,01(2)	-0,01(2)
C65B	0,07(3)	0,05(2)	0,10(3)	-0,04(2)	0,04(2)	0,01(2)
C66B	0,10(4)	0,030(19)	0,07(3)	-0,012(18)	0,03(2)	0,00(2)
F52A	0,06(2)	0,16(2)	0,16(3)	-0,11(2)	0,009(17)	0,011(18)
F52B	0,091(19)	0,039(10)	0,120(18)	-0,055(11)	0,046(14)	-0,021(10)
F54B	0,051(19)	0,114(18)	0,21(3)	-0,017(17)	0,013(17)	-0,051(14)
F55A	0,17(4)	0,11(2)	0,13(3)	-0,028(19)	0,00(2)	-0,07(2)
F55B	0,11(2)	0,080(15)	0,15(2)	-0,061(15)	0,026(17)	-0,055(14)
F56A	0,11(3)	0,053(13)	0,14(2)	-0,050(14)	-0,009(18)	-0,005(14)
F56B	0,10(2)	0,051(12)	0,083(15)	-0,028(11)	0,037(13)	-0,041(12)
F62B	0,077(19)	0,074(14)	0,099(17)	-0,041(12)	-0,001(13)	-0,025(12)
F63B	0,10(2)	0,087(16)	0,15(2)	-0,031(16)	0,011(17)	-0,054(15)
F66B	0,085(19)	0,065(13)	0,100(16)	-0,060(12)	0,036(13)	-0,017(12)

Tabelle 15.54.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *trans*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe) $\}_2$ Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,137	0,8337	0,0636	0,054
H1A2	0,0766	0,8554	-0,0113	0,054
H1B1	0,3093	0,5744	0,3045	0,068
H1B2	0,2174	0,5125	0,3131	0,068
H2A1	1,0169	0,7373	0,1206	0,081
H2A2	0,9573	0,7564	0,0456	0,081
H2B1	0,4135	0,4153	0,3814	0,065
H2B2	0,2932	0,4121	0,4125	0,065
H3A1	0,8924	0,9092	0,032	0,08
H3A2	0,8506	0,8439	0,1054	0,08
H3B1	0,4053	0,4644	0,4813	0,075
H3B2	0,4337	0,5423	0,4104	0,075
H4A1	0,9081	0,967	0,1187	0,089
H4A2	0,0281	0,9409	0,0952	0,089
H4B1	0,2292	0,5336	0,4761	0,084
H4B2	0,2483	0,6081	0,4005	0,084
H5A1	0,0458	0,8033	0,203	0,049
H5A2	0,9307	0,8378	0,2273	0,049
H5B1	0,3882	0,6514	0,4661	0,082
H5B2	0,3347	0,5923	0,5378	0,082
H12A	0,1617	0,5458	1,0221	0,085
H12B	0,2926	0,4176	0,1281	0,078
H13A	0,0811	0,4986	0,942	0,116
H13B	0,2662	0,2811	0,1286	0,095
H14A	-0,0099	0,6056	0,8307	0,084
H14B	0,2546	0,1608	0,2387	0,105
H15A	-0,0106	0,7568	0,8112	0,103
H15B	0,2768	0,1757	0,3476	0,067
H16A	0,0913	0,8018	0,879	0,111
H16B	0,3121	0,3195	0,3475	0,092
H22A	0,3604	0,6872	0,927	0,092
H22B	0,5269	0,3674	0,2153	0,109
H23A	0,4994	0,7643	0,8493	0,131
H23B	0,7332	0,3613	0,2182	0,12
H24A	0,5105	0,8982	0,8475	0,101
H24B	0,8082	0,4575	0,2635	0,152
H25A	0,4144	0,9684	0,9048	0,106
H25B	0,6945	0,5772	0,2767	0,119
H26A	0,2694	0,9006	0,9802	0,106
H26B	0,5106	0,5829	0,2655	0,098
H32A	0,0742	0,0287	0,3262	0,085
H32B	0,0786	0,5802	0,5138	0,104
H33A	0,9558	0,1403	0,3369	0,121
H33B	-0,0029	0,5107	0,6314	0,154
H34A	0,7685	0,1566	0,314	0,118
H34B	0,9089	0,59	0,6874	0,132
H35A	0,7075	0,0674	0,2546	0,101
H35B	-0,0001	0,7053	0,6897	0,198
H36A	0,8326	-0,0254	0,2201	0,087
H36B	0,1053	0,7737	0,584	0,122
H42A	0,0913	0,0973	0,1689	0,051
H42B	0,1753	0,8999	0,4731	0,077
H43A	0,2087	0,1714	0,0818	0,075
H43B	0,2578	0,9953	0,5162	0,095
H44A	0,3433	0,0913	0,0376	0,086
H44B	0,432	0,9531	0,5654	0,132
H45A	0,3681	0,935	0,0917	0,091
H45B	0,518	0,8123	0,5936	0,287
H46A	0,2695	0,8592	0,1881	0,059
H46B	0,4243	0,7043	0,5643	0,172

## 15.21. trans-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 15.55.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von trans-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$\bar{U}_{eq}$
Pt	0,72753(2)	0,50701(3)	0,751928(18)	0,03271(10)
P1	0,65051(13)	0,33218(17)	0,75577(12)	0,0342(4)
P2	0,79267(13)	0,68632(17)	0,75130(11)	0,0339(4)
Cl	0,53171(14)	0,62340(19)	0,72918(14)	0,0517(5)
C1	0,5017(5)	0,3105(7)	0,8343(5)	0,0411(17)
C2	0,4914(6)	0,3458(8)	0,9205(5)	0,051(2)
C3	0,3992(6)	0,2793(8)	0,9981(5)	0,0466(18)
C4	0,6301(6)	0,6698(8)	0,9204(5)	0,0472(18)
C5	0,6930(5)	0,7586(7)	0,8361(5)	0,0415(17)
C11	0,7526(6)	0,1871(7)	0,7879(5)	0,0439(18)
C12	0,7301(8)	0,1077(8)	0,8733(7)	0,062(2)
C13	0,8160(9)	0,0019(10)	0,8987(8)	0,080(3)
C14	0,9223(9)	0,9801(10)	0,8400(9)	0,079(3)
C15	0,9460(8)	0,0558(10)	0,7546(9)	0,078(3)
C16	0,8605(6)	0,1608(8)	0,7293(6)	0,056(2)
C21	0,6224(5)	0,3334(7)	0,6476(5)	0,0430(18)
C22	0,5403(7)	0,2628(11)	0,6425(6)	0,077(3)
C23	0,5183(9)	0,2665(13)	0,5596(7)	0,095(4)
C24	0,5790(9)	0,3375(12)	0,4849(7)	0,085(3)
C25	0,6619(12)	0,4060(12)	0,4895(7)	0,093(3)
C26	0,6842(9)	0,4063(10)	0,5700(6)	0,072(3)
C31	0,7960(6)	0,8037(7)	0,6450(5)	0,0450(17)
C32	0,8062(11)	0,7708(11)	0,5682(6)	0,088(3)
C33	0,8132(14)	0,8586(14)	0,4864(8)	0,124(5)
C34	0,8083(13)	0,9808(14)	0,4824(8)	0,114(4)
C35	0,7970(11)	0,0156(11)	0,5573(8)	0,091(3)
C36	0,7901(8)	0,9281(9)	0,6387(7)	0,071(2)
C41	0,9493(5)	0,6693(7)	0,7741(5)	0,0428(17)
C42	0,9678(7)	0,6296(9)	0,8608(7)	0,066(3)
C43	0,0850(8)	0,6066(10)	0,8825(8)	0,084(3)
C44	0,1863(8)	0,6235(11)	0,8145(10)	0,090(4)
C45	0,1717(8)	0,6670(13)	0,7261(10)	0,107(5)
C46	0,0524(7)	0,6892(10)	0,7053(7)	0,075(3)
C51	0,8933(6)	0,4089(7)	0,7743(6)	0,048(2)
C52	0,9149(6)	0,3497(8)	0,8580(6)	0,056(2)
C53	0,0273(9)	0,2825(10)	0,8751(8)	0,079(3)
C54	0,1261(9)	0,2757(11)	0,8092(12)	0,095(4)
C55	0,1123(7)	0,3328(11)	0,7234(11)	0,092(4)
C56	0,9960(6)	0,4023(9)	0,7038(8)	0,062(2)
F52	0,8210(4)	0,3497(5)	0,9296(3)	0,0786(16)
F53	0,0412(7)	0,2238(7)	0,9601(6)	0,139(3)
F54	0,2377(5)	0,2126(7)	0,8223(7)	0,144(4)
F55	0,2073(4)	0,3305(7)	0,6510(6)	0,137(3)
F56	0,9877(5)	0,4587(6)	0,6210(5)	0,097(2)
OA	0,4435(9)	0,9927(10)	0,8407(10)	0,171(6)
C1A	0,379(2)	0,9592(17)	0,7201(14)	0,173(8)
C2A	0,3731(12)	0,9494(12)	0,8154(12)	0,109(5)
C3A	0,7235(18)	0,119(2)	0,1163(14)	0,184(9)

$$\bar{U}_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^* \cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^* \cos\beta + 2U_{23}cb^*c^* \cos\alpha] \quad [92]$$

Tabelle 15.56.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von trans-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>) $\{\mu$ -(dpppe)}<sub>2</sub>PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)] · 2 Aceton

Atom	$\bar{U}_{11}$	$\bar{U}_{22}$	$\bar{U}_{33}$	$\bar{U}_{23}$	$\bar{U}_{13}$	$\bar{U}_{12}$
Pt	0,03060(12)	0,03850(17)	0,03080(14)	-0,01169(11)	-0,00581(8)	-0,00505(9)
P1	0,0335(8)	0,0421(12)	0,0299(9)	-0,0125(8)	-0,0053(6)	-0,0081(7)
P2	0,0345(8)	0,0386(12)	0,0288(9)	-0,0106(8)	-0,0025(6)	-0,0070(7)
Cl	0,0421(9)	0,0603(14)	0,0584(12)	-0,0195(10)	-0,0227(8)	0,0021(8)
C1	0,039(3)	0,055(5)	0,035(4)	-0,019(4)	-0,003(3)	-0,015(3)
C2	0,046(4)	0,068(6)	0,047(5)	-0,029(4)	0,001(3)	-0,019(3)
C3	0,045(4)	0,062(6)	0,040(4)	-0,024(4)	0,003(3)	-0,020(3)
C4	0,046(4)	0,058(6)	0,036(4)	-0,014(4)	0,007(3)	-0,019(3)
C5	0,039(3)	0,047(5)	0,040(4)	-0,020(4)	0,003(3)	-0,006(3)
C11	0,048(4)	0,038(5)	0,050(5)	-0,010(4)	-0,016(3)	-0,012(3)
C12	0,071(5)	0,049(6)	0,068(6)	-0,008(5)	-0,026(4)	-0,010(4)
C13	0,094(7)	0,050(7)	0,096(9)	0,003(6)	-0,044(6)	-0,016(5)
C14	0,080(6)	0,047(7)	0,118(10)	-0,015(7)	-0,053(6)	0,001(5)
C15	0,057(5)	0,074(8)	0,110(10)	-0,036(7)	-0,021(5)	0,002(5)
C16	0,052(4)	0,049(6)	0,072(6)	-0,025(5)	-0,013(4)	-0,001(3)
C21	0,038(3)	0,057(5)	0,037(4)	-0,022(4)	-0,005(3)	-0,002(3)
C22	0,072(5)	0,127(10)	0,054(6)	-0,043(6)	-0,002(4)	-0,045(5)
C23	0,085(6)	0,170(13)	0,064(7)	-0,064(8)	-0,016(5)	-0,042(7)
C24	0,097(7)	0,126(10)	0,046(6)	-0,044(7)	-0,031(5)	0,010(6)
C25	0,158(10)	0,092(9)	0,033(5)	-0,014(6)	-0,023(5)	-0,027(7)
C26	0,106(7)	0,071(7)	0,045(5)	-0,019(5)	-0,002(4)	-0,034(5)
C31	0,054(4)	0,041(5)	0,037(4)	-0,004(4)	-0,005(3)	-0,016(3)
C32	0,170(10)	0,065(8)	0,032(5)	-0,009(5)	-0,012(5)	-0,038(6)
C33	0,255(16)	0,086(11)	0,035(6)	0,005(6)	-0,025(7)	-0,068(10)
C34	0,212(14)	0,081(11)	0,042(7)	0,022(6)	-0,039(7)	-0,045(9)
C35	0,158(10)	0,047(7)	0,063(7)	0,006(6)	-0,029(6)	-0,022(6)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C36	0,113(7)	0,053(7)	0,047(6)	-0,005(5)	-0,019(4)	-0,021(5)
C41	0,037(3)	0,043(5)	0,053(5)	-0,018(4)	-0,005(3)	-0,012(3)
C42	0,044(4)	0,076(7)	0,078(7)	-0,012(5)	-0,018(4)	-0,010(4)
C43	0,065(6)	0,094(9)	0,101(9)	-0,018(7)	-0,040(5)	-0,017(5)
C44	0,049(5)	0,104(9)	0,138(12)	-0,053(9)	-0,035(6)	-0,006(5)
C45	0,040(5)	0,152(13)	0,148(13)	-0,087(11)	0,013(6)	-0,023(5)
C46	0,052(5)	0,104(9)	0,079(7)	-0,046(7)	0,005(4)	-0,021(4)
C51	0,036(3)	0,041(5)	0,073(6)	-0,024(4)	-0,013(3)	-0,001(3)
C52	0,050(4)	0,056(6)	0,069(6)	-0,022(5)	-0,030(4)	0,006(3)
C53	0,076(6)	0,064(7)	0,108(9)	-0,020(7)	-0,054(6)	0,010(5)
C54	0,050(6)	0,075(8)	0,175(15)	-0,044(9)	-0,055(7)	0,013(5)
C55	0,031(4)	0,076(8)	0,177(14)	-0,068(9)	0,010(6)	-0,010(4)
C56	0,043(4)	0,053(6)	0,086(8)	-0,029(6)	0,004(4)	-0,006(3)
F52	0,081(3)	0,094(4)	0,049(3)	-0,005(3)	-0,026(2)	0,010(3)
F53	0,140(5)	0,132(7)	0,147(7)	-0,018(6)	-0,104(5)	0,042(5)
F54	0,064(3)	0,112(6)	0,279(11)	-0,075(6)	-0,083(5)	0,034(3)
F55	0,048(3)	0,138(7)	0,213(9)	-0,079(6)	0,035(4)	-0,004(3)
F56	0,071(3)	0,115(5)	0,081(5)	-0,027(4)	0,026(3)	-0,008(3)
OA	0,125(7)	0,115(9)	0,317(18)	-0,086(10)	-0,121(9)	0,021(6)
C1A	0,29(2)	0,096(14)	0,129(17)	-0,015(12)	-0,078(15)	0,001(13)
C2A	0,099(8)	0,059(8)	0,176(16)	-0,033(9)	-0,065(9)	0,022(6)
C3A	0,213(18)	0,21(2)	0,153(19)	-0,017(17)	-0,043(14)	-0,112(16)

Tabelle 15.57.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von  $\text{trans-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)\{\mu\text{-}(\text{dpppe})\}_2\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)] \cdot 2$  Aceton

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,4347	0,3596	0,8047	0,049
H1B	0,4896	0,2243	0,8493	0,049
H2A	0,5730	0,3271	0,9366	0,061
H2B	0,4662	0,4343	0,9102	0,061
H3A	0,4325	0,1924	0,0156	0,056
H3B	0,3221	0,2848	0,9782	0,056
H4A	0,5531	0,6538	0,9102	0,057
H4B	0,6844	0,5918	0,9324	0,057
H5A	0,7431	0,8045	0,8535	0,050
H5B	0,6286	0,8177	0,8092	0,050
H12	0,6580	0,1243	0,9139	0,074
H13	0,7998	-0,0526	0,9554	0,095
H14	0,9807	0,9123	0,8579	0,095
H15	0,0177	0,0377	0,7142	0,094
H16	0,8769	0,2135	0,6720	0,068
H22	0,4991	0,2122	0,6944	0,092
H23	0,4611	0,2194	0,5562	0,114
H24	0,5641	0,3397	0,4295	0,102
H25	0,7047	0,4540	0,4369	0,111
H26	0,7404	0,4552	0,5723	0,087
H32	0,8084	0,6880	0,5708	0,106
H33	0,8213	0,8348	0,4343	0,149
H34	0,8128	0,0399	0,4274	0,137
H35	0,7939	0,0986	0,5543	0,110
H36	0,7813	0,9530	0,6904	0,085
H42	0,8984	0,6176	0,9070	0,080
H43	0,0942	0,5803	0,9420	0,101
H44	0,2660	0,6057	0,8275	0,108
H45	0,2413	0,6814	0,6803	0,128
H46	0,0427	0,7170	0,6460	0,090
H1A1	0,3962	0,8779	0,7109	0,260
H1A2	0,4447	0,0066	0,6837	0,260
H1A3	0,3010	0,9995	0,7037	0,260
H3A1	0,7114	0,2033	0,1202	0,276
H3A2	0,7165	0,1190	0,0577	0,276
H3A3	0,8049	0,0805	0,1271	0,276

## 15.22. $\text{cis-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppbe})]$

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 15.58.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$   $\text{pm}^2$  der Atome von  $\text{cis-}[\text{PtCl}(\text{C}_6\text{F}_5)(\text{dppbe})]$

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,70870(5)	0,94193(5)	0,27165(3)	0,0202(2)
Cl	0,9366(3)	0,1042(4)	0,34461(17)	0,0313(8)
P1	0,5009(3)	0,7867(3)	0,20007(17)	0,0184(7)
P2	0,6519(4)	0,7524(4)	0,34977(18)	0,0209(7)
C1	0,4243(13)	0,6026(14)	0,2374(7)	0,022(3)
C2	0,4942(14)	0,5872(14)	0,3015(7)	0,026(3)
C3	0,4427(14)	0,4489(14)	0,3321(8)	0,033(3)
C4	0,3202(15)	0,3277(14)	0,2980(9)	0,039(4)
C5	0,2475(15)	0,3423(15)	0,2318(8)	0,037(4)
C6	0,2990(14)	0,4795(13)	0,2010(8)	0,029(3)
C11	0,5508(13)	0,7687(13)	0,1047(7)	0,022(3)
C12	0,6066(13)	0,6697(14)	0,0897(7)	0,026(3)
C13	0,6675(17)	0,6676(17)	0,0187(8)	0,042(4)
C14	0,6731(15)	0,7695(16)	-0,0329(8)	0,037(4)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C15	0,6203(17)	0,8688(18)	-0,0177(8)	0,042(4)
C16	0,5581(18)	0,8693(17)	0,0512(8)	0,044(4)
C21	0,3309(13)	0,8222(13)	0,1967(7)	0,023(3)
C22	0,2220(16)	0,7724(17)	0,1359(8)	0,042(4)
C23	0,0844(17)	0,7896(19)	0,1395(8)	0,047(4)
C24	0,0587(16)	0,8551(16)	0,2006(9)	0,040(4)
C25	0,1697(15)	0,9036(15)	0,2615(9)	0,038(4)
C26	0,3053(16)	0,8877(15)	0,2566(8)	0,035(3)
C31	0,8059(14)	0,6958(14)	0,3738(7)	0,027(3)
C32	0,8317(13)	0,6099(16)	0,3220(7)	0,028(3)
C33	0,9439(16)	0,5641(18)	0,3403(9)	0,046(4)
C34	0,0255(16)	0,6018(16)	0,4058(9)	0,044(4)
C35	0,0037(16)	0,6899(16)	0,4586(9)	0,043(4)
C36	0,8885(14)	0,7376(15)	0,4422(8)	0,034(3)
C41	0,5779(13)	0,7771(14)	0,4384(7)	0,026(3)
C42	0,4370(14)	0,6751(16)	0,4651(7)	0,034(3)
C43	0,3873(15)	0,7079(17)	0,5325(8)	0,038(4)
C44	0,4723(17)	0,8376(18)	0,5729(8)	0,044(4)
C45	0,6130(18)	0,9388(18)	0,5463(9)	0,050(4)
C46	0,6657(17)	0,9115(17)	0,4793(8)	0,044(4)
C51	0,7513(12)	0,1094(12)	0,1975(7)	0,019(3)
C52	0,8549(18)	0,1377(18)	0,1417(8)	0,045(4)
C53	0,8892(14)	0,2504(15)	0,0928(7)	0,027(3)
C54	0,8221(18)	0,3383(16)	0,0967(8)	0,040(4)
C55	0,7142(18)	0,3132(17)	0,1534(8)	0,041(4)
C56	0,6856(14)	0,2061(14)	0,2008(7)	0,026(3)
F52	0,9281(9)	0,0541(10)	0,1318(5)	0,047(2)
F53	0,9936(10)	0,2726(11)	0,0404(5)	0,059(3)
F54	0,8493(11)	0,4464(10)	0,0488(5)	0,059(3)
F55	0,6439(12)	0,4022(10)	0,1580(5)	0,063(3)
F56	0,5858(10)	0,1924(10)	0,2549(4)	0,048(2)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^*cos\gamma + 2U_{13}aca^*c^*cos\beta + 2U_{23}cb^*c^*cos\alpha] [92]$$
Tabelle 15.59.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,0201(3)	0,0204(3)	0,0185(3)	0,00484(19)	0,00109(17)	0,0080(2)
Cl	0,0224(16)	0,0346(19)	0,0205(17)	0,0021(14)	-0,0030(12)	-0,0002(14)
P1	0,0201(16)	0,0215(17)	0,0140(16)	0,0009(13)	-0,0016(12)	0,0103(14)
P2	0,0234(17)	0,0228(18)	0,0181(17)	0,0079(14)	0,0005(13)	0,0119(15)
C1	0,021(6)	0,027(7)	0,023(7)	0,005(6)	0,004(5)	0,017(6)
C2	0,027(7)	0,031(8)	0,024(7)	0,002(6)	0,005(5)	0,017(6)
C3	0,021(7)	0,022(7)	0,059(10)	0,009(7)	-0,007(6)	0,012(6)
C4	0,037(8)	0,015(7)	0,060(11)	0,007(7)	0,013(7)	0,007(6)
C5	0,029(8)	0,027(8)	0,041(9)	-0,002(7)	-0,002(6)	0,001(6)
C6	0,023(7)	0,018(7)	0,041(9)	0,003(6)	-0,008(6)	0,005(6)
C11	0,022(6)	0,024(7)	0,020(7)	0,006(6)	0,012(5)	0,011(6)
C12	0,017(6)	0,033(8)	0,021(7)	-0,004(6)	-0,007(5)	0,006(6)
C13	0,046(9)	0,046(10)	0,039(9)	-0,002(8)	0,012(7)	0,025(8)
C14	0,036(8)	0,047(9)	0,024(8)	0,000(7)	0,010(6)	0,015(7)
C15	0,058(10)	0,059(10)	0,023(8)	0,014(7)	0,014(7)	0,037(9)
C16	0,066(10)	0,058(11)	0,033(9)	0,006(8)	0,010(8)	0,050(9)
C21	0,016(6)	0,024(7)	0,023(7)	0,003(6)	-0,007(5)	0,005(5)
C22	0,041(9)	0,059(11)	0,034(9)	-0,001(8)	0,003(7)	0,030(8)
C23	0,046(9)	0,083(13)	0,030(9)	0,004(8)	-0,007(7)	0,046(9)
C24	0,038(8)	0,048(9)	0,057(11)	0,028(8)	0,015(7)	0,037(8)
C25	0,030(8)	0,040(9)	0,055(10)	0,008(8)	0,013(7)	0,024(7)
C26	0,036(8)	0,028(8)	0,040(9)	-0,005(7)	0,003(6)	0,014(7)
C31	0,020(7)	0,027(7)	0,032(8)	0,004(6)	-0,003(6)	0,010(6)
C32	0,009(6)	0,057(9)	0,018(7)	0,010(6)	0,000(5)	0,015(6)
C33	0,029(8)	0,066(11)	0,051(10)	0,015(9)	0,000(7)	0,030(8)
C34	0,033(8)	0,039(9)	0,064(12)	0,010(8)	-0,003(7)	0,020(7)
C35	0,042(9)	0,035(9)	0,052(10)	0,005(8)	-0,016(7)	0,020(7)
C36	0,022(7)	0,034(8)	0,042(9)	0,000(7)	-0,011(6)	0,012(6)
C41	0,016(6)	0,029(7)	0,026(7)	0,014(6)	0,001(5)	0,003(6)
C42	0,020(7)	0,049(9)	0,024(8)	-0,003(7)	-0,005(6)	0,011(7)
C43	0,016(7)	0,055(10)	0,041(9)	0,020(8)	0,000(6)	0,013(7)
C44	0,050(9)	0,069(12)	0,023(8)	0,006(8)	0,005(7)	0,036(9)
C45	0,054(10)	0,051(10)	0,043(10)	0,014(8)	0,023(8)	0,021(8)
C46	0,046(9)	0,049(10)	0,037(9)	0,011(8)	0,019(7)	0,020(8)
C51	0,006(5)	0,015(6)	0,023(7)	0,007(5)	0,005(5)	-0,006(5)
C52	0,050(9)	0,055(10)	0,035(9)	0,016(8)	0,002(7)	0,029(9)
C53	0,026(7)	0,029(7)	0,029(8)	0,014(6)	0,010(6)	0,015(6)
C54	0,053(9)	0,029(8)	0,032(9)	0,016(7)	-0,001(7)	0,014(7)
C55	0,060(10)	0,045(9)	0,037(9)	0,001(8)	0,000(7)	0,040(8)
C56	0,032(7)	0,029(7)	0,022(7)	0,002(6)	0,005(6)	0,019(6)
F52	0,046(5)	0,069(6)	0,047(5)	0,025(5)	0,021(4)	0,042(5)
F53	0,056(6)	0,074(7)	0,053(6)	0,032(5)	0,024(5)	0,032(5)
F54	0,075(6)	0,050(6)	0,052(6)	0,032(5)	0,020(5)	0,028(5)
F55	0,105(8)	0,058(6)	0,059(6)	0,015(5)	0,020(6)	0,065(6)
F56	0,080(6)	0,054(6)	0,034(5)	0,015(4)	0,026(4)	0,048(5)

Tabelle 15.60.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[PtCl(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)(dppbe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H3	0,4923	0,4397	0,3760	0,040
H4	0,2851	0,2358	0,3186	0,047
H5	0,1639	0,2597	0,2082	0,044
H6	0,2508	0,4893	0,1568	0,035
H12	0,6047	0,6045	0,1257	0,031



Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H13	0,7030	0,5993	0,0070	0,050
H14	0,7141	0,7695	-0,0791	0,044
H15	0,6257	0,9362	-0,0531	0,051
H16	0,5211	0,9370	0,0617	0,053
H22	0,2394	0,7285	0,0936	0,050
H23	0,0098	0,7555	0,0993	0,056
H24	-0,0316	0,8676	0,2018	0,049
H25	0,1528	0,9456	0,3045	0,045
H26	0,3812	0,9236	0,2962	0,042
H32	0,7754	0,5830	0,2759	0,034
H33	0,9626	0,5056	0,3057	0,055
H34	0,0990	0,5681	0,4164	0,053
H35	0,0630	0,7173	0,5039	0,051
H36	0,8694	0,7957	0,4768	0,040
H42	0,3757	0,5857	0,4388	0,040
H43	0,2924	0,6384	0,5503	0,046
H44	0,4362	0,8570	0,6171	0,053
H45	0,6739	0,0271	0,5735	0,060
H46	0,7597	0,9827	0,4616	0,053

## 15.23. cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 4e.

Tabelle 15.61.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt	0,493186(17)	0,277173(16)	0,218597(18)	0,02559(10)
P1	0,36113(11)	0,27460(12)	0,26282(12)	0,0279(4)
P2	0,49797(12)	0,12586(11)	0,24038(12)	0,0262(5)
C1	0,3607(4)	0,1678(4)	0,3205(4)	0,0264(16)
C2	0,4270(4)	0,1016(4)	0,3143(4)	0,0267(17)
C3	0,4304(4)	0,0219(4)	0,3599(4)	0,0319(18)
C4	0,3716(5)	0,0072(4)	0,4101(5)	0,038(2)
C5	0,3049(5)	0,0714(5)	0,4152(5)	0,045(2)
C6	0,3001(5)	0,1511(4)	0,3701(5)	0,040(2)
C11	0,2548(4)	0,2743(4)	0,1841(5)	0,0309(17)
C12	0,2554(5)	0,2620(4)	0,1004(5)	0,046(2)
C13	0,1725(7)	0,2543(5)	0,0397(6)	0,074(3)
C14	0,0909(8)	0,2602(6)	0,0631(9)	0,098(5)
C15	0,0894(6)	0,2734(6)	0,1442(9)	0,088(4)
C16	0,1696(5)	0,2804(4)	0,2055(6)	0,050(2)
C21	0,3479(4)	0,3621(4)	0,3346(4)	0,0253(17)
C22	0,3127(4)	0,4459(5)	0,3055(5)	0,041(2)
C23	0,3119(5)	0,5162(5)	0,3600(6)	0,056(3)
C24	0,3489(6)	0,5060(5)	0,4442(6)	0,060(3)
C25	0,3839(6)	0,4247(5)	0,4759(6)	0,067(3)
C26	0,3821(5)	0,3542(5)	0,4194(6)	0,054(2)
C31	0,4506(4)	0,0560(4)	0,1491(4)	0,0253(17)
C32	0,4191(5)	0,0960(4)	0,0716(5)	0,0369(19)
C33	0,3790(5)	0,0442(5)	0,0024(5)	0,044(2)
C34	0,3709(5)	0,9520(5)	0,0104(5)	0,047(2)
C35	0,4045(5)	0,9115(5)	0,0867(5)	0,043(2)
C36	0,4443(4)	0,9615(4)	0,1567(5)	0,037(2)
C41	0,6081(4)	0,0780(4)	0,2858(5)	0,0295(18)
C42	0,6627(5)	0,0437(4)	0,2345(5)	0,041(2)
C43	0,7515(5)	0,0195(5)	0,2642(6)	0,056(2)
C44	0,7900(5)	0,0296(5)	0,3477(6)	0,048(2)
C45	0,7406(5)	0,0642(5)	0,4004(5)	0,052(2)
C46	0,6485(5)	0,0891(4)	0,3676(5)	0,043(2)
C51	0,4868(4)	0,4163(4)	0,1983(5)	0,0245(18)
C52	0,4519(4)	0,4526(4)	0,1216(5)	0,0305(19)
C53	0,4462(5)	0,5428(5)	0,1049(5)	0,040(2)
C54	0,4754(5)	0,6022(4)	0,1693(6)	0,043(2)
C55	0,5134(5)	0,5695(5)	0,2463(5)	0,042(2)
C56	0,5174(5)	0,4784(5)	0,2591(5)	0,040(2)
C61	0,6197(4)	0,2802(4)	0,1882(5)	0,0259(16)
C62	0,6317(5)	0,2711(4)	0,1092(5)	0,0374(19)
C63	0,7143(6)	0,2745(5)	0,0891(6)	0,054(2)
C64	0,7919(6)	0,2893(6)	0,1496(8)	0,065(3)
C65	0,7860(5)	0,2971(5)	0,2295(8)	0,062(3)
C66	0,6996(5)	0,2920(5)	0,2495(6)	0,047(2)
F52	0,4179(3)	0,3977(3)	0,0550(3)	0,0626(14)
F53	0,4053(3)	0,5745(3)	0,0282(3)	0,0729(15)
F54	0,4704(3)	0,6924(3)	0,1573(4)	0,0879(17)
F55	0,5498(3)	0,6264(3)	0,3116(3)	0,0856(17)
F56	0,5595(3)	0,4490(3)	0,3404(3)	0,0632(14)
F62	0,5590(3)	0,2563(3)	0,0444(3)	0,0581(12)
F63	0,7229(3)	0,2661(3)	0,0093(4)	0,0900(17)
F64	0,8751(3)	0,2989(3)	0,1330(4)	0,117(2)
F65	0,8598(3)	0,3140(3)	0,2950(4)	0,101(2)
F66	0,6957(3)	0,3039(3)	0,3321(3)	0,0637(14)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 15.62.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt	0,02981(15)	0,01779(13)	0,03352(18)	0,00128(16)	0,01620(11)	0,00013(15)
P1	0,0274(9)	0,0207(9)	0,0415(12)	0,0038(10)	0,0197(9)	0,0022(9)
P2	0,0270(10)	0,0195(9)	0,0374(13)	-0,0018(9)	0,0182(10)	0,0013(8)
C1	0,031(4)	0,021(4)	0,035(5)	0,002(3)	0,023(4)	-0,001(3)
C2	0,032(4)	0,025(4)	0,027(5)	0,000(3)	0,014(3)	-0,002(3)
C3	0,039(4)	0,026(4)	0,035(5)	0,009(4)	0,018(4)	0,002(3)
C4	0,045(5)	0,022(4)	0,050(6)	0,016(4)	0,021(4)	0,008(3)
C5	0,052(5)	0,041(5)	0,055(6)	0,010(4)	0,041(4)	0,003(4)
C6	0,048(5)	0,023(4)	0,060(6)	0,008(4)	0,032(4)	0,010(3)
C11	0,034(4)	0,014(3)	0,045(5)	0,001(4)	0,010(4)	0,000(3)
C12	0,058(5)	0,021(4)	0,055(6)	-0,003(4)	0,005(5)	0,001(4)
C13	0,090(7)	0,039(6)	0,067(7)	0,000(5)	-0,032(7)	-0,004(5)
C14	0,068(8)	0,044(6)	0,150(13)	0,019(8)	-0,040(9)	-0,018(6)
C15	0,040(6)	0,053(6)	0,154(11)	0,046(9)	-0,010(8)	-0,015(5)
C16	0,042(5)	0,032(4)	0,081(7)	0,023(5)	0,024(5)	0,000(4)
C21	0,031(4)	0,025(4)	0,026(5)	-0,003(3)	0,020(4)	0,008(3)
C22	0,044(5)	0,038(5)	0,045(6)	0,002(4)	0,018(4)	0,013(4)
C23	0,061(6)	0,019(4)	0,093(8)	-0,006(5)	0,027(6)	0,007(4)
C24	0,067(6)	0,042(6)	0,072(8)	-0,006(5)	0,015(6)	0,002(4)
C25	0,096(7)	0,047(5)	0,054(7)	-0,009(5)	0,014(5)	0,019(5)
C26	0,061(6)	0,028(5)	0,074(7)	-0,010(5)	0,017(5)	0,013(4)
C31	0,027(4)	0,021(4)	0,033(5)	-0,002(4)	0,018(4)	0,001(3)
C32	0,058(5)	0,022(4)	0,037(5)	-0,002(4)	0,023(4)	-0,004(4)
C33	0,047(5)	0,039(5)	0,047(6)	0,001(4)	0,016(4)	0,002(4)
C34	0,064(6)	0,034(5)	0,043(6)	-0,009(4)	0,012(5)	-0,007(4)
C35	0,065(6)	0,031(4)	0,038(6)	-0,006(4)	0,022(5)	0,001(4)
C36	0,050(5)	0,027(4)	0,038(5)	0,010(4)	0,016(4)	0,000(4)
C41	0,023(4)	0,021(4)	0,045(6)	0,005(4)	0,010(4)	-0,006(3)
C42	0,033(5)	0,040(5)	0,053(6)	0,006(4)	0,017(4)	0,007(4)
C43	0,048(5)	0,050(5)	0,070(7)	0,003(5)	0,016(5)	0,016(4)
C44	0,032(5)	0,045(5)	0,068(7)	0,016(5)	0,011(5)	0,012(4)
C45	0,055(6)	0,049(5)	0,047(6)	0,010(5)	0,006(5)	-0,012(4)
C46	0,036(5)	0,041(5)	0,056(6)	0,005(4)	0,018(4)	0,005(4)
C51	0,017(4)	0,018(3)	0,040(5)	0,005(4)	0,012(4)	-0,004(3)
C52	0,032(4)	0,014(4)	0,047(6)	-0,014(4)	0,012(4)	-0,006(3)
C53	0,040(5)	0,033(5)	0,040(6)	0,017(4)	-0,004(4)	0,008(4)
C54	0,043(5)	0,011(4)	0,078(7)	0,004(5)	0,020(5)	0,000(4)
C55	0,049(5)	0,027(4)	0,051(6)	-0,027(4)	0,015(5)	-0,006(4)
C56	0,047(5)	0,033(4)	0,040(6)	0,014(4)	0,012(4)	0,006(4)
C61	0,024(4)	0,018(3)	0,038(5)	0,011(4)	0,011(4)	0,000(3)
C62	0,037(4)	0,020(4)	0,060(6)	0,012(4)	0,020(4)	0,006(4)
C63	0,076(7)	0,034(4)	0,076(7)	-0,001(5)	0,064(6)	0,005(5)
C64	0,051(6)	0,047(6)	0,116(10)	0,025(7)	0,057(7)	0,009(5)
C65	0,027(5)	0,039(5)	0,114(9)	0,027(6)	0,005(6)	-0,005(4)
C66	0,055(6)	0,034(5)	0,054(6)	0,016(4)	0,018(5)	0,001(4)
F52	0,066(3)	0,052(3)	0,067(4)	0,011(3)	0,012(3)	-0,003(2)
F53	0,075(3)	0,053(3)	0,091(4)	0,019(3)	0,020(3)	0,000(2)
F54	0,104(4)	0,036(3)	0,128(5)	0,013(3)	0,036(3)	0,004(3)
F55	0,117(4)	0,048(3)	0,098(5)	-0,016(3)	0,038(4)	-0,005(3)
F56	0,081(3)	0,045(3)	0,065(4)	-0,011(3)	0,020(3)	-0,008(2)
F62	0,070(3)	0,061(3)	0,054(3)	0,004(2)	0,038(3)	-0,002(2)
F63	0,113(4)	0,073(3)	0,119(5)	0,006(3)	0,098(4)	0,004(3)
F64	0,062(3)	0,091(4)	0,228(8)	0,043(4)	0,094(4)	0,016(3)
F65	0,039(3)	0,081(4)	0,173(6)	0,025(4)	0,004(3)	-0,005(3)
F66	0,051(3)	0,066(3)	0,066(4)	0,006(3)	-0,003(3)	-0,007(2)

Tabelle 15.63.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(dppbe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H3	0,4736	-0,0220	0,3560	0,038
H4	0,3757	-0,0460	0,4412	0,045
H5	0,2639	0,0606	0,4488	0,054
H6	0,2556	0,1938	0,3734	0,048
H12	0,3108	0,2589	0,0844	0,055
H13	0,1729	0,2452	-0,0165	0,089
H14	0,0360	0,2551	0,0227	0,118
H15	0,0334	0,2778	0,1590	0,105
H16	0,1674	0,2892	0,2613	0,060
H22	0,2891	0,4545	0,2482	0,050
H23	0,2861	0,5713	0,3395	0,068
H24	0,3501	0,5549	0,4802	0,072
H25	0,4081	0,4168	0,5333	0,080
H26	0,4055	0,2984	0,4405	0,065
H32	0,4248	0,1582	0,0659	0,044
H33	0,3575	0,0717	-0,0497	0,053
H34	0,3427	0,9174	-0,0360	0,057
H35	0,4003	0,8490	0,0912	0,052
H36	0,4667	0,9332	0,2083	0,045
H42	0,6369	0,0371	0,1773	0,049
H43	0,7856	-0,0036	0,2282	0,067
H44	0,8507	0,0127	0,3691	0,058
H45	0,7675	0,0712	0,4574	0,062
H46	0,6150	0,1138	0,4034	0,052

15.24. *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome mit Ausnahme des Palladiumatoms (4c) entsprechen 8d.

Tabelle 15.64.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Atom	x/a	y/b	z/c	<i>U</i> <sub>eq</sub>
Pt	0,0000	0,752966(9)	0,7500	0,01861(5)
P1	0,08311(7)	0,67251(5)	0,87570(8)	0,02248(19)
C1	0,0602(4)	0,5786(2)	0,8462(5)	0,0358(10)
C2	0,0396(7)	0,5564(4)	0,7004(9)	0,0367(19)
C3	0,0512(3)	0,6833(3)	0,0466(4)	0,0345(10)
C4	0,9388(4)	0,6767(4)	0,0752(5)	0,0483(14)
C5	0,2200(3)	0,6798(2)	0,8749(4)	0,0302(8)
C6	0,2693(3)	0,6629(3)	0,7450(5)	0,0452(9)
C51	0,0757(3)	0,83470(19)	0,8446(3)	0,0246(7)
C52	0,0418(3)	0,8694(2)	0,9551(3)	0,0284(8)
C53	0,0891(3)	0,92723(19)	0,0099(4)	0,0368(9)
C54	0,1739(3)	0,95393(19)	0,9529(4)	0,0368(10)
C55	0,2107(3)	0,9219(2)	0,8431(4)	0,0335(9)
C56	0,1621(3)	0,86380(19)	0,7932(3)	0,0268(8)
F52	0,95671(17)	0,84626(13)	0,0167(2)	0,0429(6)
F53	0,0519(2)	0,95847(13)	0,1185(2)	0,0557(7)
F54	0,2211(2)	0,01115(13)	0,0055(3)	0,0612(8)
F55	0,2946(2)	0,94768(13)	0,7853(2)	0,0521(7)
F56	0,20421(17)	0,83404(13)	0,6852(2)	0,0392(5)
H1A	0,011(7)	0,562(4)	0,888(7)	0,03(2)
H1B	0,102(4)	0,553(2)	0,891(4)	0,048(13)
H1C	0,113(6)	0,566(4)	0,790(7)	0,02(2)
H2A	0,050(6)	0,502(5)	0,698(7)	0,05(2)
H2B	0,093(7)	0,576(5)	0,659(8)	0,05(3)
H3A	0,077(3)	0,732(2)	0,065(3)	0,033(11)
H3B	0,091(3)	0,648(2)	0,100(4)	0,037(11)
H4A	0,900(4)	0,705(3)	0,023(5)	0,076(19)
H4B	0,932(4)	0,692(2)	0,159(4)	0,054(13)
H4C	0,913(4)	0,624(3)	0,047(4)	0,065(15)
H5A	0,234(3)	0,7267(19)	0,900(3)	0,022(9)
H5B	0,244(3)	0,652(2)	0,943(4)	0,029(10)
H6A	0,246(3)	0,696(2)	0,680(4)	0,048(14)
H6B	0,346(4)	0,670(2)	0,750(4)	0,058(12)
H6C	0,261(4)	0,617(3)	0,718(5)	0,065(16)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) \text{ [92]}$$

Tabelle 15.65.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von *cis*-[Pt(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(depp)]

Atom	<i>U</i> <sub>11</sub>	<i>U</i> <sub>22</sub>	<i>U</i> <sub>33</sub>	<i>U</i> <sub>23</sub>	<i>U</i> <sub>13</sub>	<i>U</i> <sub>12</sub>
Pt	0,01487(7)	0,02220(8)	0,01876(7)	0,000	-0,00064(10)	0,000
P1	0,0194(4)	0,0267(4)	0,0213(4)	0,0004(4)	-0,0032(4)	0,0024(4)
C1	0,037(3)	0,027(2)	0,043(2)	0,0047(19)	-0,009(2)	0,004(2)
C2	0,034(4)	0,024(4)	0,052(5)	-0,010(3)	-0,011(4)	0,000(3)
C3	0,038(2)	0,045(3)	0,0202(18)	0,0060(19)	-0,0015(18)	0,008(2)
C4	0,038(3)	0,078(4)	0,030(2)	0,003(3)	0,015(2)	0,002(3)
C5	0,025(2)	0,034(2)	0,0316(19)	0,0008(17)	-0,0078(17)	0,0040(17)
C6	0,027(2)	0,064(3)	0,044(2)	-0,005(4)	0,004(2)	0,0072(19)
C51	0,0211(18)	0,0297(18)	0,0229(16)	0,0017(14)	-0,0071(14)	0,0026(16)
C52	0,0249(18)	0,036(2)	0,0243(18)	-0,0026(16)	-0,0036(17)	0,0057(16)
C53	0,050(3)	0,0299(19)	0,0300(19)	-0,0100(16)	-0,007(2)	0,013(2)
C54	0,043(3)	0,0249(18)	0,042(2)	-0,0027(16)	-0,018(2)	-0,0060(18)
C55	0,032(2)	0,0310(19)	0,038(2)	0,0070(16)	-0,0100(18)	-0,0099(17)
C56	0,025(2)	0,0298(18)	0,0257(17)	0,0026(14)	-0,0037(15)	0,0010(16)
F52	0,0324(12)	0,0607(16)	0,0355(12)	-0,0129(11)	0,0109(11)	0,0001(12)
F53	0,0702(18)	0,0526(15)	0,0443(13)	-0,0250(12)	-0,0048(14)	0,0156(13)
F54	0,082(2)	0,0358(17)	0,0654(15)	-0,0172(14)	-0,0213(16)	-0,0211(14)
F55	0,0486(14)	0,0513(14)	0,0565(16)	0,0077(11)	-0,0056(12)	-0,0277(12)
F56	0,0338(13)	0,0521(14)	0,0318(11)	-0,0070(11)	0,0100(10)	-0,0125(12)

# 16. Platin-Verbindungen mit zweizähligen Phosphanliganden

## 16.1. cis-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2a.

Tabelle 16.1.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> der Atome von cis-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	U <sub>eq</sub>
Pt	0,62745(14)	0,84658(4)	0,06816(15)	0,0431(4)
P1	0,5716(9)	0,9583(5)	0,1429(11)	0,040(2)
P2	0,8625(10)	0,8242(4)	0,2894(11)	0,045(2)
O1	0,431(2)	0,8254(9)	0,861(3)	0,044(6)
O2	0,635(2)	0,7474(12)	0,967(3)	0,047(6)
O3	0,407(3)	0,7132(13)	0,747(3)	0,073(8)
CA	0,477(3)	0,7592(14)	0,842(3)	0,027(6)
C1	0,695(3)	0,0340(13)	0,129(4)	0,052(9)
C2	0,884(4)	0,0449(15)	0,250(4)	0,055(9)
C3	0,997(5)	0,985(2)	0,225(6)	0,080(15)
C4	0,092(5)	0,943(3)	0,389(7)	0,081(15)
C5	0,980(3)	0,8948(16)	0,437(4)	0,046(7)
C11	0,572(3)	0,9570(15)	0,346(3)	0,038(7)
C12	0,533(3)	0,8903(15)	0,399(3)	0,041(7)
C13	0,524(4)	0,8889(17)	0,551(5)	0,065(10)
C14	0,555(4)	0,9510(18)	0,657(6)	0,073(12)
C15	0,607(4)	0,014(2)	0,598(5)	0,065(12)
C16	0,606(4)	0,0192(18)	0,441(5)	0,078(15)
C21	0,361(3)	0,9912(16)	0,026(3)	0,037(7)
C22	0,318(4)	0,0643(16)	0,050(4)	0,047(8)
C23	0,153(3)	0,0890(19)	0,961(4)	0,059(9)
C24	0,036(4)	0,042(3)	0,857(6)	0,101(18)
C25	0,077(5)	0,9652(19)	0,845(5)	0,062(11)
C26	0,241(4)	0,942(2)	0,924(4)	0,061(10)
C31	0,822(4)	0,7546(17)	0,404(4)	0,049(9)
C32	0,823(4)	0,766(2)	0,561(4)	0,059(9)
C33	0,780(5)	0,703(3)	0,639(4)	0,080(14)
C34	0,727(4)	0,6388(19)	0,571(5)	0,053(9)
C35	0,721(5)	0,6328(19)	0,418(5)	0,069(10)
C36	0,775(4)	0,6869(16)	0,342(5)	0,062(10)
C41	0,029(4)	0,7812(18)	0,230(4)	0,047(8)
C42	0,150(4)	0,747(2)	0,350(5)	0,054(11)
C43	0,283(4)	0,718(2)	0,322(5)	0,065(10)
C44	0,283(4)	0,722(2)	0,166(5)	0,075(14)
C45	0,145(5)	0,7601(18)	0,041(6)	0,075(12)
C46	0,007(3)	0,7860(19)	0,072(3)	0,046(8)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{22} + 1/\sin^2\beta(U_{11} + U_{33} + 2U_{13}\cos\beta)] \quad [92]$$

Tabelle 16.2.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in 10<sup>-4</sup> pm<sup>2</sup> von cis-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Atom	U <sub>11</sub>	U <sub>22</sub>	U <sub>33</sub>	U <sub>23</sub>	U <sub>13</sub>	U <sub>12</sub>
Pt	0,0518(6)	0,0348(5)	0,0452(6)	-0,0005(19)	0,0225(4)	0,0008(17)
P1	0,040(4)	0,033(4)	0,044(5)	0,000(4)	0,013(4)	-0,004(3)
P2	0,054(4)	0,035(6)	0,050(5)	-0,002(4)	0,023(4)	0,006(3)
O1	0,053(11)	0,016(12)	0,073(14)	-0,007(9)	0,036(10)	-0,002(8)
O2	0,050(12)	0,050(14)	0,035(13)	0,001(11)	0,011(10)	0,005(10)
O3	0,079(17)	0,042(15)	0,09(2)	-0,037(15)	0,026(15)	-0,011(13)
C1	0,042(16)	0,004(12)	0,09(3)	-0,007(14)	0,006(16)	-0,010(11)
C2	0,08(2)	0,023(16)	0,05(2)	-0,005(14)	0,017(17)	-0,029(15)
C3	0,09(3)	0,04(2)	0,17(5)	0,02(3)	0,12(3)	0,01(2)
C4	0,08(3)	0,05(3)	0,13(4)	-0,01(3)	0,06(3)	0,02(2)
C11	0,062(18)	0,022(15)	0,032(16)	-0,009(13)	0,021(14)	0,009(13)
C12	0,061(18)	0,043(18)	0,035(17)	-0,015(14)	0,038(15)	0,006(14)
C13	0,07(2)	0,033(19)	0,09(3)	0,016(19)	0,03(2)	-0,004(15)
C14	0,06(2)	0,032(19)	0,13(4)	-0,03(2)	0,04(2)	-0,022(16)
C15	0,06(2)	0,06(2)	0,06(3)	-0,04(2)	0,01(2)	0,014(19)
C16	0,05(2)	0,034(19)	0,08(3)	-0,017(19)	-0,04(2)	0,025(16)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
C22	0,063(18)	0,038(18)	0,06(2)	-0,017(15)	0,042(17)	-0,022(15)
C23	0,036(17)	0,06(2)	0,06(2)	-0,003(18)	0,006(15)	0,021(15)
C24	0,04(2)	0,11(4)	0,11(4)	0,06(3)	-0,01(2)	-0,03(2)
C25	0,07(2)	0,026(19)	0,09(3)	0,018(19)	0,04(2)	-0,003(16)
C26	0,035(17)	0,06(2)	0,07(2)	0,02(2)	-0,004(17)	0,022(16)
C31	0,07(2)	0,036(17)	0,030(19)	0,001(15)	0,014(17)	-0,006(14)
C32	0,07(2)	0,07(3)	0,031(18)	-0,021(18)	0,017(17)	0,006(19)
C33	0,07(2)	0,14(5)	0,03(2)	0,03(3)	0,010(18)	0,03(3)
C34	0,06(2)	0,04(2)	0,08(3)	-0,014(19)	0,06(2)	-0,026(16)
C35	0,11(3)	0,04(2)	0,08(3)	0,018(19)	0,06(2)	0,028(19)
C36	0,11(3)	0,019(17)	0,10(3)	-0,010(17)	0,08(2)	-0,009(16)
C42	0,026(17)	0,06(3)	0,07(3)	0,01(2)	0,009(17)	0,009(17)
C44	0,029(18)	0,06(2)	0,10(3)	-0,02(2)	-0,01(2)	-0,013(16)
C45	0,07(2)	0,06(2)	0,10(4)	-0,03(2)	0,04(2)	-0,03(2)
C46	0,017(13)	0,08(2)	0,029(17)	0,011(16)	-0,001(12)	0,002(13)

Tabelle 16.3.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von *cis*-[Pt(CO<sub>3</sub>)(dpppe)]

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A	0,6919	0,0328	0,0199	0,063
H1B	0,6368	0,0784	0,1355	0,063
H2A	0,9214	0,0930	0,2326	0,066
H2B	0,8938	0,0428	0,3613	0,066
H3A	0,0757	0,0078	0,1891	0,096
H3B	0,9293	0,9508	0,1418	0,096
H4A	0,1785	0,9136	0,3787	0,097
H4B	0,1451	0,9791	0,4744	0,097
H5A	0,9019	0,9259	0,4576	0,055
H5B	0,0485	0,8705	0,5380	0,055
H12	0,5145	0,8480	0,3363	0,049
H13	0,4953	0,8447	0,5847	0,078
H14	0,5415	0,9502	0,7541	0,088
H15	0,6456	0,0539	0,6668	0,078
H16	0,6271	0,0638	0,4024	0,094
H22	0,3973	0,0956	0,1222	0,056
H23	0,1244	0,1371	0,9722	0,070
H24	-0,0709	0,0590	0,7948	0,121
H25	-0,0060	0,9319	0,7859	0,074
H26	0,2717	0,8951	0,9077	0,073
H32	0,8498	0,8119	0,6120	0,071
H33	0,7907	0,7093	0,7456	0,096
H34	0,6958	0,6010	0,6225	0,063
H35	0,6788	0,5897	0,3609	0,082
H36	0,7795	0,6757	0,2429	0,075
H42	0,1473	0,7436	0,4523	0,065
H43	0,3707	0,6948	0,4057	0,078
H44	0,3687	0,7015	0,1435	0,090
H45	0,1463	0,7679	-0,0610	0,090
H46	-0,0903	0,8044	-0,0089	0,056

## 16.2. Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP

Die Wyckoff-Lagen aller angegebenen Atome entsprechen 2i.

Tabelle 16.4.: Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren in  $10^{-4}$  pm<sup>2</sup> der Atome von Pt<sub>5</sub>Cl<sub>4</sub>(dppm)<sub>3</sub> · 3 NMP

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
Pt1	0,10129(4)	0,71285(4)	0,68936(3)	0,04941(16)
Pt2	0,08313(4)	0,80640(4)	0,79597(2)	0,03983(14)
Pt3	0,89357(4)	0,69239(4)	0,72475(2)	0,03980(14)
Pt4	0,01600(4)	0,85558(4)	0,70634(2)	0,04061(14)
Pt5	0,89653(4)	0,86035(4)	0,79318(2)	0,04625(15)
Cl1	0,1075(3)	0,5535(3)	0,6489(2)	0,0842(14)
Cl2	0,2787(3)	0,7920(3)	0,6522(2)	0,0729(12)
Cl3	0,8590(4)	0,8815(4)	0,89186(18)	0,0798(13)
Cl4	0,7401(3)	0,9106(3)	0,7593(2)	0,0762(12)
P1A	0,2484(3)	0,9348(3)	0,82793(16)	0,0447(9)
P1B	0,9002(3)	0,8356(3)	0,62350(16)	0,0459(9)
P1C	0,8439(3)	0,5890(3)	0,78107(16)	0,0442(9)
P2A	0,1560(3)	0,0032(3)	0,73262(17)	0,0473(9)
P2B	0,7523(3)	0,6542(3)	0,64811(16)	0,0429(9)
P2C	0,0677(3)	0,7181(3)	0,86115(17)	0,0473(9)
C1A	0,2807(9)	0,9975(9)	0,7732(6)	0,046(3)
C1B	0,7607(10)	0,7644(9)	0,6262(6)	0,047(3)
C1C	0,9194(10)	0,6510(10)	0,8556(6)	0,051(4)
C11A	0,3701(10)	0,9076(9)	0,8450(6)	0,046(4)
C11B	0,9274(10)	0,7757(9)	0,5591(6)	0,047(4)
C11C	0,8671(11)	0,4789(10)	0,7626(6)	0,050(4)
C12A	0,4046(11)	0,8571(11)	0,8029(7)	0,061(4)
C12B	0,8456(12)	0,7296(10)	0,5087(7)	0,055(4)
C12C	0,8767(14)	0,4264(12)	0,8012(8)	0,078(5)
C13A	0,4954(12)	0,8314(12)	0,8160(9)	0,074(5)
C13B	0,8641(14)	0,6780(11)	0,4605(6)	0,067(5)
C13C	0,894(2)	0,3435(13)	0,7844(12)	0,114(8)
C14A	0,5470(13)	0,8565(13)	0,8701(9)	0,075(5)

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
C14B	0,9713(15)	0,6744(11)	0,4621(9)	0,076(5)
C14C	0,9039(16)	0,3117(13)	0,7313(13)	0,105(8)
C15A	0,5156(13)	0,9017(13)	0,9142(8)	0,077(5)
C15B	0,0493(13)	0,7207(11)	0,5093(8)	0,065(4)
C15C	0,893(2)	0,3603(14)	0,6915(11)	0,122(9)
C16A	0,4253(12)	0,9291(11)	0,9015(7)	0,067(5)
C16B	0,0279(11)	0,7712(10)	0,5582(7)	0,054(4)
C16C	0,8750(14)	0,4451(11)	0,7078(8)	0,079(5)
C21A	0,2610(11)	0,0271(10)	0,8900(7)	0,054(4)
C21B	0,8875(11)	0,9419(9)	0,6082(6)	0,047(4)
C21C	0,7042(10)	0,5532(10)	0,7947(6)	0,050(4)
C22A	0,3552(11)	0,1109(10)	0,9110(7)	0,059(4)
C22B	0,9483(14)	0,9878(12)	0,5721(7)	0,071(5)
C22C	0,6447(13)	0,4611(12)	0,7964(9)	0,086(6)
C23A	0,3642(14)	0,1750(12)	0,9606(8)	0,081(5)
C23B	0,9443(15)	0,0691(12)	0,5616(9)	0,084(6)
C23C	0,5390(16)	0,4411(14)	0,8118(11)	0,113(8)
C24A	0,2787(15)	0,1653(14)	0,9897(8)	0,081(5)
C24B	0,8727(15)	0,1053(12)	0,5819(9)	0,082(5)
C24C	0,4976(15)	0,5062(16)	0,8217(10)	0,103(7)
C25A	0,1817(14)	0,0839(12)	0,9679(7)	0,069(5)
C25B	0,8152(17)	0,0653(13)	0,6214(10)	0,101(7)
C25C	0,5563(13)	0,5977(14)	0,8198(9)	0,092(6)
C26A	0,1744(12)	0,0139(10)	0,9182(7)	0,060(4)
C26B	0,8205(14)	0,9830(13)	0,6307(9)	0,087(6)
C26C	0,6586(11)	0,6194(12)	0,8067(7)	0,067(5)
C31A	0,2047(12)	0,0607(11)	0,6784(7)	0,063(5)
C31B	0,7454(10)	0,5690(10)	0,5820(6)	0,048(4)
C31C	0,1279(11)	0,6280(10)	0,8547(7)	0,057(4)
C32A	0,2418(12)	0,0139(13)	0,6334(7)	0,072(5)
C32B	0,8309(11)	0,5403(11)	0,5756(7)	0,056(4)
C32C	0,1854(14)	0,6155(13)	0,8116(8)	0,080(5)
C33A	0,2736(15)	0,0500(18)	0,5897(9)	0,105(7)
C33B	0,8330(13)	0,4817(11)	0,5248(7)	0,063(4)
C33C	0,2274(18)	0,5456(17)	0,8052(11)	0,122(8)
C34A	0,2628(19)	0,139(2)	0,5903(11)	0,116(9)
C34B	0,7433(14)	0,4482(11)	0,4812(8)	0,074(5)
C34C	0,2122(17)	0,4850(17)	0,8415(13)	0,121(9)
C35A	0,2272(19)	0,187(2)	0,6298(11)	0,120(9)
C35B	0,6564(12)	0,4750(12)	0,4859(7)	0,068(5)
C35C	0,1551(16)	0,4975(14)	0,8835(11)	0,101(7)
C36A	0,1987(15)	0,1484(14)	0,6761(8)	0,086(6)
C36B	0,6575(11)	0,5382(10)	0,5369(6)	0,057(4)
C36C	0,1159(13)	0,5719(12)	0,8919(8)	0,074(5)
C41A	0,1303(11)	0,0964(10)	0,7830(7)	0,055(4)
C41B	0,6109(10)	0,6076(10)	0,6586(6)	0,042(3)
C41C	0,1164(11)	0,7819(10)	0,9363(6)	0,051(4)
C42A	0,2163(14)	0,1750(12)	0,8197(7)	0,073(5)
C42B	0,5661(11)	0,5109(12)	0,6588(7)	0,070(5)
C42C	0,2259(12)	0,8107(11)	0,9613(7)	0,069(5)
C43A	0,1895(18)	0,2377(12)	0,8589(9)	0,088(6)
C43B	0,4561(14)	0,4697(14)	0,6649(9)	0,098(7)
C43C	0,2673(16)	0,8693(13)	0,0181(9)	0,091(6)
C44A	0,084(2)	0,2281(17)	0,8583(11)	0,114(8)
C44B	0,3925(13)	0,5239(14)	0,6706(8)	0,083(6)
C44C	0,1989(19)	0,8961(16)	0,0470(10)	0,100(7)
C45A	0,9984(19)	0,1510(17)	0,8224(10)	0,097(7)
C45B	0,4379(11)	0,6183(13)	0,6717(7)	0,067(5)
C45C	0,0944(16)	0,8675(12)	0,0244(8)	0,078(5)
C46A	0,0217(14)	0,0866(12)	0,7826(8)	0,075(5)
C46B	0,5446(10)	0,6588(11)	0,6662(7)	0,061(4)
C46C	0,0514(15)	0,8124(12)	0,9693(7)	0,073(5)
N90A	0,5987(12)	0,1197(12)	0,7776(8)	0,097(5)
C91A	0,5439(15)	0,1810(15)	0,7731(13)	0,100(7)
C92A	0,5215(16)	0,1930(19)	0,7136(10)	0,118(9)
C93A	0,562(3)	0,118(3)	0,6800(13)	0,177(13)
C94A	0,618(2)	0,078(2)	0,7229(11)	0,144(10)
C95A	0,362(2)	0,899(2)	0,1705(11)	0,141(10)
O96A	0,5158(13)	0,2178(10)	0,8170(7)	0,118(5)
N90B	0,486(3)	0,217(2)	0,4890(15)	0,202(11)
C91B	0,554(3)	0,222(2)	0,5271(17)	0,159(11)
C92B	0,641(3)	0,189(3)	0,5221(17)	0,184(12)
C93B	0,574(4)	0,129(3)	0,467(2)	0,252(19)
C94B	0,487(3)	0,140(2)	0,4277(15)	0,168(11)
C95B	0,4114(16)	0,2520(14)	0,4907(9)	0,095(6)
O96B	0,575(2)	0,288(2)	0,5769(15)	0,260(13)
N90C	0,222(4)	0,620(3)	0,0533(19)	0,120(18)
C91C	0,224(4)	0,522(3)	0,0430(16)	0,188(14)
C92C	0,290(5)	0,493(5)	0,030(2)	0,102(17)
C93C	0,395(4)	0,561(3)	0,029(2)	0,223(18)
C94C	0,333(4)	0,661(3)	0,0438(19)	0,219(18)
C95C	0,130(6)	0,625(5)	0,053(3)	0,16(3)
O96C	0,876(2)	0,5249(18)	0,9547(11)	0,212(10)
N90D	0,337(9)	0,592(8)	0,052(4)	0,31(5)
C92D	0,257(4)	0,410(3)	0,0290(19)	0,117(16)
C93D	0,349(5)	0,434(5)	0,018(3)	0,19(3)

$$U_{eq} = \frac{1}{3}[U_{11}(aa^*)^2 + U_{22}(bb^*)^2 + U_{33}(cc^*)^2 + 2U_{12}aba^*b^* \cos \gamma + 2U_{13}aca^*c^* \cos \beta + 2U_{23}bcb^*c^* \cos \alpha] \quad [92]$$

Tabelle 16.5.: Anisotrope Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$ 

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt1	0,0458(3)	0,0538(4)	0,0526(4)	0,0084(3)	0,0127(3)	0,0263(3)
Pt2	0,0363(3)	0,0405(3)	0,0423(3)	0,0121(3)	0,0064(2)	0,0143(2)

Atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
Pt3	0,0365(3)	0,0389(3)	0,0434(3)	0,0108(3)	0,0069(2)	0,0144(2)
Pt4	0,0382(3)	0,0416(3)	0,0440(3)	0,0144(3)	0,0080(2)	0,0161(2)
Pt5	0,0475(3)	0,0461(3)	0,0500(4)	0,0109(3)	0,0154(3)	0,0232(3)
C11	0,075(3)	0,064(3)	0,111(4)	-0,002(3)	0,029(3)	0,036(2)
C12	0,059(2)	0,085(3)	0,088(3)	0,029(3)	0,030(2)	0,034(2)
C13	0,091(3)	0,111(4)	0,053(3)	0,020(3)	0,026(2)	0,055(3)
C14	0,066(2)	0,098(3)	0,086(3)	0,035(3)	0,024(2)	0,048(2)
P1A	0,0393(18)	0,043(2)	0,050(2)	0,0117(18)	0,0073(16)	0,0151(16)
P1B	0,0491(19)	0,049(2)	0,044(2)	0,0154(18)	0,0119(17)	0,0222(18)
P1C	0,0408(18)	0,043(2)	0,048(2)	0,0124(18)	0,0052(16)	0,0157(16)
P2A	0,0432(19)	0,045(2)	0,056(2)	0,0205(19)	0,0080(17)	0,0156(17)
P2B	0,0389(18)	0,046(2)	0,045(2)	0,0132(18)	0,0076(15)	0,0180(16)
P2C	0,0477(19)	0,047(2)	0,051(2)	0,0184(19)	0,0089(17)	0,0194(17)
C1A	0,037(7)	0,044(8)	0,055(9)	0,017(7)	0,002(6)	0,014(6)
C1B	0,043(7)	0,060(9)	0,044(9)	0,014(7)	0,001(6)	0,029(7)
C1C	0,047(7)	0,066(10)	0,048(9)	0,036(8)	0,020(6)	0,017(7)
C11A	0,033(7)	0,040(8)	0,061(10)	0,010(7)	0,009(7)	0,009(6)
C11B	0,045(7)	0,043(8)	0,066(10)	0,026(8)	0,021(7)	0,023(7)
C11C	0,061(9)	0,045(9)	0,044(9)	0,011(7)	0,002(7)	0,024(7)
C12A	0,056(9)	0,067(10)	0,062(11)	0,014(9)	0,015(8)	0,027(8)
C12B	0,058(9)	0,058(9)	0,057(10)	0,030(8)	0,011(8)	0,022(8)
C12C	0,115(14)	0,064(12)	0,062(12)	0,016(10)	0,010(10)	0,046(11)
C13A	0,055(9)	0,075(12)	0,102(16)	0,018(11)	0,022(10)	0,039(9)
C13B	0,091(12)	0,067(11)	0,030(9)	0,008(8)	0,015(8)	0,017(9)
C13C	0,17(2)	0,049(12)	0,12(2)	0,014(13)	-0,002(17)	0,060(14)
C14A	0,062(10)	0,077(12)	0,082(14)	0,023(11)	-0,010(10)	0,029(9)
C14B	0,097(13)	0,045(10)	0,093(15)	0,018(10)	0,048(12)	0,029(10)
C14C	0,107(15)	0,039(11)	0,17(3)	0,003(15)	0,029(16)	0,044(11)
C15A	0,074(11)	0,085(13)	0,059(12)	0,003(10)	-0,013(9)	0,034(10)
C15B	0,055(9)	0,065(11)	0,073(12)	0,006(10)	0,015(9)	0,026(8)
C15C	0,20(2)	0,058(13)	0,13(2)	0,022(14)	0,087(19)	0,053(15)
C16A	0,059(9)	0,072(11)	0,071(12)	0,017(9)	0,016(9)	0,025(9)
C16B	0,052(8)	0,050(9)	0,063(11)	0,013(8)	0,017(7)	0,022(7)
C16C	0,113(14)	0,033(9)	0,090(15)	0,013(9)	0,026(11)	0,026(9)
C21A	0,044(8)	0,052(9)	0,065(11)	0,022(8)	0,004(7)	0,014(7)
C21B	0,056(8)	0,042(8)	0,066(10)	0,031(8)	0,024(7)	0,032(7)
C21C	0,044(7)	0,048(9)	0,047(9)	0,010(7)	0,002(6)	0,011(7)
C22A	0,052(8)	0,048(9)	0,058(11)	-0,002(8)	0,007(7)	0,005(7)
C22B	0,105(13)	0,075(12)	0,075(12)	0,040(10)	0,044(10)	0,063(10)
C22C	0,060(10)	0,063(11)	0,141(19)	0,043(12)	0,025(11)	0,021(9)
C23A	0,074(11)	0,057(11)	0,084(14)	0,010(10)	-0,008(10)	0,006(9)
C23B	0,098(13)	0,077(13)	0,121(17)	0,063(12)	0,061(12)	0,053(11)
C23C	0,085(13)	0,058(12)	0,20(3)	0,056(15)	0,067(15)	0,013(11)
C24A	0,094(13)	0,095(15)	0,055(12)	0,009(11)	0,016(10)	0,045(12)
C24B	0,092(13)	0,067(12)	0,098(15)	0,037(11)	0,019(11)	0,036(10)
C24C	0,068(11)	0,106(17)	0,17(2)	0,079(17)	0,055(13)	0,041(12)
C25A	0,092(12)	0,062(11)	0,043(10)	0,009(9)	0,014(9)	0,021(10)
C25B	0,132(16)	0,084(14)	0,15(2)	0,052(14)	0,078(15)	0,084(13)
C25C	0,063(10)	0,095(14)	0,15(2)	0,066(14)	0,049(12)	0,044(10)
C26A	0,056(9)	0,044(9)	0,077(12)	0,011(9)	0,006(8)	0,019(7)
C26B	0,090(12)	0,085(13)	0,135(18)	0,079(13)	0,060(12)	0,053(11)
C26C	0,047(8)	0,072(11)	0,086(13)	0,022(10)	0,018(8)	0,027(8)
C31A	0,062(9)	0,045(9)	0,064(11)	0,024(8)	-0,013(8)	0,001(8)
C31B	0,042(7)	0,050(9)	0,049(9)	0,016(7)	0,012(7)	0,012(7)
C31C	0,052(8)	0,049(9)	0,068(11)	0,024(8)	0,004(8)	0,015(7)
C32A	0,074(10)	0,081(12)	0,048(10)	0,020(10)	0,017(8)	0,012(9)
C32B	0,052(8)	0,064(10)	0,049(10)	0,020(8)	0,006(7)	0,016(8)
C32C	0,089(12)	0,104(15)	0,074(13)	0,052(11)	0,027(10)	0,051(11)
C33A	0,089(13)	0,13(2)	0,080(15)	0,059(14)	0,015(11)	0,011(13)
C33B	0,068(10)	0,067(11)	0,051(11)	0,008(9)	0,002(8)	0,029(9)
C33C	0,146(19)	0,15(2)	0,16(2)	0,072(19)	0,076(17)	0,131(18)
C34A	0,122(18)	0,13(2)	0,10(2)	0,092(18)	0,033(15)	0,020(16)
C34B	0,088(12)	0,056(10)	0,078(13)	0,008(10)	0,027(10)	0,029(10)
C34C	0,106(16)	0,120(19)	0,21(3)	0,09(2)	0,069(18)	0,085(15)
C35A	0,14(2)	0,15(2)	0,101(19)	0,106(19)	0,024(16)	0,043(17)
C35B	0,059(9)	0,085(12)	0,045(10)	-0,004(9)	0,004(7)	0,025(9)
C35C	0,093(14)	0,078(14)	0,16(2)	0,059(15)	0,033(14)	0,054(12)
C36A	0,111(14)	0,093(14)	0,088(14)	0,059(12)	0,039(11)	0,053(12)
C36B	0,044(8)	0,065(10)	0,045(9)	-0,005(8)	-0,007(7)	0,016(7)
C36C	0,085(11)	0,068(11)	0,080(13)	0,028(10)	0,016(10)	0,040(10)
C41A	0,049(8)	0,046(9)	0,076(11)	0,020(8)	0,009(8)	0,026(7)
C41B	0,036(7)	0,050(9)	0,042(8)	0,014(7)	0,002(6)	0,019(7)
C41C	0,058(9)	0,055(9)	0,048(9)	0,022(8)	0,007(7)	0,030(8)
C42A	0,086(11)	0,057(10)	0,074(13)	0,015(10)	-0,011(10)	0,037(10)
C42B	0,042(8)	0,076(12)	0,087(13)	0,015(10)	0,009(8)	0,020(8)
C42C	0,048(9)	0,073(11)	0,077(13)	0,021(10)	0,002(8)	0,016(8)
C43A	0,109(15)	0,049(11)	0,098(16)	-0,004(10)	-0,007(12)	0,045(11)
C43B	0,064(11)	0,073(13)	0,129(19)	0,008(12)	0,038(11)	-0,004(10)
C43C	0,073(12)	0,077(13)	0,077(15)	0,002(11)	-0,040(11)	0,003(11)
C44A	0,14(2)	0,091(17)	0,14(2)	0,029(16)	0,033(18)	0,084(17)
C44B	0,045(9)	0,084(14)	0,087(14)	-0,008(11)	0,014(9)	0,001(10)
C44C	0,100(16)	0,101(17)	0,097(18)	0,030(14)	0,017(14)	0,035(14)
C45A	0,106(15)	0,099(16)	0,13(2)	0,044(15)	0,056(15)	0,068(14)
C45B	0,044(8)	0,081(13)	0,073(12)	0,001(10)	0,015(8)	0,033(9)
C45C	0,091(13)	0,070(12)	0,058(12)	0,005(10)	0,006(10)	0,023(10)
C46A	0,096(13)	0,061(11)	0,091(14)	0,025(10)	0,026(10)	0,054(10)
C46B	0,039(8)	0,058(10)	0,080(12)	0,009(9)	0,011(7)	0,017(7)
C46C	0,103(13)	0,078(12)	0,048(11)	0,021(10)	0,004(10)	0,049(11)
N90A	0,078(10)	0,094(12)	0,115(16)	0,031(11)	0,020(10)	0,026(10)
C91A	0,065(11)	0,083(15)	0,16(3)	0,030(16)	0,034(13)	0,042(11)
C92A	0,088(14)	0,16(2)	0,081(16)	0,043(16)	0,005(12)	0,015(15)
C93A	0,24(3)	0,26(4)	0,13(3)	0,05(2)	0,06(2)	0,19(3)
C94A	0,19(3)	0,22(3)	0,076(17)	0,060(19)	0,045(17)	0,13(2)
C95A	0,16(2)	0,19(2)	0,12(2)	0,11(2)	0,014(16)	0,075(19)
O96A	0,144(13)	0,089(10)	0,146(15)	0,034(10)	0,057(11)	0,065(10)

Tabelle 16.6.: Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren in  $10^{-4} \text{ pm}^2$  der geometrisch bestimmten Wasserstoffatome von  $\text{Pt}_5\text{Cl}_4(\text{dppm})_3 \cdot 3 \text{ NMP}$ 

Atom	x/a	y/b	z/c	$U_{eq}$
H1A1	0,3145	0,9644	0,7464	0,055
H1A2	0,3353	0,0633	0,7913	0,055
H1B1	0,7124	0,7461	0,5881	0,056
H1B2	0,7334	0,8032	0,6535	0,056
H1C1	0,8863	0,6958	0,8726	0,061
H1C2	0,9109	0,6032	0,8777	0,061
H12A	0,3665	0,8394	0,7644	0,073
H12B	0,7755	0,7341	0,5079	0,066
H12C	0,8713	0,4483	0,8395	0,093
H13A	0,5189	0,797	0,7868	0,088
H13B	0,8073	0,6459	0,4272	0,08
H13C	0,8981	0,3077	0,8111	0,137
H14A	0,6102	0,8418	0,8783	0,09
H14B	0,9866	0,6391	0,4297	0,091
H14C	0,919	0,2554	0,721	0,126
H15A	0,5527	0,9146	0,9524	0,092
H15B	0,1208	0,7196	0,51	0,079
H15C	0,8972	0,3365	0,6533	0,147
H16A	0,4022	0,9623	0,9315	0,081
H16B	0,0851	0,8028	0,5914	0,065
H16C	0,8683	0,4795	0,6806	0,095
H22A	0,4132	0,1234	0,8907	0,071
H22B	0,9943	0,9605	0,5543	0,086
H22C	0,6729	0,4122	0,7876	0,103
H23A	0,4318	0,2285	0,9759	0,097
H23B	0,9921	0,1009	0,5399	0,101
H23C	0,4986	0,3788	0,8148	0,136
H24A	0,2859	0,2124	1,0233	0,097
H24B	0,8612	0,1564	0,5699	0,098
H24C	0,4262	0,4904	0,8302	0,124
H25A	0,121	0,0754	0,9863	0,083
H25B	0,7735	0,0954	0,6411	0,121
H25C	0,5263	0,6456	0,8275	0,111
H26A	0,1094	-0,0425	0,9041	0,073
H26B	0,7754	0,9528	0,6541	0,104
H26C	0,699	0,6832	0,806	0,081
H32A	0,2443	-0,0466	0,634	0,086
H32B	0,8912	0,5611	0,607	0,068
H32C	0,1954	0,6557	0,7865	0,096
H33A	0,301	0,0187	0,561	0,126
H33B	0,8951	0,4653	0,5206	0,076
H33C	0,2672	0,5379	0,7759	0,146
H34A	0,2827	0,1662	0,5599	0,139
H34B	0,7416	0,4054	0,4468	0,089
H34C	0,241	0,4362	0,837	0,146
H35A	0,221	0,2451	0,6272	0,144
H35B	0,5949	0,4513	0,4548	0,082
H35C	0,1417	0,4553	0,9073	0,121
H36A	0,1754	0,1825	0,7056	0,104
H36B	0,5982	0,5591	0,54	0,069
H36C	0,0814	0,5831	0,9229	0,088
H42A	0,291	0,1855	0,818	0,087
H42B	0,6099	0,4734	0,655	0,085
H42C	0,2739	0,7913	0,9404	0,083
H43A	0,2469	0,2886	0,8869	0,105
H43B	0,4259	0,4044	0,665	0,118
H43C	0,3429	0,8894	0,0353	0,109
H44A	0,0686	0,2758	0,8833	0,136
H44B	0,3179	0,496	0,6738	0,1
H44C	0,2269	0,9367	0,0847	0,12
H45A	0,9242	0,1416	0,8247	0,117
H45B	0,3947	0,6563	0,6763	0,08
H45C	0,047	0,8853	0,0467	0,093
H46A	-0,0366	0,0358	0,755	0,09
H46B	0,574	0,7249	0,6678	0,073
H46C	-0,0244	0,7948	0,9535	0,087



# Literaturverzeichnis

- [1] F. Reeder, Z. Guo, P. Murdoch, A. Corazza, T. W. Hambley, S. J. Berners-Price, J. Chottard, P. J. Sadler, *Eur. J. Biochem.*, **1997**, 249, 370.
- [2] R. Comis, *Seminars in Oncology*, **1994**, 21, 109.
- [3] E. Wong, C. M. Giandomenico, *Chem. Rev.*, **1999**, 99, 2451.
- [4] M. J. Cleare, J. D. Hoeschele, *Plat. Metal Rev.*, **1973**, 17, 3.
- [5] M. J. Cleare, J. D. Hoeschele, *Bioinorg. Chem.*, **1973**, 2, 187.
- [6] J. Reedijk, *Inorg. Chim. Acta*, **1992**, 198-200, 873.
- [7] T. W. Hambley, *Chem. in Aust.*, **1991**, 58, 263.
- [8] S. J. Berners-Price und P. J. Sadler, *Structure and Bonding*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, **1988**, 70, 27.
- [9] G. B. Deacon, L. K. Webster, P. Elliott und K. T. Nelson, unpublished paper.
- [10] I. T. Bazyl', S. P. Kisil', Y. V. Burgart, V. I. Saloutin und O. N. Chupakhin, *J. Fluor. Chem.*, **1999**, 94, 11.
- [11] J. C. Tatlow, *Endeavour*, **1963**, 22, 89.
- [12] G. M. Brooke, J. Burdon und J. C. Tatlow, *J. Chem. Soc.*, **1961**, 802.
- [13] J. Burdon, W. B. Hollyhead und J. C. Tatlow, *J. Chem. Soc.*, **1965**, 6336.
- [14] E. V. Aroskar, P. J. N. Brown, R. G. Plevy und R. Stephens, *J. Chem. Soc. C*, **1968**, 13, 1569.
- [15] D. J. Alsop, J. Burdon und J. C. Tatlow, *J. Chem. Soc.*, **1962**, 1801.
- [16] J. Burdon, D. Fisher und D. King und J. C. Tatlow, *Chem. Comm.*, **1965**, 65.
- [17] M. I. Bruce, *J. Chem. Soc. A*, **1968**, 1459.

- [18] S. Berger, S. Braun und H.-O. Kalinowski, *NMR-Spektroskopie von Nichtmetallen, Band 4,  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektroskopie*, Georg Thieme Verlag Stuttgart - New York, **1994**.
- [19] G. B. Deacon und P. W. Felder, *Aust. J. Chem.*, **1970**, 23, 1359.
- [20] V. Benghiat und L. Leiserowitz, *J. Chem. Soc., Perkin Trans.*, **1972**, 2, 1778.
- [21] A. Bach, D. Lentz und P. Luger, *J. Phys. Chem. A*, **2001**, 105, 7405.
- [22] G. B. Deacon, S. J. Faulks, G. N. Pain, *Adv. in Organomet. Chem.*, **1986**, 25, 237.
- [23] Christian Croonenbroek, Staatsexamensarbeit, Köln, 2003.
- [24] D. B. Evans, J. M. Miller, M. F. Richardson, *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.*, **1993**, 23, 523.
- [25] H.-P. Klein, U. Thewalt, H. Zettlmeißl, H. A. Brune, *Z. Naturforsch., Teil B*, **1981**, 36, 1125.
- [26] A. R. Sanger, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **1977**, 1971.
- [27] E. G. Hope, W. Levason und N. Powell, *Inorg. Chim. Acta*, **1986**, 115, 187.
- [28] A. D. Westland, *J. Chem. Soc.*, **1965**, 3060.
- [29] E. Lindner, M. Schmid, J. Wald, J. A. Queisser, M. Geprags, P. Wegner und C. Nachtigal, *J. Organomet. Chem.*, **2000**, 602, 173.
- [30] Y. C. Park, K. C. Kim und Y. J. Cho, *J. Korean Chem. Soc.*, **1992**, 36, 685.
- [31] A. R. Khokhar, Q. Xu und Z. H. Siddik, *J. Inorg. Biochem.*, **1990**, 39, 117.
- [32] F. Estevan, A. Garcia-Bernabe, P. Lahuerta, M. Sanau, M. A. Ubeda, J. R. Galan-Mascaros, *J. Organomet. Chem.*, **2000**, 596, 248.
- [33] A. J. Paviglianiti, D. J. Minn, W. C. Fultz, J. L. Burmeister, *Inorg. Chim. Acta*, **1989**, 159, 65.
- [34] Karsten Engelmann, Staatsexamensarbeit, Köln, 2001.
- [35] M. J. Arendse, G. K. Anderson, N. P. Rath, *Acta Cryst., Sect. C*, **1999**, 55, 9900083.
- [36] W. L. Steffen, G. J. Palenik, *Inorg. Chem.*, **1976**, 15, 2432.
- [37] G. B. Robertson, W. A. Wickramasinghe, *Acta Cryst., Sect. C*, **1987**, 43, 1694.
- [38] N. Lu, N. C. Norman, A. G. Orpen, M. J. Quayle, P. L. Timms, G. R. Whittell, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **2000**, 4032.
- [39] C. E. Housecroft, B. A. M. Shaykh, A. L. Rheingold und B. S. Haggerty, *Inorg. Chem.*, **1991**, 30, 125.
- [40] W. L. Steffen und G. J. Palenik, *Inorg. Chem.*, **1976**, 15, 2432.
- [41] S. Singh, N. K. Jha, P. Narula und T. P. Singh, *Acta Cryst. C*, **1995**, 51, 593.

- [42] V. D. Makhaev, Z. M. Dzhabieva, S. V. Konovalikhin und O. A. D'Yachenko, G. P. Belov, *Koord. Khim.*, **1996**, 22, 598.
- [43] P. Juanatey, A. Suarez, M. Lopez, J. M. Vila, J. M. Ortigueira und A. Fernandez, *Acta Cryst. C*, **1999**, 55, 9900062.
- [44] D. H. Farrar und G. Ferguson, *J. Cryst. Spec. Res.*, **1982**, 12, 465.
- [45] B. Bovio, F. Bonati und G. Banditelli, *Gazz. Chim. Ital.*, **1985**, 115, 613.
- [46] L. M. Engelhardt, J. M. Patrick, C. L. Raston, P. Twiss und A. H. White, *Aust. J. Chem.*, **1984**, 37, 2193.
- [47] G. B. Robertson und W. A. Wickramasinghe, *Acta Cryst. C*, **1987**, 43, 1694.
- [48] W. Oberhauser, C. Bachmann, T. Stampfl, R. Haid, C. Langes, A. Rieder und P. Bruggeller, *Inorg. Chim. Acta*, **1998**, 274, 143.
- [49] W. Oberhauser, C. Bachmann und P. Bruggeller, *Inorg. Chim. Acta*, **1995**, 238, 35.
- [50] G. B. Deacon und I. L. Grayson, *Transition Met. Chem.*, **1982**, 7, 97.
- [51] G. B. Deacon und I. L. Grayson, *Transition Met. Chem.*, **1983**, 8, 131.
- [52] G. B. Deacon, S. J. Faulks und J. M. Miller, *Transition Met. Chem.*, **1980**, 5, 305.
- [53] Anja Pascale Erven, Diplomarbeit, Köln, 2001.
- [54] A. L. Spek, Platon for Windows, Utrecht (NL), **2000**.
- [55] M. A. Andrews, G. L. Gould, W. T. Klooster, K. S. Koenig, E. J. Voss, *Inorg. Chem.*, **1996**, 35, 5478.
- [56] W. D. King, C. M. Lukehart, *J. Cluster Sci.*, **1998**, 9, 107.
- [57] D. G. Evans, *J. Organomet. Chem.*, **1987**, 319, 265.
- [58] G. M. Sheldrick, SHELX-97, Program for the Solution of Crystal Structures and for the Refinement of Crystal Structures from Diffraction Data, Göttingen (D), **1997**.
- [59] G. B. Deacon, K. T. Nelson, E. R. T. Tiekink, *Acta Cryst., Sect. C*, **1991**, 47, 955.
- [60] C. K. Mirabelli, T. H. Hill, L. F. Faucette, F. L. McCabe und R. K. Johnson, *J. Med. Chem.*, **1987**, 30, 2181.
- [61] D. P. Bancroft, C. A. Lepre, S. J. Lippard, *J. Am. Chem. Soc.*, **1990**, 112, 6860.
- [62] M. Green, *Transition Met. Chem.*, **1987**, 12, 186.
- [63] Z. Guo, Y. Chen, E. Zang, P. J. Sadler, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **1997**, 4107.
- [64] T. W. Hambley, *Coord. Chem. Rev.*, **1997**, 166, 181.
- [65] S. J. Lippard, *Pure & Appl. Chem.*, **1987**, 59, 731.

- [66] S. J. Lippard, J. M. Berg, *Bioanorganische Chemie*, Spektrum Akademischer Verlag, **1995**, 212.
- [67] J. Reedijk, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1996**, 801.
- [68] C. A. Tolman, D. H. Gerlach, *Chem. Rev.*, **1977**, 77, 313
- [69] J. H. James, M. E. Peach und C. R. Williams, *J. Fluorine Chem.*, **1985**, 27, 91.
- [70] [http://www.ibb.gatech.edu/confocal\\_lab/coulter/index.html](http://www.ibb.gatech.edu/confocal_lab/coulter/index.html).
- [71] [http://www.beckman.com/products/instrument/partChar/pc\\_multisizer3.asp](http://www.beckman.com/products/instrument/partChar/pc_multisizer3.asp).
- [72] W. Borchardt-Ott, *Kristallographie*, Springer-Verlag, **1997**, 5. Auflage.
- [73] W. Massa, *Kristallstrukturbestimmung*, B. G. Teubner Stuttgart, **1996**, 2. Auflage.
- [74] [http://www.stoe.com/products/ipdsII\\_i.htm](http://www.stoe.com/products/ipdsII_i.htm).
- [75] <http://www.ccd-sensor.de>.
- [76] E. Breitmaier, *Vom NMR-Spektrum zur Strukturformel organischer Verbindungen*, B. G. Teubner Stuttgart, **1992**, 2. Auflage.
- [77] M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, *Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie*, Georg Thieme Verlag Stuttgart, **1991**, 4. Auflage.
- [78] L. Lamport, *L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X- A Document Preparation System*, Addison Wesley Longman, Inc., Reading, MA, 2. ed., **1994**.
- [79] W. Schuler, WMF2EPS 1.32, **2002**, <http://www.wmf2eps.de.vu>.
- [80] T. Merz, jpeg2ps v1.9, **1994-2002**, <http://www.pdfib.com>.
- [81] Microcal Software, *Microcal Origin 4.1*, Northampton (USA), **1991-1996**.
- [82] Bruker-Franzen Analytik GmbH, *1D WIN-NMR 5.1*.
- [83] K. Brandenburg, *Diamond Version 2.1c*, Crystal Impact GbR, Bonn, **1996-99**.
- [84] Cambridge Structure Database, Oxford, **1999**.
- [85] SciFinder Scholar Release 2001, American Chemical Society, **2000**.
- [86] L. J. Barbour, *X-Seed v1.5 - A Software Tool for Supramolecular Crystallography*, *J. Supramol. Chem.*, **2002**, XX, YYY.
- [87] International Tables for Crystallography, Vol. C, The International Union of Crystallography, D. Reidel Publishing Company, **1983**.
- [88] STOE & Cie GmbH, *X-Red 1.08a: „Data reduction for STADI4 and IPDS“*, Darmstadt, **1996**.
- [89] Nonius BV, *COLLECT*, **1994**.

- 
- [90] Otwinoski and Minor, *DENZO-SMN*, **1993**.
- [91] STOE & Cie GmbH, *X-Shape 1.06: „Crystal optimisation for numerical absorption correction“*, Darmstadt, **1999**.
- [92] R. X. Fischer, E. Tillmanns, *Acta Cryst.*, **1988**, C44, 775.

# Danksagungen

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Gerd Meyer und Herrn Prof. Dr. Glen B. Deacon. Sie haben es mir ermöglicht diese Arbeit zu verwirklichen.

Prof. Dr. Glen B. Deacon, Dr. Dirk Hinz-Hübner, Priv.-Doz. Dr. Mathias Wickleder, Dr. Craig M. Forsyth, Dr. Gary Fallon, Dr. Jo Weigold danke ich für die vielen Tipps und die viele Zeit, die sie mir gegeben und geschenkt haben, sowie für ihre Freundlichkeit.

Ingrid und Ingo danke ich für die zahlreichen von ihnen durchgeführten Einkristallmessungen. Regina steht großer Dank für das Messen der vielen Infrarotspektren zu. Dr. Carleen M. Cullinane danke ich für die Durchführung der *in vitro*-Untersuchungen.

Christian, Arash, Dee, Stuart, Julia, Rita, Thomas, Elena und Andreas danke ich für die vielen aufmunternden Worte und Taten.

Penny und Marc gebührt mein Dank für die vielen Emails, Faxe und Päckchen, die sie für mich verschickt haben.

Meinen Eltern und Leif danke ich für ihre Geduld und Hilfsbereitschaft in den letzten Monaten.

Meinen Freunden danke ich für das, was sie sind!

# Erklärung

Ich versichere, dass ich die von mir vorgelegte Dissertation selbständig angefertigt, die benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben und die Stellen der Arbeit - einschließlich Tabellen, Karten und Abbildungen -, die anderen Werken im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen sind, in jedem Einzelfall als Entlehnung kenntlich gemacht habe; dass diese Dissertation noch keiner anderen Fakultät oder Universität zur Prüfung vorgelegen hat; dass sie - abgesehen von unten angegebenen Teilpublikationen - noch nicht veröffentlicht worden ist sowie, dass ich eine solche Veröffentlichung vor Abschluß des Promotionsverfahrens nicht vornehmen werde.

Die Bestimmungen dieser Promotionsordnung sind mir bekannt. Die von mir vorgelegte Dissertation ist von Prof. Dr. Gerd Meyer betreut worden.

## **Teilpublikationen:**

keine

# Lebenslauf

## Persönliche Daten

Name: Anja Pascale Erven  
Geburtsdatum: 12.01.1977  
Geburtsort: Köln  
Vater: Peter Erven, Realschullehrer  
Mutter: Gisela Erven, geborene Käss, Dolmetscherin

## Schulbildung

1983 - 1987 Gemeinschaftsgrundschule Heidkamp  
Bergisch Gladbach  
1987 - 1996 Dietrich-Bonhoeffer-Gymnasium  
Bergisch Gladbach  
1996 bilinguales Abitur (Deutsch-Französisch)

## Hochschulbildung

Oktober 1996 Beginn des Chemiestudiums an der Universität zu Köln  
Oktober 1998 Vordiplom im Fach Chemie  
Frühjahr 2000 neunwöchiger Forschungsaufenthalt im Arbeitskreis von Prof. Dr. G. B. Deacon, Monash University, Melbourne, Victoria, Australien  
Oktober 2000 Diplomprüfungen im Fach Chemie  
September 2001 Abschluß der Diplomarbeit mit dem Thema: „Neue Komplexe des zweiwertigen Platins mit potentiell cytostatischen Eigenschaften“  
seit Oktober 2001 Promotion mit dem Thema: „Neue Platin(II)- und Palladium(II)-Komplexe mit zweizähligen Phosphan-Liganden“  
Frühjahr 2003 viermonatiger Forschungsaufenthalt im Arbeitskreis von Prof. Dr. G. B. Deacon, Monash University, Melbourne, Victoria, Australien

## Stipendien

Juni 1999 - März 2001 Studienstiftung des deutschen Volkes  
April 1999 - März 2001 Fritz-ter-Mer-Stiftung  
ab Februar 2002 Chemiefonds-Stipendium für Doktoranden des Verbandes der Chemischen Industrie