

**Koordinativ flexibles Silber(I) in
N-Donor- und Kronenether-Komplexen**

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

vorgelegt von

Caroline Heidrun Link
aus Bingen

Köln 2010

Vorsitz:

Prof. Dr. Ladislav Bohatý

Berichterstatter:

Prof. Dr. Gerd Meyer

Prof. Dr. Uwe Ruschewitz

Tag der mündlichen Prüfung:

02.07.2010

Die experimentellen Untersuchungen für die vorliegende Arbeit wurden von April 2008 bis Januar 2010 unter Anleitung von Prof. Dr. Gerd Meyer am Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln durchgeführt.

Meinen Eltern

Abkürzungsverzeichnis

Aba	4-Aminobenzamid
Ata	4-Amino-1,2,4-triazol
18K6	18-Krone-6
B15K5	Benzo-15-Krone-5
B18K6	Benzo-18-Krone-6
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
Cyt	Cytosin
DB18K6	Dibenzo-18-Krone-6
DB21K7	Dibenzo-21-Krone-7
DB24K8	Dibenzo-24-Krone-8
Dpa	2,2-Dipyridylamin
Dpt	2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin
15K5	15-Krone-5
HOMO	Highest occupied molecular orbital
HSAB	Hard and Soft Acids and Bases
Ina	Isonicotinamid
Ins	Isonicotinsäure
Kof	Koffein
KZ	Koordinationszahl
Mel	Melamin
MO	Molekülorbital
MOF	metal-organic framework
Pip	Piperazin
RT	Raumtemperatur
Tfa	Trifluoacetat
Tpt	2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazin
Triflat	Trifluormethansulfonat
TT	Tieftemperatur

Kurzzusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war die Synthese und Charakterisierung neuer Silber(I)-Verbindungen. Hierzu wurden sowohl N-Donorliganden als auch Kronenether verwendet. Ein weiteres Interesse lag in der Darstellung neuer bimetallischer Silber(I)-Seltenerdmetallverbindungen. Trotz der zahlreichen Arbeiten, die auf dem Gebiet der Silber(I)-Komplexchemie bisher durchgeführt wurden, stellt sie aufgrund der großen Flexibilität der Silber(I)-Koordinationsverbindungen ein faszinierendes Forschungsfeld da. Auch die in dieser Arbeit hergestellten Silber(I)-Verbindungen zeigen diese große Flexibilität hinsichtlich der auftretenden Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien. Es konnte gezeigt werden, dass die Koordinationszahlen 2 und 4 in diesen Silber(I)-Komplexen bevorzugt sind, wobei der Grund für diese Tatsache nicht geklärt ist.

Im Bereich der Silber(I)-Verbindungen mit N-Donorliganden konnten insgesamt 17 neue Verbindungen synthetisiert werden. In diesen konnten Koordinationszahlen von 2 bis 6 beobachtet werden, wobei häufig die Koordinationszahl $2+x$ ($x = 1-3$) mit zwei kurzen und x längeren Abständen dominiert. Die große Variabilität der Koordinationsgeometrien zeigt sich in der Bildung von Monomeren, Dimeren, Ketten, Schrauben und Strängen bis hin zu Schichten. Auch die unterschiedlichen Anionen, die als Co-Liganden bezeichnet werden, spielen eine große Rolle bei der Strukturbildung.

Des Weiteren konnten sieben neue Silber(I)-Verbindungen mit Kronenethern synthetisiert und charakterisiert werden. Hierzu wurden Kronenether mit unterschiedlich großen Hohlräumen und teilweise ankondensierten Benzolringen, wie 15-Krone-5, Benzo-15-Krone-5, 18-Krone-6, Benzo-18-Krone-6 und Dibenzo-18-Krone-6 verwendet. Die synthetisierten Verbindungen können den bereits von *Pedersen* beschriebenen 1:1- bzw. 1:2-Strukturtypen zugeordnet werden und belegen den Einfluss der Benzolringe auf die Molekülstruktur.

Im Bereich der bimetallischen Silber(I)-Seltenerdmetall-Komplexe konnten insgesamt zehn neue Verbindungen dargestellt und deren Struktur aufgeklärt werden, wobei neun dieser zehn Strukturen Isotype von $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ ($\text{SE} = \text{La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y}$) sind. In den synthetisierten Koordinationsverbindungen $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ und $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ liegen sowohl die Silberkationen als auch die dreiwertigen Seltenerdmetallkationen in ihren typischen Koordinationspolyedern mit zwei- (Ag^+) bzw. achtfacher (SE^{3+}) Koordination vor.

Abstract

This thesis explores the synthesis and characterisation of new silver(I) compounds making use of N-donor ligands and crown ethers. In addition, the work involves the construction of new bimetallic silver(I)-rare earth metal compounds.

Silver(I) complex chemistry remains a popular area of coordination chemistry, owing to the flexibility of coordination numbers and coordination geometries. All Ag(I) complexes prepared feature flexible coordination numbers and geometries. In general, coordination numbers of two and four are favoured although the reason for this is still not clear.

In the field of silver(I) compounds with N-donor ligands, 17 new compounds could be synthesised with coordination numbers ranging from two to six, whereas the coordination number of $2+x$ ($x = 1-3$) dominates, with two equally short and x longer bond lengths. The great variability of coordination geometries appears in the formation of monomers, dimers, chains, screws and strands up to layers. The different anions, which are often called co-ligands, play a large role in the process of structure construction as well.

Furthermore, seven new silver(I) compounds with crown ethers were prepared and characterised. The crown ethers used included 15-crown-5, benzo-15-crown-5, 18-crown-6, benzo-18-crown-6 and dibenzo-18-crown-6. They differ in cavity size or the presence of benzene rings. All synthesised crown ether compounds can be assigned to the 1:1 or 1:2 type which is accurately described by *Pedersen*. The influence of benzene rings on the molecular structure could clearly be shown in these compounds.

In the field of silver(I) rare earth metal compounds ten new structures were determined, nine of which are isotopic to $\text{Ag}_2\text{RE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ ($\text{RE} = \text{La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y}$). In the coordination compounds $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ and $\text{Ag}_2\text{RE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$, the silver(I) cations as well as the rare earth metal(III) cations show their typical coordination polyhedra with coordination numbers of two (Ag^+) and eight (RE^{3+}), respectively.

Inhaltsverzeichnis

I Allgemeine Ergebnisse und Diskussion	1
1. Einleitung	1
1.1 Einführung und Motivation	1
1.2 Das Element Silber	1
1.3 Elektronische Situation der Münzmetalle	2
1.4 Einführung in die Koordinationschemie des Silbers	3
1.5 Die Verwendung stickstoffhaltiger Liganden	4
1.6 Kronenether und Kryptanden	7
1.7 Anionen als Co-Liganden	10
2. Ergebnisse und Diskussion	11
2.1 Silberkomplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden	12
2.2 Silberkomplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur	22
2.3 Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe	30
3. Chemische Arbeitsmethoden	33
3.1 Isothermes Verdampfen im Becherglas	33
3.2 Solvothermalsynthese im Autoklaven	33
4. Untersuchungsmethoden	34
4.1 Einkristallröntgendiffraktometrie	34
4.2 Röntgenpulverdiffraktometrie	35
4.3 Schwingungsspektroskopie	35
4.4 UV/VIS-Spektroskopie	36
4.5 Differential-Thermoanalyse (DTA) / Thermogravimetrie (TG)	36
II Spezielle Ergebnisse	37
5. Silberkomplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden	37
5.1 Verbindungen mit 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazin (Tpt): Ag ₂ (Tpt)(NO ₃) ₂ und [Ag(Tpt)(Tfa)] ₂ (H ₂ O)	37

5.2 Verbindungen mit 2,2-Dipyridylamin (Dpa):	
Ag(Dpa)(Tfa) und Ag(Dpa)(PF ₆)	48
5.3 Verbindungen mit Piperazin (Pip):	
Ag(Pip)(NO ₃) (RT) und Ag(Pip)(NO ₃) (TT)	59
5.4 Verbindungen mit Melamin (Mel):	
[Ag(Mel) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)	68
5.5 Verbindungen mit 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin (Dpt):	
Ag ₂ (Dpt) ₃ F ₂	73
5.6 Verbindungen mit 4-Amino-1,2,4-triazol (Ata):	
Ag ₂ (Ata) ₃ (ClO ₄) ₂	79
5.7 Verbindungen mit 4-Aminobenzamid (Aba):	
Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO ₃) und Ag ₂ (Aba)(NO ₃) ₂	86
5.8 Verbindungen mit Koffein (Kof):	
Ag(Kof)(Tfa), [Ag(Kof) ₂] ₂ (SiF ₆)(EtOH) ₂ , [Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](ClO ₄) und [Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](CF ₃ SO ₃)	99
5.9 Eine Verbindung mit Isonicotinsäure (Ins):	
Ag ₈ (Ins) ₆ (NO ₃) ₂	112
5.10 Verbindungen mit Cytosin (Cyt):	
[Ag(Cyt) ₂] ₂ (BF ₄) ₂ (EtOH)	121
6. Silberkomplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur	125
6.1 Verbindungen mit 15-Krone-5 (15K5):	
[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](SbF ₆) und [Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)	125
6.2 Verbindungen mit Benzo-15-Krone-5 (B15K5):	
[Ag(B15K5)](BF ₄)(H ₂ O)	136
6.3 Verbindungen mit 18-Krone-6 (18K6):	
[Ag(18K6)](SbF ₆)	140
6.4 Verbindungen mit Benzo-18-Krone-6 (B18K6):	
[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF ₆) und [Ag(B18K6)(H ₂ O)](ClO ₄)	144
6.5 Verbindungen mit Dibenzo-18-Krone-6 (DB18K6):	
[Ag ₂ (DB18K6) ₂ (EtOH)(H ₂ O)](SbF ₆) ₂	152

7. Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe	156
7.1 Verbindungen mit Kryptofix-222 (Krypt222):	
[Ag(Krypt222)][Gd(NO ₃) ₄ (H ₂ O) ₂]	156
7.2 Verbindungen mit 4-Aminobenzamid (Aba):	
Ag ₂ SE(Aba) ₄ (NO ₃) ₅ (SE = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y)	160
8. Zusammenfassung und Ausblick	171
8.1 Zusammenstellung der neuen Verbindungen	173
9. Verzeichnisse	182
9.1 Verzeichnis verwendeter Geräte und Computerprogramme	182
9.2 Literaturverzeichnis	184
10. Anhang	188

I Allgemeine Ergebnisse und Diskussion

1. Einleitung

1.1 Einführung und Motivation

Ziel dieser Dissertation war die Synthese und Charakterisierung neuer Silber(I)-Koordinationsverbindungen. Im Speziellen wurden dabei folgende Teilziele verfolgt:

1. Synthese neuer Silber(I)-Komplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden. Dabei sollte untersucht werden, welchen Einfluss unterschiedlich stark koordinierende Anionen auf die Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien des Silberions haben.
2. Synthese neuer Silber(I)-Komplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur.
3. Synthese neuer bimetallischer Silber-Seltenerdmetall-Komplexe.

Um auf diese Themengebiete im Ergebnisteil vorzubereiten, wird in der Einleitung ein allgemeiner Überblick über das Element Silber und seine Chemie gegeben. Des Weiteren wird die elektronische Situation der Münzmetalle betrachtet sowie in die Koordinationschemie von Silber in der Oxidationsstufe +I eingeführt. Anschließend wird diskutiert, aus welchem Grund stickstoffhaltige Liganden verwendet wurden. Abschließend werden die sauerstoffhaltigen Ligandenfamilien Kronenether und Kryptanden sowohl allgemein als auch speziell im Hinblick auf koordinative Silber(I)-Verbindungen betrachtet, sowie ein kurzer Überblick über die in dieser Arbeit verwendeten Co-Liganden (Anionen) gegeben.

1.2 Das Element Silber

Der Name des Elements Silber ist angelsächsischen Ursprungs, während das Symbol Ag vom lateinischen Namen „argentum“ abgeleitet ist [1].

Das Münzmetall Silber besitzt einen silbrig-weißen Glanz, ist weich und hat die höchste thermische und elektrische Leitfähigkeit aller Metalle [2].

Silber ist ein edles Metall mit einem Standardpotential von +0,7991 V und kommt daher auch gediegen in der Natur vor. In gebundenem Zustand liegt es vor allem in Form von Sulfiden in silberhaltigen Erzen und in sulfidischen Silbererzen vor. [3] Im Vergleich zu dem

auffälligeren und leichter zugänglichen Gold wurde das unauffälligere Silber als eigenständiges Metall später entdeckt [4]. Die ältesten archäologischen Funde silberhaltiger Materialien stammen aus Ägypten und sind auf 4000 v. Chr. datiert [5]. Seit Beginn der Bronzezeit wurde Silber als Zahlungsmittel verwendet und bereits im alten Ägypten wurde es zur Herstellung von Schmuck und Gefäßen eingesetzt [1]. Silberverbindungen fanden auch in der Medizin mindestens seit dem 17. Jahrhundert in Form von Höllenstein Verwendung [4]. Auf die Haut hat festes Silbernitrat eine oxidierende und ätzende Wirkung. Aus diesem Grund dienten Silbernitratstäbchen, bekannt als Höllenstein, der Beseitigung von Wucherungen [3]. Die Silberhalogenide sind auf Grund ihrer Lichtempfindlichkeit für die Photographie von großem Nutzen. Auch im Bereich der Zahnmedizin ist Silberamalgam (Hg / γ -Ag₃Sn) für Füllungen seit 1826 von Bedeutung [1].

1.3 Elektronische Situation der Münzmetalle

Die Eigenschaften der Münzmetalle sind wesentlich durch ihre Elektronenkonfiguration ([Ar]4s¹3d¹⁰ für Kupfer, [Kr]5s¹4d¹⁰ für Silber, [Xe]6s¹4f¹⁴5d¹⁰ für Gold) geprägt. Die Münzmetalle besitzen, ebenso wie die Alkalimetalle, ein s-Elektron in ihrer Valenzschale. Dies und die gute elektrische Leitfähigkeit sind aber die einzigen Gemeinsamkeiten der Alkali- und Münzmetalle. Die Münzmetalle haben kleinere Atomradien als die Alkalimetalle, da die d-Elektronen der zweitäußersten Schale die s-Elektronen nicht so stark vom Kern abschirmen wie eine Edelgasschale. Der kleinere Atomradius bewirkt eine größere Härte und eine höhere Dichte. Durch die stärkere Anziehung der Außenelektronen an den Kern sind die ersten Ionisierungsenergien der Münzmetalle um einiges höher als diejenigen der Alkalimetalle. Desweiteren sind die Bindungen in Münzmetallverbindungen eher kovalenten Charakters. [2]

Die einzelnen Elemente in der Gruppe der Münzmetalle unterscheiden sich sehr viel stärker voneinander, als dies in jeder anderen Nebengruppe der Fall ist. Die beständigste Oxidationsstufe für Silber ist +I, für Kupfer +II und für Gold +III. Dies lässt sich auf die Ionisierungsenergien zurückführen. Die erste Ionisierungsenergie ist bei Silber am geringsten, wohingegen die Summe der ersten und zweiten Ionisierungsenergien beim Kupfer und die Summe der ersten, zweiten und dritten Ionisierungsenergien bei Gold am geringsten ist. [6]

1.4 Einführung in die Koordinationschemie des Silbers

Silber(I)-Komplexverbindungen treten in einer Vielzahl von Typen auf. Lange Zeit wurde die lineare Koordination mit der Koordinationszahl 2 als Charakteristikum für Ag(I)-Komplexe gesehen. Allerdings zeigt eine Durchsicht der Literatur Silber(I)-Komplexe mit Koordinationszahlen, die von 2 bis 6 variieren, wobei Koordinationsgeometrien mit zwei und vier Liganden als am stabilsten betrachtet werden können. [7]

Die Koordinationszahl 2 wird mit der Hybridisierung des besetzten d_z^2 -Orbitals mit einem unbesetzten s-Orbital erklärt, was durch den geringen Energieunterschied zwischen diesen beiden Zuständen möglich ist. Die räumliche Anordnung einer tetraedrischen Koordination wird hingegen auf eine sp^3 -Hybridisierung zurückgeführt. [6]

Die einfachsten bekannten Silber-Stickstoffverbindungen sind die gut untersuchten Silber(I)-diammin-Komplexe der Zusammensetzung $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{X}$ (X = Gegenanion). Silberamminverbindungen werden erstmals 1650 von *R. Glauber* erwähnt, der erkannte, dass durch Zugabe von Ammoniak zu einer Silbersalzlösung ein Niederschlag entsteht, der sich in überschüssigem Ammoniak wieder löst [4]. 1934 konnte die lineare Gestalt des $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ -Kations röntgenographisch von *Corey* und *Wyckoff* an $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]_2\text{SO}_4$ nachgewiesen werden [1,7].

Die stabilsten Silber(I)-Komplexe werden mit N-haltigen Liganden gebildet, wobei auch eine Vielzahl von Komplexverbindungen mit O-, S- sowie P-haltigen Liganden bekannt ist. Ganz im Gegensatz zu Silber(I)-Komplexverbindungen sind Silber(II)-Komplexverbindungen schwierig in der Darstellung, da in ihnen die unbeständige Oxidationsstufe +II stabilisiert werden muss. Auf Grund der geringeren Hydratationsenergie von Ag(II)-Ionen liegt das Disproportionierungsgleichgewicht $2 \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{Ag}^{2+} + \text{Ag}$ in wässriger Lösung ganz links [3]. Die stabilsten Komplexe mit Silber in der Oxidationsstufe +II sind Porphyrinkomplexe [7], da Makrozyklen durch sterische Abschirmung ungewöhnliche Oxidationsstufen stabilisieren können [8]. Auch Thiokronenether bilden aus diesem Grund stabile Koordinationsverbindungen mit Ag(II) [9], während mit reinen Sauerstoffkronenethern keine entsprechenden Verbindungen beschrieben wurden. Mit N-Donorliganden sind Ag(II)-Komplexe mit Pyridin, Dipyridyl und Phenanthrolin als Liganden synthetisiert worden [2]. Auch die äußerst unbeständige Oxidationsstufe +III ist in Silberkomplexverbindungen realisierbar wie beispielsweise in Ethylen-bis(biguanide)silber(III)perchlorat [10].

1.5 Die Verwendung stickstoffhaltiger Liganden

Seit langer Zeit ist bekannt, dass Ag(I) mit stickstoffhaltigen Liganden besonders stabile Komplexe bildet. Das einfachste Beispiel ist der Silber(I)-diammin-Komplex z.B. in Verbindungen der Zusammensetzung $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{X}$ (X = Gegenanion), der bereits seit 1650 bekannt ist. Auf der Grundlage thermodynamischer Studien durch *Lotz* [11] und Vergleiche von Stabilitätskonstanten verschiedener Komplexe durch *Ahrland* [12] kann die Reihenfolge $\text{N} > \text{S} > \text{O}$ für die Koordinationskraft verschiedenster Liganden an Silber(I)-Ionen angegeben werden [7]. Diese empirisch gewonnenen Befunde lassen sich auch theoretisch durch Molekülorbitalschemata belegen. Generell entstehen in der MO-Theorie die Molekülorbitale durch Linearkombination der Atomorbitale. Die betrachteten Orbitale des Metalls bestehen hierbei aus den fünf $(n-1)d$ -Orbitalen, einem ns - sowie drei np -Orbitalen, die mit den Valenzorbitalen der Liganden kombiniert werden. Zur Erklärung der σ -Donorstärke eines Liganden ist an dieser Stelle allerdings nur die Betrachtung der Metall-d-Orbitale nötig. Die Metallatomorbitale d_{xz} , d_{xy} und d_{yz} besitzen t_{2g} -Symmetrie, während die $d_x^2 - y^2$ - und d_z^2 -Orbitale e_g^* -Symmetrie aufweisen. Die e_g -Molekülorbitale haben hingegen Ligandencharakter. [13]

Der energetische Abstand zwischen t_{2g} und e_g^* kann als eine Funktion der σ -Donorstärke des Liganden betrachtet werden. Die Voraussetzungen für eine gute Orbitalwechselwirkung zwischen Metall und Ligand ist ein möglichst geringer energetischer Abstand zwischen der e_g -Ligandenkombination und dem Metall-d-Orbitalsatz. Ein Vergleich von stickstoffhaltigen und sauerstoffhaltigen Liganden zeigt, dass aufgrund der geringeren Elektronegativität des Stickstoffatoms im Vergleich zum Sauerstoffatom, die e_g -Orbitale des Stickstoffliganden energetisch höher liegen. Dies hat zur Folge, dass Stickstoffdonorliganden bessere σ -Donoren sind und ein stärkeres Ligandenfeld aufbauen als Sauerstoffdonorliganden (Abbildung 1.1). Die σ -Donorstärke eines Liganden hängt aber nicht nur von den Energien der beteiligten Orbitale ab. Eine bessere σ -Donorstärke liegt desweiteren auch bei besserer Überlappung zwischen Ligand und Metallorbitalen aufgrund passender Orbitalgröße vor. Die Orbitalenergien schwefelhaltiger Liganden liegen energetisch noch höher als diejenigen der Stickstoffliganden, dennoch sind die Schwefelliganden als schwächere σ -Donoren zu betrachten, was an ihren diffuseren Orbitalen und der daraus resultierenden schlechteren Überlappung mit den Metallorbitalen liegt.[13]

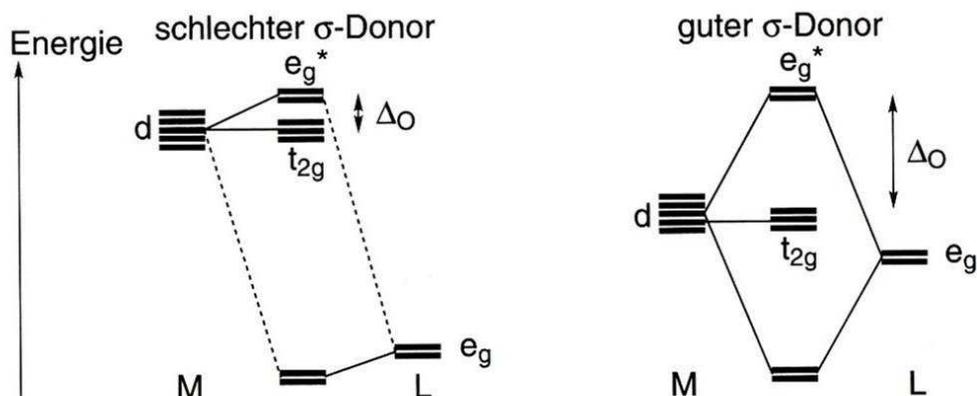
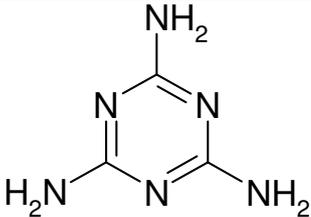
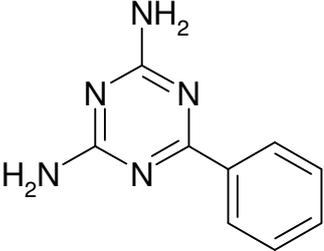
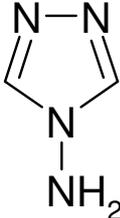
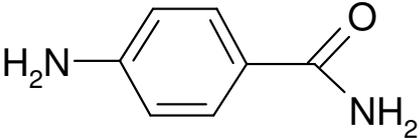
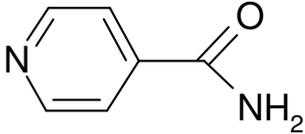
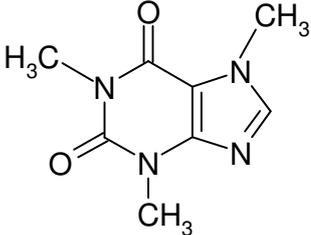
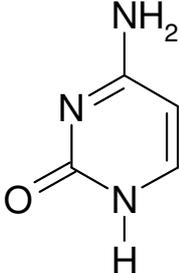


Abbildung 1.1: Vergleich der d-Orbitalaufspaltung am Metall mit guten und schlechten σ -Donorliganden [13].

In dieser Arbeit wurden, aufgrund ihrer guten σ -Donoreigenschaften, eine Vielzahl unterschiedlicher Stickstoffliganden verwendet (Tabelle 1.1), die sowohl in der Anzahl der Stickstoffatome, als auch ihrer Topologie variieren, was zu einer großen Bandbreite an Strukturen führen kann.

Tabelle 1.1: Übersicht über die verwendeten Stickstoffliganden.

Ligand	Molekülstruktur
2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazin (Tpt)	
2,2-Dipyridylamin (Dpa)	
Piperazin (Pip)	

Ligand	Molekülstruktur
Melamin (Mel)	
2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin (Dpt)	
4-Amino-1,2,4-triazol (Ata)	
4-Aminobenzamid (Aba)	
Isonicotinamid (Ina)	
Koffein (Kof)	
Cytosin (Cyt)	

1.6 Kronenether und Kryptanden

Im Jahr 1967 synthetisierte der amerikanische Chemiker *Charles J. Pedersen* erstmals neuartige zyklische Komplexbildner. Sein Versuch zur Darstellung von Bis[2-(*o*-hydroxyphenoxy)ethyl]ether lieferte in geringer Ausbeute ein weißes, kristallines Nebenprodukt, bei dem es sich um Dibenzo-18-Krone-6, einen zyklischen Ether, handelte [14, 15].

Diese neuartigen Komplexbildner sind in der Lage, stabile Koordinationsverbindungen mit Alkali- und Erdalkalitionen zu bilden und ähneln damit in ihrem Verhalten den natürlich vorkommenden ionophoren Antibiotika [16]. Diese Verbindungsgruppe wurde aufgrund ihrer kronenartigen Konformation als Kronenether bezeichnet, bei der es sich um makrozyklische Polyether handelt, in denen die Sauerstoffatome durch Ethylenbrücken verbunden sind und die einen oder mehrere ankondensierte Benzol- oder Cyclohexanringe enthalten können [15, 17].

Unter anderem für die Entdeckung des Dibenzo-18-Krone-6-Ethers sowie seiner Eigenschaften erhielten *C.J. Pedersen*, *J.-M. Lehn* und *D.J. Cram* im Jahr 1987 den Nobelpreis für Chemie [15].

Nach den Arbeiten von *Pedersen* begann eine intensive Suche nach weiteren, Alkalimetallkomplexierenden Zyklen, was vor allem an der biologischen Relevanz dieser Verbindungstypen gelegen haben mag [15].

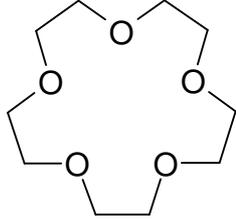
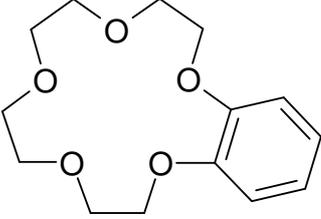
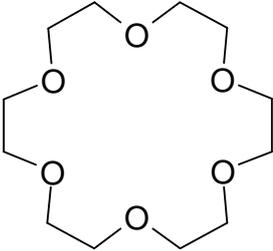
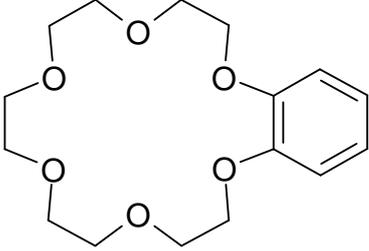
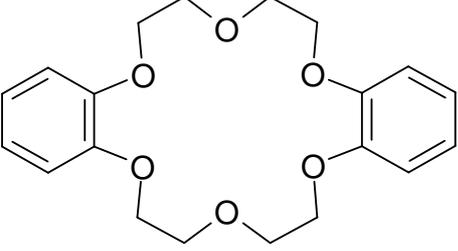
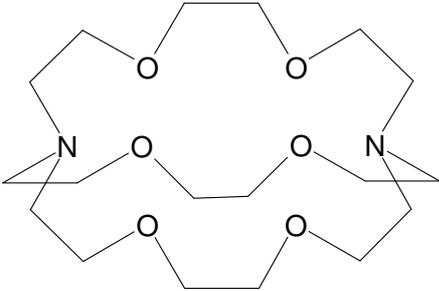
Im Jahr 1969 berichteten *Lehn et al.* über bizyklische Aminopolyether, bei denen zwei Brückenkopfstickstoffatome durch eine oder mehrere Ethoxygruppen enthaltende Brücken verbunden sind. Diese bizyklischen Aminopolyether weisen eine ausgeprägte Tendenz zur Komplexbildung gegenüber Alkali- und Erdalkalimetallionen auf. In diesen Komplexen, den so genannten „Kryptaten“, ist das Metallkation im Hohlraum des Wirtsmoleküls durch Ion-Dipolkräfte gebunden. Durch Röntgenstrukturanalysen konnte eine zentrale Anordnung der Gastionen im Ligandenhohlraum festgestellt werden. Untersuchungen der Komplexstabilität zeigten, dass Kryptate und Coronate dann am stabilsten sind, wenn der Ligandenhohlraum dem Raumbedarf des Kations entspricht. [15, 16, 17, 18] Ist der Polyetherhohlraum zu klein, kann das Kation nicht in die Mitte des Hohlrums gelangen, in der die Ladungsdichte am größten ist, während ein zu großer Polyetherhohlraum dazu führt, dass nicht alle Heteroatome gleichzeitig das Kation komplexieren können und somit für hohe Koordinationszahlen sorgen [19].

Lehn schlug zur Unterscheidung des freien Kronenethers von den Metallat-Komplexen für die Bezeichnung des Kronenethers den Begriff "Coronand" vor, während der Komplex als "Coronat" bezeichnet wird. In polyzyklischen Verbindungen hingegen wird der freie Ligand als Kryptand und der Komplex als Kryptat bezeichnet [20].

Über die Komplexstabilitäten verschiedenster Polyetherkomplexe mit Alkali-, Erdalkali- sowie Silberkationen wurden bereits einige Untersuchungen durchgeführt. Hierbei konnte gezeigt werden, dass die Substitution von Sauerstoffatomen im Kronenether durch Stickstoff oder Schwefel die Affinität zu Alkaliionen reduziert, während die Stabilität der analogen Silberverbindungen gesteigert wird. [19]

Silberkationen weisen in Kronenetherkomplexen eine gewisse Tendenz auf, mit den weicheren π -Orbitalen von Mehrfachbindungssystemen zu koordinieren, da die harten Ether-Sauerstoffatome gegenüber den weichen Silberkationen nur eine schwache Donoraktivität besitzen [21]. Dieser Aspekt konnte auch bei den in dieser Arbeit dargestellten Verbindungen beobachtet werden und wird genauer im Kapitel „Ergebnisse und Diskussion“ betrachtet. Die in dieser Arbeit verwendeten Kronenether sind in Tabelle 1.2 aufgelistet.

Tabelle 1.2: Übersicht über die verwendeten Kronenether und Kryptanden.

Kronenether / Kryptand	Molekülstruktur
15-Krone-5 (15K5)	
Benzo-15-Krone-5 (B15K5)	
18-Krone-6 (18K6)	
Benzo-18-Krone-6 (B18K6)	
Dibenzo-18-Krone-6 (DB18K6)	
Kryptofix 222 (Krypt222)	

1.7 Anionen als Co-Liganden

Neben den bisher angesprochenen neutralen N-Donor- und Kronenetherliganden wurden bei der Synthese der Verbindungen dieser Arbeit negativ geladene Co-Liganden verwendet. Diese können sowohl schwach als auch stark koordinierend sein und konkurrieren mit den neutralen Liganden um die Koordinationsstellen am einfach geladenen Silberkation [22]. Dieser Aspekt wird im Kapitel „Ergebnisse und Diskussion“ genauer erläutert. Tabelle 1.3 liefert einen Überblick über die verwendeten Co-Liganden.

Tabelle 1.3: Übersicht über die verwendeten Co-Liganden.

Co-Ligand	Summenformel
Trifluoracetat (Tfa)	$(\text{CF}_3\text{CO}_2)^-$
Nitrat	$(\text{NO}_3)^-$
Trifluormethansulfonat („Triflat)	$(\text{CF}_3\text{SO}_3)^-$
Perchlorat	$(\text{ClO}_4)^-$
Tetrafluoroborat	$(\text{BF}_4)^-$
Hexafluorophosphat	$(\text{PF}_6)^-$
Hexafluoroantimonat	$(\text{SbF}_6)^-$
Hexafluorosilicat	$(\text{SiF}_6)^{2-}$
Fluorid	F^-

2. Ergebnisse und Diskussion

Im Rahmen dieser Arbeit konnten die in den Tabellen 2.1 und 2.2 aufgelisteten Verbindungen synthetisiert werden. Die Charakterisierung dieser Verbindungen erfolgte durch Röntgenstrukturanalyse am Einkristall sowie durch spektroskopische Methoden (IR- und UV/VIS-Spektroskopie). Dieser Ergebnisteil ist in drei Abschnitte gegliedert:

2.1 Silberkomplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden.

2.2 Silberkomplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur.

2.3 Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe.

Tabelle 2.1: Synthetisierte Verbindungen.

Silberkomplexe mit N-Donorliganden
$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$
$[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$
$\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{Tfa})$
$\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$
$\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (RT)
$\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT)
$[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$
$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$
$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$
$\text{Ag}(\text{Aba})(\text{Tfa})$
$\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$
$\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$
$\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$
$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$

Tabelle 2.2: Synthetisierte Verbindungen.

Silberkomplexe mit Kronenethern
[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](SbF ₆)
[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)
[Ag(B15K5)(H ₂ O)](BF ₄)
[Ag(18K6)(SbF ₆)]
[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF ₆)
[Ag(B18K6)(H ₂ O)](ClO ₄)
[Ag ₂ (DB18K6) ₂ (EtOH)(H ₂ O)](SbF ₆) ₂
Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe
[Ag(Krypt222)][Gd(NO ₃) ₄ (H ₂ O) ₂]
Ag ₂ SE(Aba) ₄ (NO ₃) ₅
(SE = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y)

2.1 Silberkomplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden

Im Rahmen dieser Arbeit sollten neue Strukturen von Ag(I) mit stickstoffhaltigen Liganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden synthetisiert werden. Diese Thematik wurde bereits in der Dissertation von *Mohammed Sehabi* [5] behandelt. Tabelle 2.3 zeigt eine Einordnung der in dieser Arbeit dargestellten Verbindungen mit stickstoffhaltigen Liganden in das Ergebnisbild, das von *Sehabi* gezeichnet wurde. Im Vergleich zur Arbeit von *Sehabi* konnten unter Verwendung gleicher Liganden wie Melamin und 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin, aber unterschiedlicher Co-Liganden die neuen Verbindungen [Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆) und Ag₂(Dpt)₃F₂ synthetisiert werden. Unter Verwendung sowohl gleicher Liganden als auch gleicher Co-Liganden konnten die neuen Verbindungen Ag(Pip)(NO₃) (RT), Ag(Pip)(NO₃) (TT), Ag₂(Tpt)(NO₃)₂ sowie [Ag(Tpt)(Tfa)]₂(H₂O) synthetisiert werden.

Hier zeigt sich die große strukturelle Vielfalt von Silber(I)-Komplexen, da *Sehabi* unter Verwendung gleicher Liganden und gleicher Anionen Verbindungen anderer Zusammensetzung, wie [Ag(Pip)₂](NO₃), Ag(Tpt)(NO₃) und Ag₄(Tpt)₂(Tfa)₄(H₂O) erhielt. Des Weiteren wurden die neuen Verbindungen Ag(Dpa)(Tfa), Ag(Dpa)(PF₆), Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂, Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO₃), Ag₂(Aba)(NO₃)₂, [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂, Ag(Kof)(Tfa),

[Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄), [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃), als auch [Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH) mit nicht von *Sehabi* verwendeten Liganden wie 2,2-Dipyridylamin, 4-Amino-1,2,4-triazol, 4-Aminobenzamid, Koffein sowie Cytosin synthetisiert.

Tabelle 2.3: Einordnung der neu synthetisierten Verbindungen¹.

Verbindung	Verbindung	Verbindung
[Ag(Pyz) ₂](BF ₄) (1)	[Ag(Dpt) ₂ (NO ₃) ₂] (15)	Ag(Pip)(NO ₃) (TT)
[Ag(Pyz) ₂](ClO ₄) (2)	[Ag(Dpt) ₂ (OAc)] ₂ (16)	[Ag(Pip) ₂](NO ₃) (26)
Ag(Pyz)(NO ₃) (3)	Ag(Dpt)(H ₂ O)(ClO ₄) (17)	Ag(Dpa)(Tfa)
[Ag(Pyz) ₂](PF ₆)(Pyz) (4)	Ag ₂ (Dpt) ₃ F ₂	Ag(Dpa)(PF ₆)
[Ag(Pyz) ₃](Tfa) (5)	Ag(Bpy) ₂ (ClO ₄) (18)	Ag ₂ (Ata) ₃ (ClO ₄) ₂
[Ag(Pyz) ₄] ₂ (SO ₄) (6)	Ag(Bpy)(Tfa) (19)	[Ag(Cyt) ₂] ₂ (BF ₄) ₂ (EtOH)
Ag(Dcp)(OAc) (7)	Ag(Bpq) ₂ (Tfa) (20)	[Ag(Kof) ₂] ₂ (SiF ₆)(EtOH) ₂
Ag(Dcp)(Tfa) (8)	Ag ₂ (Bpq)(NO ₃) ₂ (21)	Ag(Kof)(Tfa)
Ag(Dcp) ₂ (BF ₄) (9)	Ag(Tpt)(NO ₃) (22)	[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](ClO ₄)
Ag(Dcp) ₂ (ClO ₄) (10)	Ag ₂ (Tpt)(NO ₃) ₂	[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](CF ₃ SO ₃)
[Ag(Mel) ₂](BF ₄) (11)	Ag ₄ (Tpt) ₂ (Tfa) ₄ (H ₂ O) (23)	Ag(Aba)(Tfa)
[Ag(Mel) ₂](BF ₄)(Mel) ₂ (12)	[Ag(Tpt)(Tfa)] ₂ (H ₂ O)	Ag(Aba)(NO ₃)
[Ag(Mel) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)	[Ag(Pip)](BF ₄) (24)	Ag ₂ (Aba)(NO ₃) ₂
Ag(Mel) ₂ (Tfa)(H ₂ O) (13)	[Ag ₂ (Pip) ₃](Tfa) ₂ (H ₂ O) ₆ (25)	
Ag(Mel)(NO ₃) (14)	Ag(Pip)(NO ₃) (RT)	

In den in dieser Arbeit synthetisierten Verbindungen konkurrieren neutrale stickstoffhaltige Liganden mit den negativ geladenen Co-Liganden um die Koordinationsstellen am einfach geladenen Silberkation. Ag(I) bevorzugt als d¹⁰-Ion kleine Koordinationszahlen und bildet dadurch häufig niederdimensionale Strukturen aus. Da aber im Gegensatz zu Hg(II) relativistische Effekte, die sich auf die Koordinationssphäre auswirken, keine Rolle spielen, ist die Silber(I)-Komplexchemie dennoch in ihren Koordinationsgeometrien sehr vielfältig. [22]

Im Folgenden sollen die Koordinationsgeometrien einfachgeladener Silberkationen mit stickstoffhaltigen Liganden eingehend diskutiert werden. Tabelle 2.4 gibt eine Übersicht über die Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien sowie die zugehörigen Ag-N-Bindungslängen der in dieser Arbeit synthetisierten Verbindungen.

¹ Die von *Sehabi* synthetisierten Verbindungen sind in schwarzer Farbe dargestellt, während die in dieser Arbeit dargestellten Verbindungen rot markiert sind.

Tabelle 2.4: Übersicht über Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien.

Verbindung	KZ	Koordinationsgeometrie	$d(\text{Ag-N}) / \text{pm}$, $d(\text{Ag-O}) / \text{pm}$, $d(\text{Ag-C}) / \text{pm}$	$\angle(\text{L-Ag-L}) / ^\circ$
$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$	5	Schraube	225,2(8)-256,2(8), <i>231(1)</i> , <i>268,7(9)</i> , <i>234,8(7)</i>	68,9(3), 68,8(3), 66,7(3)
$[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$	6	Dimere	248,1(3), 242,4(3), 259,8(3), 248,9(4), <i>266,0(4)</i> , <i>260,7(4)</i>	81,859(4), 64,798(4), 66,892(4)
$\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{Tfa})$	3+1	tetraedrisch verzerrt, Schichten	230,1(6), 237,9(5), <i>232,3(5)</i> , <i>262,2(5)</i>	114,6(2)
$\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$	2	linear, Kette	216,8(8)	180,0(3)
$\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (RT) ²	2+2	tetraedrisch verzerrt, Schichten	218,14(3), 219,18(3), <i>279,6(2)</i> , <i>284,9(2)</i>	166,787(6)
$\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT)	2	linear, Ketten	215,41(2)-216,21(2)	172,790(3)
$[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{PF}_6$	2+1	Monomere	218,2(3), <i>262,9(3)</i>	152,4(1)
$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$	3	trigonal-planar, vernetzte Schrauben	226,4(5)-228,5(5)	129,3(2), 115,4(2), 115,2(2)
$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$	4	Schichten	221,5(6)-285,8(5)	80,4(2)-135,7(2)
$\text{Ag}(\text{Aba})(\text{Tfa})$	4	tetraedrisch verzerrt, Schichten	252,10(4), 242,78(4), <i>231,91(2)</i> , <i>229,36(2)</i>	96,4(1)
$\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$	2+3	Schichten	231,0(2), <i>231,6(3)</i> , <i>267,7(5)</i> , <i>276,5(5)</i>	150,4(1)
$\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$	5	Stränge	234,2(7), <i>233,8(5)</i> , <i>257,6(5)</i> , <i>265,7(6)</i> , <i>255,3(5)</i> , <i>264,9(6)</i> , <i>228,6(5)</i> , <i>243,5(6)</i> , <i>269,6(7)</i> , <i>272,7(5)</i>	126,5(2), 114,8(2), 90,0(2)
$\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$	4	tetraedrisch verzerrt, Schichten	218,00(2), 263,43(4), <i>256,93(3)</i> , <i>216,54(2)</i>	85,532(3)-165,052(4)
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$	2	Monomere	215,8(5), 215,3(5)	167,30(1)
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$	2+1	Monomere	220,6(5), 220,9(5), <i>251,7(7)</i>	158,1(2)
$[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$	2+1	Monomere	219,0(7), 220,2(7), <i>250,6(7)</i>	164,3(3)
$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$	2	Monomere	212,6(4), 213,72(5)	158,63(1)

² Da bei $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ eine Phasenumwandlung beobachtet werden konnte, wird mit RT die Raumtemperaturmodifikation und mit TT die Tieftemperaturmodifikation bezeichnet.

Die erwähnte Flexibilität von Ag(I) führt im Allgemeinen sowohl zu einer großen Bandbreite der auftretenden Koordinationszahlen, die von 2 bis 6 reichen können, als auch der beobachteten Koordinationsgeometrien, die von Monomeren, Dimeren, Ketten und Schrauben über Stränge hin zu Schichten variieren. Des Weiteren findet man häufig 1D- und 2D-Koordinationspolymere, wohingegen 3D-Koordinationspolymere seltener sind und an die Anwesenheit besonders gestalteter Liganden als auch an bestimmte Co-Liganden geknüpft sind.

Typisch für die Koordinationszahl 2 ist die lineare Koordination, wodurch bei 1:1-Verbindungen wie Ag(Dpa)(PF₆) und Ag(Pip)(NO₃) (TT) Ketten und bei 1:2-Verbindungen wie [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ und [Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH) Monomere gebildet werden. Häufig beobachtet man, vor allem unter nicht inerten Bedingungen, eine Mischform zwischen Koordinationszahl 2 und 3, die 2+1-Koordination. Sie tritt auf, wenn in die Koordinationssphäre eines Komplexes der Zusammensetzung 1:2 ein weiteres Lösemittelmolekül eintritt. In dieser Mischform, die in den Verbindungen [Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆), [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) sowie [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃) realisiert ist, wirken die Lösemittelmoleküle nur sehr schwach koordinierend, was aus den langen Ag-O-Abständen mit beispielsweise 251(1) pm bei [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) hervorgeht. Vergleicht man [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ (KZ 2) mit [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) (KZ 2+1), so lässt sich eine Aufweitung der Ag-N Abstände erkennen. In [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ liegen sie noch bei 215,8(5) und 215,3(5) pm, was im typischen Bereich für Ag-N Bindungen der Koordinationszahl 2 liegt [22], wohingegen sie bei [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) bereits 220,6(5) und 220,9(5) pm betragen. Diese Bindungslängen bewegen sich somit schon im Bereich typischer Bindungslängen der Koordinationszahl 3.

Als weiteres Koordinationsindiz dient die Betrachtung des Winkels zwischen den Silberkationen und den koordinierenden Stickstoffliganden. Theoretisch sollte dieser Winkel bei rein linearer Koordination 180° betragen. Eine Verkleinerung dieses Winkels deutet auf einen weiteren Liganden in der Koordinationssphäre hin. In [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) beträgt dieser Winkel 158,1(2)° und weicht damit deutlich von 180° ab. Die Betrachtung des Winkels kann allerdings nur als Indiz angeführt werden, da eine alleinige Betrachtung zu einem Fehltrick führen kann. In [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ beträgt der Winkel zwischen Silberkationen und den koordinierenden Stickstoffliganden 167,30(1)°, dennoch wird eine Koordinationszahl von 2 diskutiert. Dies liegt an dem, mit 296,0(9) pm zu langen Ag-O(Ethanol)-Abstand. Sicherlich übt das Ethanol hier einen gewissen Einfluss auf die Koordinationssphäre aus, dennoch ist eine Diskussion der Koordination als 2+1 nicht

sinnvoll, da sowohl die Ag-N-Abstände mit 215,8(5) und 215,3(5) pm, als auch der zu lange Ag-O(Ethanol)-Abstand dagegen sprechen.

Etwas weniger häufig als die Koordinationszahl 2 tritt die Koordinationszahl 3 auf. Sie konnte in dieser Arbeit lediglich bei $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ beobachtet werden. Typisch für diese Koordinationszahl ist die trigonal-planare Struktur.

Als Übergang von Koordinationszahl 3 zu 4 können die 3+1-Koordination, die in $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{Tfa})$ realisiert ist, sowie die 2+2-Koordination in $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (RT) betrachtet werden. Neben der Koordinationszahl 2 gehört die Vierfachkoordination zu den häufigsten Koordinationssphären in der Silberkomplexchemie. Befinden sich vier Liganden, einschließlich 3+1- und 2+2-Koordinationen, in der Silberkoordinationssphäre, so bilden sich stets Schichtstrukturen aus, wie die Strukturen der Verbindungen $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{Tfa})$, $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (RT), $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$, $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{Tfa})$ und $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ zeigen.

Die Koordinationszahlen 5 und 6 sind vergleichsweise selten und werden meist durch die Anwesenheit stark koordinierender Liganden wie Nitrat und Trifluoracetat sowie durch Chelatliganden mit vielen Koordinationsstellen (Tpt z.B. besitzt sechs mögliche Koordinationsstellen) erst möglich.

Wie sich hier schon andeutet, ist die Vorhersage von Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien recht schwierig; dennoch lassen sich einige Tendenzen ableiten. Neben der Ligandentopologie spielen auch die Zusammensetzung Metall:Ligand:Co-Ligand und die Koordinationsstärke des Co-Liganden eine wichtige Rolle.

Im Folgenden soll der Einfluss der Co-Liganden auf die Koordinationssphäre eingehender betrachtet werden. Tabelle 2.5 gibt einen Überblick über die verwendeten Co-Liganden und deren Koordinationsstärken, die qualitativ auf der Grundlage der in dieser Arbeit synthetisierten Verbindungen ermittelt wurden. Es wurden sowohl stark als auch schwach koordinierende Anionen verwendet. Die stark koordinierenden Anionen Nitrat und Trifluoracetat gehen starke Wechselwirkungen mit Ag^+ -Ionen ein, während die schwach koordinierenden Anionen schwache Wechselwirkungen ausbilden, d.h. die Bindungsenergie der koordinativen Bindung ist sehr gering. Schwach koordinierende Anionen sind von entscheidender Bedeutung, wenn die Einflüsse studiert werden sollen, die ein neutraler Ligand auf ein Metallion hat. Stark koordinierende Anionen verfälschen das Bild, da sie mit dem neutralen Liganden um Platz in der Koordinationssphäre konkurrieren. An dieser Stelle stellt sich nun die Frage, welche Eigenschaften schwach koordinierende Anionen haben müssen. Zum einen muss das Anion eine geringe Basizität aufweisen. Diese korreliert

entsprechend mit einem energetisch niedrig liegenden HOMO. Je niedriger die Energie des HOMOs ist, desto schwieriger ist die Elektronenabgabe.

Zum anderen spielt die Anionengröße eine entscheidende Rolle. Ein großes Anion verringert die attraktive Coulomb-Wechselwirkung, da nach der Coulomb-Gleichung (Gleichung 2.1) diese umgekehrt proportional zum Abstand zweier Punktladungen ist [23]. Ein größeres Anion führt daher zu einem größeren Abstand zwischen Kation und Anion und damit zu einer geringeren Coulomb-Energie als bei einem kleineren Anion.

$$\text{Gleichung 2.1: } F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{q_1 \cdot q_2}{r^2} = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{z_1 z_2 \cdot e^2}{r^2}$$

Des Weiteren sind geringe Partialladungen wie auch sterische Abschirmungseffete Eigenschaften schwach koordinierender Anionen [24]. Geringe Partialladungen lassen sich durch große Oberflächen erreichen, auf denen sich die Ladungen verteilen können. Durch sterische Effekte, wie beispielsweise große, sperrige Liganden können basische Atome abgeschirmt werden, was die Koordinationskraft der Co-Liganden herabsetzt.

In der Literatur werden gegenwärtig verschiedene Konzepte zum Aufbau schwach koordinierender Anionen diskutiert. Zum einen werden Carboborane verwendet, die auf Grund ihrer Größe die Ladung gut verteilen können [25, 26], auf der anderen Seite werden Komplexionen aus starken Lewis-Säuren und Lewis-Basen verwendet. Als Lewis-Säuren dienen hochgeladene Kationen wie beispielsweise As^{5+} und Sb^{5+} , während als Lewis-Basen die elektronegativen Elemente Sauerstoff und Fluor fungieren. Nach dem HSAB-Prinzip ist die Kombination von harten Lewis-Säuren mit harten Lewis-Basen besonders stabil. Die Verwendung besonders stabiler Komplexionen verringert die Wahrscheinlichkeit eines Anionenangriffs am Metallion. In seltenen Fällen kann es jedoch beim Einsatz von Tetrafluoroborat als Anion zu einer Übertragung des Fluoridions auf das Kation kommen, wenn selbiges eine hohe Acidität aufweist [27], was die Verbindung $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ zeigt, bei der nicht Silberfluorid, sondern Silbertetrafluoroborat als Edukt verwendet wurde. Eine neue Alternative zur Darstellung schwach koordinierender Anionen sind Alkoxy- und Arylmetallate sowie Teflate [24].

Tabelle 2.5: Übersicht über die verwendeten Co-Liganden.

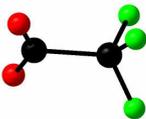
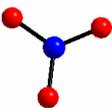
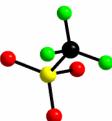
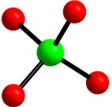
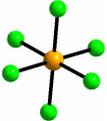
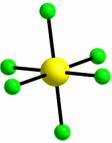
Co-Ligand		„Koordinationskraft“
(Tfa) ⁻		stark koordinierend
(NO ₃) ⁻		stark koordinierend
(CF ₃ SO ₃) ⁻		mittelstark koordinierend
(ClO ₄) ⁻		schwach koordinierend
(BF ₄) ⁻		schwach koordinierend
(PF ₆) ⁻		schwach koordinierend
(SbF ₆) ⁻		schwach koordinierend
(SiF ₆) ²⁻		schwach koordinierend
F ⁻		schwach koordinierend

Tabelle 2.6: Übersicht über das Koordinationsverhalten der verschiedenen Anionen.

Verbindung	Abstand Ag-Nitrat / pm	Koordinationsverhalten des Anions
Ag ₂ (Tpt)(NO ₃) ₂	231(1)-268,7(9)	μ ₂ -verbrückend
Ag(Pip)(NO ₃) (RT)	279,6(2)-284,9(2)	μ ₂ -verbrückend
Ag(Pip)(NO ₃) (TT)	294,49(3)	isoliert
Ag(Aba)(NO ₃)	267,7(5)-276,5(5)	μ ₂ -verbrückend, η ²
Ag ₂ (Aba)(NO ₃) ₂	228,6(5)-272,7(5)	μ ₂ -verbrückend
Verbindung	Abstand Ag-Tfa / pm	Koordinationsverhalten des Anions
[Ag(Tpt)(Tfa)] ₂ (H ₂ O)	260,7(4)-266,0(4)	η ²
Ag(Dpa)(Tfa)	232,3(5)-262,2(5)	μ ₂ -verbrückend
Ag(Aba)(Tfa)	229,36(2)-231,91(2)	μ ₂ verbrückend
Ag(Kof)(Tfa)	216,54(2)-256,93(3)	μ ₂ -verbrückend
Verbindung	Abstand Ag-(CF ₃ SO ₃) ⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](CF ₃ SO ₃)	268(1)	isoliert
Verbindung	Abstand Ag-F ⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
Ag ₂ (Dpt) ₃ F ₂	275,8(4)	isoliert
Verbindung	Abstand Ag-(PF ₆) ⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
Ag(Dpa)(PF ₆)	330(2)	isoliert
[Ag(Mel) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)	278,8(2)	isoliert
Verbindung	Abstand Ag-(ClO ₄) ⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
Ag ₂ (Ata) ₃ (ClO ₄) ₂	346(1)	isoliert
[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](ClO ₄)	268(1)	isoliert
Verbindung	Abstand Ag-(BF ₄) ⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
[Ag(Cyt) ₂] ₂ (BF ₄) ₂ (EtOH)	284,97(5)	isoliert
Verbindung	Abstand Ag-(SiF ₆) ²⁻ / pm	Koordinationsverhalten des Anions
[Ag(Kof) ₂] ₂ (SiF ₆)(EtOH) ₂	324,3(4)	isoliert

Tabelle 2.6 gibt eine Übersicht über das Koordinationsverhalten der verschiedenen Anionen und zeigt, dass die Stärke der Co-Liganden einen starken Einfluss auf die Struktur hat. Die Verwendung von Nitrat und Trifluoracetat führt bis auf die beiden Strukturen $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT) und $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$ zur Ausbildung von Strängen, Schichten und Ketten, was auf die verbrückende Wirkung dieser beiden Anionen zurückzuführen ist. $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT) ist die einzige Verbindung dieser Arbeit, in der die typisch koordinierende Wirkung des Nitrats nicht auftritt.

Zudem führt die Verwendung stark koordinierender und verbrückend wirkender Anionen wie Trifluoracetat gelegentlich zu einem Zusammenrücken der Silberionen. Häufig werden kurze $\text{Ag}^+ - \text{Ag}^+$ -Abstände in der Literatur [28-33] mit einer möglichen Argentophilie erklärt. Unter Argentophilie versteht man, analog zur Auophilie zwischen Goldatomen [34-36], Wechselwirkungen zwischen Silberionen, die energetisch gesehen in der Größenordnung von schwachen Wasserstoffbrückenbindungen liegen. Silberacetat ist das vielleicht eindrucklichste Beispiel für kurze Silber-Silber-Abstände (279,4(4)-280,9(3) pm). Zum Vergleich: In metallischem Silber beträgt der Ag-Ag-Abstand 288,9 pm, während die Summe der van der Waals-Radien bei 344 pm liegt.[22] Die Verbindungen $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{Tfa})$ und $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ zeigen einen ähnlichen Effekt. Die Silberionen haben einen Abstand von 294,00(7) bzw. 296,27(4) pm zueinander. Zur Erklärung dieser Annäherung bedarf es jedoch nicht zwingend des Argentophiliekonzepts. Sie lässt sich in allen dargestellten Verbindungen zufriedenstellend mit der verbrückenden Wirkung des Trifluoracetats beschreiben.

Die Verwendung schwach koordinierender Anionen wie $(\text{CF}_3\text{SO}_3)^-$, $(\text{F})^-$, $(\text{PF}_6)^-$, $(\text{ClO}_4)^-$, $(\text{BF}_4)^-$ sowie $(\text{SiF}_6)^{2-}$ hingegen begünstigt die Bildung von Ketten und Monomeren. Die Synthese von 1D- und 2D-Koordinationspolymeren ist dementsprechend durch die Verwendung stark koordinierender Anionen begünstigt, wohingegen die Synthese dreidimensionaler Strukturen durch die Anwesenheit stark koordinierender Anionen gehemmt wird. Jeder kationische Komplex mit niedriger Koordinationszahl ist ein Angriffsort für das Gegenanion [27]. Sollen dreidimensionale Netzwerke oder sogar poröse Netzstrukturen (MOFs) dargestellt werden, sind Anionenangriffe am Metallzentrum zu vermeiden, da dies zu einem Kettenabbruch führen kann. Aus diesem Grund sollten zur Herstellung dreidimensionaler Netzwerke Anionen geringer Basizität und geringer Koordinationskraft gewählt werden.

Aus den in dieser Arbeit gewonnen Erkenntnissen können die Co-Liganden nach ihrer Koordinationskraft an Silber sortiert werden:



Neben der bisher diskutierten Ligandentopologie und der Stärke der Co-Liganden spielen auch supramolekulare Wechselwirkungen, wie π - π -Wechselwirkungen, eine Rolle bei der Strukturbildung. Es handelt sich hierbei um schwache elektrostatische Wechselwirkungen zwischen aromatischen Ringen. Man unterscheidet generell zwei Arten von π - π -Wechselwirkungen, die „face-to-face“- und die „edge-to-face“-Wechselwirkungen, wobei es häufig Mischformen zwischen diesen beiden Extremen gibt

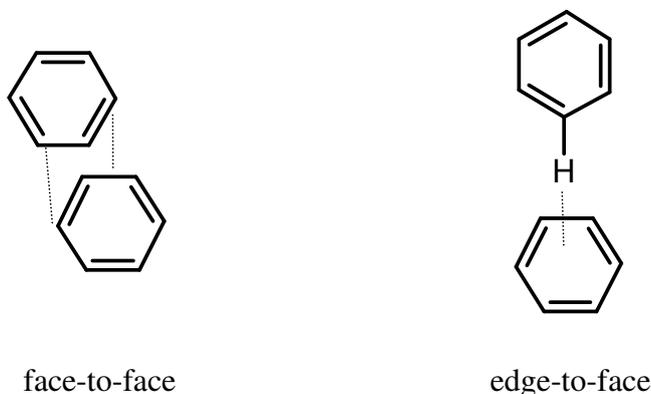


Abbildung 2.1: Gegenüberstellung der beiden π - π -Wechselwirkungsarten.

Diese Wechselwirkungen basieren auf einem Wechselspiel zwischen Anziehung und Abstoßung. Die Anziehung basiert auf attraktiven van der Waals-Wechselwirkungen zwischen der π -Elektronenwolke des einen Moleküls und dem positiven Grundgerüst des interagierenden Moleküls. Die geometrische Orientierung, die die beiden Moleküle zueinander einnehmen, hängt von der Stärke der abstoßenden Kräfte ab und kann durch verschiedene Substituenten oder Heteroatome gesteuert werden [37, 38].

In dieser Arbeit konnten face-to-face-Wechselwirkungen an den fünf Verbindungen $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$, $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ sowie $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$ beobachtet werden. Die Liganden Tpt, Koffein und Cytosin begünstigen die Bildung von π - π -Wechselwirkungen, da sie aufgrund der Heteroatome und elektronenziehender Gruppen wie Carbonylgruppen, als elektronenarme Ringsysteme zu betrachten sind. Dieser Aspekt ermöglicht eine Annäherung der Ring- π -Systeme, ohne eine zu starke Abstoßung hervorzurufen. Die Koordination der Ringstickstoffatome an die

Silberionen verstärkt die elektronenziehende Wirkung durch die positive Ladung, was die Ringsysteme noch elektronenärmer macht [37, 38].

2.2 Silberkomplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur

Im vorangehenden Abschnitt wurden ausschließlich Silberkomplexe mit stickstoffhaltigen Liganden betrachtet, wohingegen in diesem Abschnitt Silberkomplexe mit sauerstoffhaltigen Liganden wie Kronenethern diskutiert werden sollen.

Im Rahmen dieser Arbeit konnten abhängig von der Größe des Kronenetherhohlraums typische Komplexstrukturen beobachtet werden. Tabelle 2.7 gibt eine Übersicht über die dargestellten Silberkomplexe mit unterschiedlichen Kronenethern und die Strukturen, die sich aus den verschiedenen Kombinationen ergeben.

Die Motivation zur Synthese dieser Verbindungen bestand in der Untersuchung des Einflusses unterschiedlich großer Kronenetherhohlräume auf die Molekülstrukturen. Des Weiteren wurde untersucht, ob an die Kronenether ankondensierte Gruppen wie Benzolringe einen Einfluss auf die Strukturbildung haben. Hierzu war es notwendig als Gegenionen schwach koordinierende Anionen zu verwenden, um einen Einfluss dieser Co-Liganden auf die Koordinationssphäre auszuschließen. Einige Arbeiten [14,16,19,39] haben bisher gezeigt, dass der Quotient aus dem Durchmesser des Kronenetherhohlraums und dem Ionendurchmesser ($Q = \varnothing_{\text{Kronenether}} / \varnothing_{\text{Kation}}$) des inkorporierten Metalls einen entscheidenden Einfluss auf die Strukturbildung hat.

Bereits *Pedersen* beschreibt in seinen Arbeiten drei unterschiedliche Strukturtypen von Komplexen in Lösung. Demnach treten 1:1-Strukturen auf, wenn das Kation den Kronenetherhohlraum vollständig oder auch annähernd ausfüllen kann. Ist das koordinierte Kation zu groß für den Kronenetherhohlraum, so treten bevorzugt 1:2-Verbindungen auf, in denen das Kation oberhalb der Ringebene zu liegen kommt und durch einen weiteren Kronenether koordiniert wird. Weniger häufig treten 2:3-Strukturen, die sogenannten Club-Sandwichverbindungen auf. [39, 40]

Die in dieser Arbeit dargestellten Verbindungen können dem 1:1- oder dem 1:2-Typ zugeordnet werden. Im Folgenden werden die Faktoren diskutiert, die zu diesen beiden Strukturtypen führen. Tabelle 2.8 gibt hierzu einen Überblick über die Durchmesser der Hohlräume einiger Kronenether.

Tabelle 2.7: Übersicht über die dargestellten Silberkomplexe mit ihren Strukturmotiven.

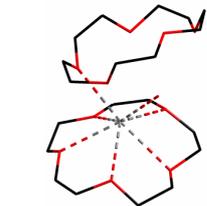
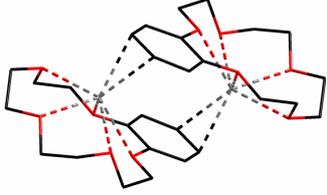
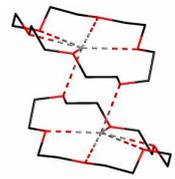
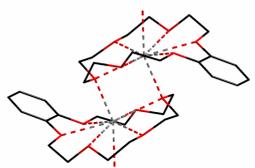
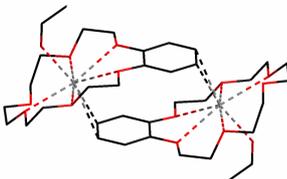
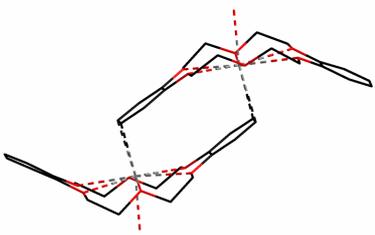
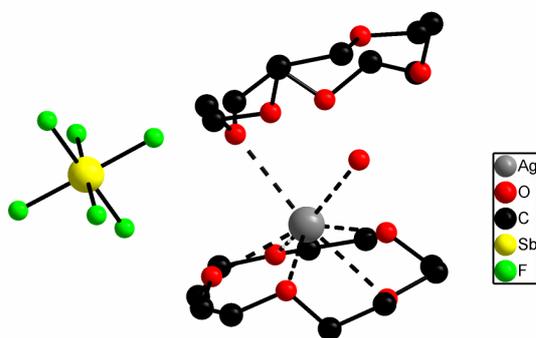
Verbindung	Struktur
$[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ $Q = 0,67-0,87$	Sandwich 1:2 
$[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ $Q = 0,67-0,87$	Dimere 1:1 
$[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ $Q = 1,03-1,27$	Dimere 1:1 
$[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ $Q = 1,03-1,27$	Dimere 1:1 
$[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ $Q = 1,03-1,27$	Dimere 1:1 
$[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$ $Q = 1,03-1,27$	Dimere 1:1 

Tabelle 2.8: Übersicht über die Kronenetherdurchmesser im Vergleich zum Ionendurchmesser des Silberkations [19, 39].

Kronenether	Hohlraumdurchmesser / pm	$\varnothing_{\text{Kronenether}} / \varnothing_{\text{Ag}^+} (Q)$
15-Krone-5	170-220	0,67-0,87
Benzo-15-Krone-5	170-220	0,67-0,87
18-Krone-6	260-320	1,03-1,27
Benzo-18-Krone-6	260-320	1,03-1,27
Dibenzo-18-Krone-6	260-320	1,03-1,27
Dibenzo-21-Krone 7	340-430	1,35-1,71
Metallion	Ionendurchmesser / pm	
Ag^+	252	

Die isotypen Verbindungen $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ bilden die erwartete 1:2-Sandwichstruktur aus, da das Ag^+ -Ion mit einem Ionendurchmesser von 252 pm etwas zu groß für den Hohlraum von 15-Krone-5 ist, der zwischen 170 und 220 pm liegt [19]. Der zweite Kronenether hat jedoch nur geringe Möglichkeiten, mit dem bereits durch den ersten Kronenether komplexierten Ion in Wechselwirkung zu treten, da der Ionendurchmesser von Ag^+ nicht deutlich größer ist als der Hohlraum von 15-Krone-5. Die Bildung des 1:2-Komplexes ist aber gegenüber dem 1:1-Komplex durch einen Entropieeffekt begünstigt, da die Koordination des zweiten Kronenethers zur Freisetzung an das Silberion gebundener Solvensmoleküle führt.[16] 1:2-Strukturen treten bevorzugt auf, wenn Q ($\varnothing_{\text{Kronenether}} / \varnothing_{\text{Ag}^+}$) Werte deutlich unter 1 annimmt.

Abbildung 2.2: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Exemplarische Darstellung einer 1:2-Struktur.

Wird der Kronenetherdurchmesser konstant gehalten und nur ein Benzolring an 15-Krone-5 ankondensiert, so findet man nicht mehr die erwarteten 1:2-Strukturtypen (obwohl $Q < 1$ ist), sondern 1:1-Verbindungen wie $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ zeigt. Es kommt zur Bildung von $[\text{Ag}_2(\text{B15K5})_2]^{2+}$ -Dimeren, die über eine η^2 -Koordination der Benzolringe des jeweils anderen Kronenethers im Dimer zusammengehalten werden. Dementsprechend spielt für die Ausbildung einer bestimmten Struktur nicht nur das Verhältnis der Ionengröße zum Durchmesser des Ligandenhohlraums eine entscheidende Rolle, sondern ebenfalls ankondensierte Gruppen. Aufgrund des größeren Durchmessers des Silberions im Vergleich zu Benzo-15-Krone-5 liegt das Silberion nicht im Hohlraum des Kronenethers, sondern 107 pm oberhalb einer Ausgleichsebene, die durch die Kronenethersauerstoffatome verläuft.

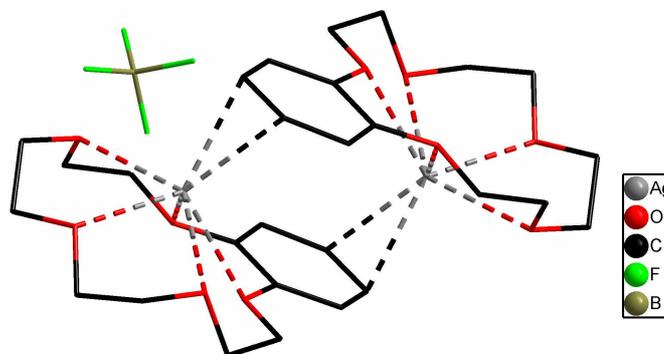


Abbildung 2.3: $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$: Darstellung der $[\text{Ag}_2(\text{B15K5})_2]^{2+}$ -Dimere.

Der Einsatz von 18-Krone-6 führt zu $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$, das dem 1:1-Strukturtyp angehört ($Q > 1$). Auch hier kann die Bildung von Dimeren beobachtet werden, die allerdings nicht wie in $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ über eine Koordination der Benzolringe miteinander in Kontakt stehen, sondern über Ag-O-Kontakte. Die Silberionen sind im Zentrum des Kronenether-Liganden komplexiert, allerdings sind sie mit einem Ionendurchmesser von 252 pm etwas zu klein, um den Hohlraum von 18-Krone-6 mit 260-320 pm perfekt auszufüllen. Dies führt dazu, dass sich eine Ecke des Kronenethers aus einer Ausgleichsebene durch die Kronenethersauerstoffatome herausdreht. Überraschend ist in dieser Struktur die Koordination des Hexafluoroantimonats an Ag^+ mit einem Ag-F-Abstand von 244,1(5) pm. Da es sich um ein schwach koordinierendes Anion handelt, findet man recht selten eine Koordination des Hexafluoroantimonats an Ag^+ . In der Literatur [41,42] findet man nur zwei Arbeiten, die von einer solchen Koordination berichten, $(\text{C}_{41}\text{H}_{42}\text{AgCl}_2\text{F}_6\text{Sb})(\text{CH}_2\text{Cl}_2)$ [41] und $[\text{Ag}_2(\text{SbF}_6)_2(\text{C}_{52}\text{H}_{52})](\text{C}_7\text{H}_8)(\text{CH}_2\text{Cl}_2)$ [42], wobei die Ag-F-Abstände in diesen beiden Strukturen mit 267(1) sowie 254,5(4) pm deutlich länger sind als in $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ mit

244,1(5) pm. Die weiteren Abstände in diesen beiden Strukturen kommen aber vermutlich durch die sterische Hinderung der großen, sperrigen Liganden zustande, was in $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ nicht der Fall ist. Auffällig ist, dass in den beiden, aus der Literatur zitierten Verbindungen, nur schwach koordinative Ag-C-Bindungen vorliegen, was natürlich die Koordination eines schwach koordinierenden Anions begünstigt. Ebenso verhält es sich in $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$, wobei hier nicht schwache Ag-C-Bindungen vorliegen, sondern schwache Ag-O-Bindungen, wie die Bindungslängen von 264,9(4)-284,8(4) pm beweisen.

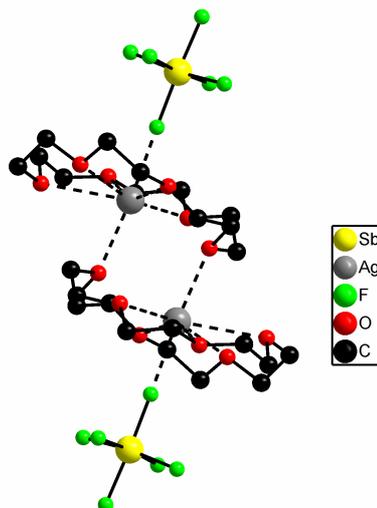


Abbildung 2.4: $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Wird nun ausgehend von 18-Krone-6 ein Benzolring ankondensiert, gelangt man ebenfalls zu Verbindungen des Typs 1:1, wie $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ belegen. Wie aufgrund des Kronenetherhohlraums nicht anders zu erwarten, sind die Silberkationen im Zentrum des Kronenethers lokalisiert. Beide Verbindungen bilden Dimere, allerdings erfolgt die Verknüpfung innerhalb dieser Dimere auf unterschiedliche Weise. $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ zeigt im Gegensatz zu $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$, bezogen auf die Dimerenverknüpfung, ein untypisches Verhalten. Die Verknüpfung erfolgt nicht durch Ag-C-Kontakte, sondern wie bei $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ über Ag-O-Kontakte. $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ verhält sich dementsprechend analog zu Kronenetherverbindungen, die keinen Benzolring ankondensiert haben.

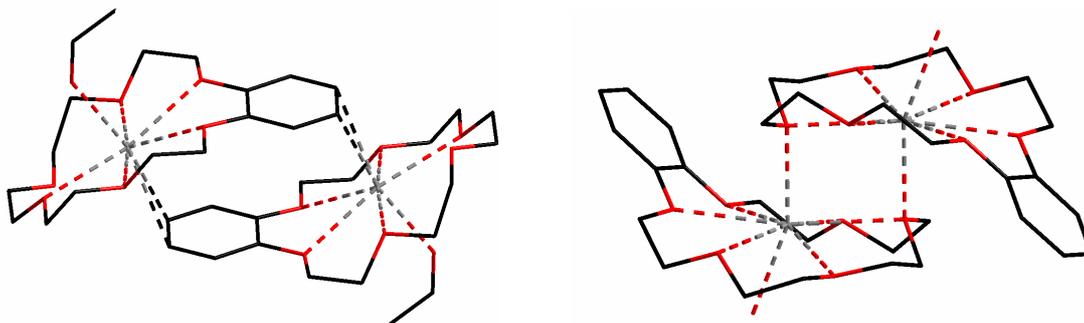


Abbildung 2.5: Vergleich der Verknüpfungsmuster von $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$.

Die Existenz zweier Benzolringe vermag das bekannte Strukturmotiv nicht zu ändern. Auch in $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$ findet man die für Silberkronenetherkomplexe mit schwach koordinierenden Anionen typischen Dimere der Zusammensetzung $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})]^{2+}$. Auch hier werden diese Einheiten über Wechselwirkungen des Benzol- π -Systems mit den Silberkationen zusammengehalten.

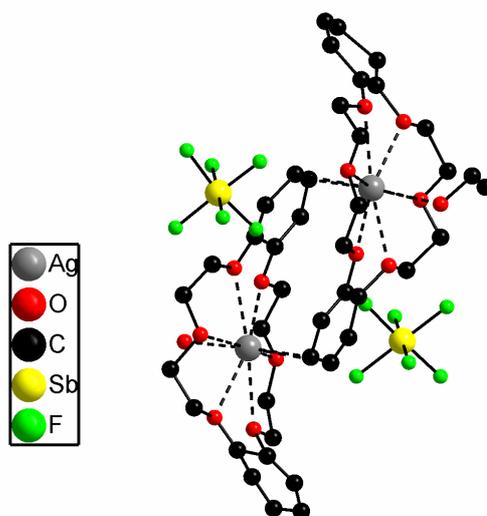


Abbildung 2.6: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Die Literatur zeigt, dass auch eine Vergrößerung des Kronenetherhohlraums auf 340-430 pm keine Änderung des Strukturmotives hervorruft. In $[\text{Ag}(\text{DB21K7})(\text{H}_2\text{O})_2](\text{ClO}_4)_2$ [43] kann ebenfalls die Bildung von $[\text{Ag}(\text{DB21K7})(\text{H}_2\text{O})_2]^{2+}$ -Dimeren beobachtet werden, die durch Silber-Benzolring-Wechselwirkungen verknüpft sind.

Erst die Verwendung des Kronenethers Dibenzo-24-Krone-8 führt zur Änderung des 1:1- zum 2:1-Strukturtyp. In $[\text{Ag}_2(\text{DB24K8})(\text{ClO}_4)_2]$ [43] ist der Kronenetherhohlraum von

Dibenzo-24-Krone-8 mit deutlich über 400 pm so groß, dass zwei Silberkationen im Hohlraum koordiniert werden können. Diese weisen einen Abstand von 366 pm auf. Die Koordinationssphäre wird hier durch jeweils ein Perchloration an jedem Silberkation komplettiert. Eine Änderung des 1:1- zum 2:1-Strukturtyp erfolgt also erst dann, wenn der Quotient Q Werte größer als zwei annimmt.

Bisher wurde in dieser Arbeit bei der Betrachtung die Koordination der Lösemittelmoleküle außer Acht gelassen. Auffällig ist allerdings, dass bei fast allen hier vorgestellten Verbindungen eine Koordination von Wasser oder des Lösemittels zu beobachten ist. Tabelle 2.9 gibt einen Überblick über die Ag-O(Lösemittel)-Abstände im Vergleich zu den Ag-O(Kronenether)-Abständen.

Tabelle 2.9: Vergleich der Abstände Ag-O(Kronenether) und Ag-O(Lösemittel).

Verbindung	Ag-O(Kronenether) / pm	Ag-O(Lösemittel) / pm
[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](SbF ₆)	249,8(9)-266,1(4)	236,4(4)
[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)	250,2(9)-268,3(4)	236,3(4)
[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF ₆)	266,1(7)-271,5(7)	242(1)
[Ag(B18K6)(H ₂ O)](ClO ₄)	259,0(3)-282,6(2)	237,1(3)
[Ag ₂ (DB18K6) ₂ (EtOH)(H ₂ O)](SbF ₆) ₂	264,04(4)-283,94(4)	233,38(5)-250,68(5)

Wie die deutlich kürzeren Ag-O(Lösemittel)-Kontakte im Vergleich zu den Ag-O(Kronenether)-Abständen zeigen, werden die Silberkationen im Kronenether nur durch sehr schwache Wechselwirkungen, die nicht über Ion-Dipol-Wechselwirkungen hinausgehen, koordiniert. Allein [Ag(B15K5)](BF₄)(H₂O) weist, trotz Wassereinschlüssen in der Kristallstruktur, keine Koordination von Wasser auf. Dies scheint in dem kleinen Kronenetherhohlraum von Benzo-15-Krone-5 wie auch in der η^2 -Koordination des Benzolrings begründet zu liegen. Die Koordinationssphäre ist dadurch bereits gesättigt und eine weitere Koordination ist zur Stabilisierung nicht mehr notwendig.

Die η^2 -Koordination des Benzolrings scheint ein Effekt zu sein, der mit der Verwendung schwach koordinierender Anionen einhergeht. Wie die Arbeiten von *Klapthor* und *Mölders* zeigen [44, 45] treten bei der Synthese von Silber(I)-Kronenetherkomplexen mit stark koordinierenden Anionen keine Verbindungen auf, die eine Koordination des Benzolrings aufweisen. Die Co-Liganden konkurrieren mit den Benzolringen um Platz in der Koordinationssphäre der Silberkationen. Bei der Verwendung stark koordinierender Anionen

wird die Koordinationssphäre des Silbers durch diese Anionen für die Benzolringe unzugänglich. Erst die Verwendung schwach basischer Anionen gibt den Benzolringen die Möglichkeit einer Koordination.

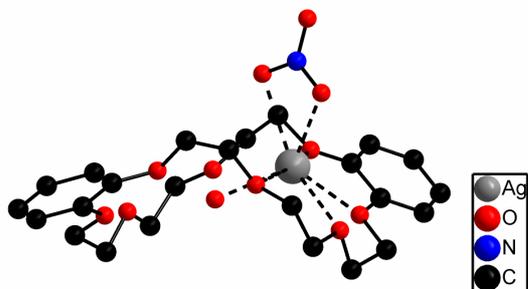


Abbildung 2.7: [Ag(DB24K8)(H₂O)](NO₃) [44]

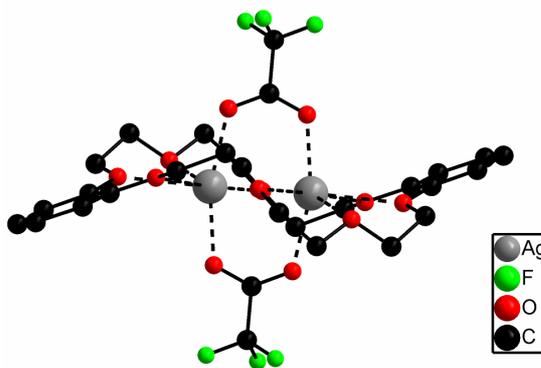


Abbildung 2.8: [Ag₂(DB24K8)](Tfa)₂ [44]

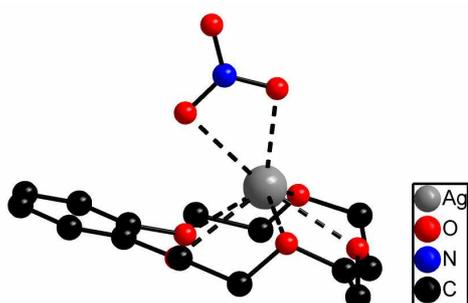


Abbildung 2.9: [Ag(B15K5)](NO₃) [44]

2.3 Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe

In den letzten Jahren wurde großes Augenmerk auf die Synthese bimetallischer Seltenerd-Übergangsmetallverbindungen gelegt. Dies mag an ihren vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten als Gasspeicher, Sensoren, nicht lineare optische Bausteine und Katalysatoren liegen. Die zur Synthese verwendeten Liganden sind meist Cyanide, Carbonyle, Aminosäuren und Pyridincarbonsäuren, die sich als besonders geeignet beim Aufbau von Koordinationspolymeren unterschiedlicher Dimensionen erwiesen haben [46]. Isonicotinsäure erwies sich als besonders geeigneter Ligand bei der Synthese heterometallischer Seltenerdmetall-Silber-Verbindungen, wie die Verbindungen $[\text{LnAg}_2(\text{Ins})_4(\text{OAc})(\text{H}_2\text{O})_5](\text{H}_2\text{O})_2$ ($\text{Ln} = \text{Gd}, \text{Eu}$, $\text{Ins} = \text{Isonicotinsäure}$) [46], $\text{LnAg}(\text{OAc})(\text{Ins})_3$ ($\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Eu}$) [47] und $[\text{Ln}_4(\text{H}_2\text{O})_2\text{Ag}(1,3\text{-bdc})_4(\text{inic})_5](\text{H}_2\text{O})_n$ ($\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Eu}$) [48] zeigen. Die lineare Isonicotinsäure ist als Ligand besonders geeignet, da sie zwei Donoratome (N und O) enthält. Die Carbonylgruppe koordiniert dabei an die harten Seltenerd-Ionen, während das weichere Stickstoffatom weiche Metallionen wie Ag^+ binden kann [46].

Die meisten Seltenerdmetall-Silber-Verbindungen haben zweidimensionale oder dreidimensionale Strukturen [47-53], wohingegen Verbindungen geringerer Dimension in der Literatur wenig beschrieben wurden [46]. Ein Beispiel für ein eindimensionales bimetallisches Seltenerdmetall-Silber-Koordinationspolymer ist $[\text{Ln}_2\text{Ag}_4(\text{Ins})_8(\text{H}_2\text{O})_{10}][\text{NO}_3]_2(\text{H}_2\text{O})$ [54], das zick-zack-förmige Ketten aus $[\text{Ln}_2\text{Ag}_4(\text{Ins})_8(\text{H}_2\text{O})_{10}]^{2+}$ Untereinheiten enthält.

Da in der Literatur gute Ergebnisse bei der Synthese bimetallischer Silber-Seltenerdmetall-Verbindungen mit Isonicotinsäure [48,54,55] als Ligand erzielt wurden, wurde in dieser Arbeit der analoge Ligand 4-Aminobenzamid eingesetzt. Durch die Amidfunktion in 4-Aminobenzamid ist die verbrückende Wirkung der Isonicotinsäure nicht mehr vorhanden. Dies sollte zu völlig anderen Strukturen führen und die Bildung niederdimensionaler Verbindungen begünstigen.

Im Rahmen dieser Arbeit konnten die bimetallischen Silber-Seltenerdmetall-Komplexe $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Ce}, \text{Pr}, \text{Nd}, \text{Sm}, \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Y}$) und $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ dargestellt werden. Bei $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ handelt es sich analog zu den eben beschriebenen Verbindungen, um ein zweidimensionales Koordinationspolymer, bestehend aus $[\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_2]^+$ -Einheiten, die zweifach über Ag^+ -Ionen miteinander in Verbindung stehen. $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ kann hingegen als salzartige Verbindung betrachtet werden, in der die die komplexen Ionen

$[\text{Ag}(\text{Krypt222})]^+$ und $[\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$ nur eine elektrostatische Wechselwirkung aufweisen.

In allen Verbindungen tritt eine für Silberkationen typische Koordination auf. In $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ sind die Silberkationen linear durch die Aminofunktionen zweier 4-Aminobenzamidliganden mit Ag-N-Abständen von 216,9 bis 218,5 pm koordiniert.

In $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ hingegen ist es schwierig, eine effektive Koordinationszahl für das Silberkation zu ermitteln. Die Ag-O-Abstände sind mit 270(2)-350(8) pm sehr groß, wohingegen die Ag-N-Abstände mit 231(3)-237(3) pm im typischen Bereich für koordinative Bindungen liegen. Die langen Ag-O-Abstände im Vergleich zu den kürzeren Ag-N-Abständen können durch das von Pearson eingeführte HSAB-Prinzip erläutert werden. [56-58]. Aufgrund der niedrigen Oxidationsstufe von Ag^+ und der damit verbundenen überschüssigen Elektronendichte bevorzugen Silberkationen Liganden, mit denen sie kovalente Bindungen ausbilden können. Die Liganden müssen dementsprechend ein energetisch hoch liegendes HOMO aufweisen, welches gut mit den Metallorbitalen überlappen kann. Stickstoff ist im Vergleich zu Sauerstoff eine weichere Base und bildet damit stärkere Bindungen mit d^{10} -Ionen aus. Die geringere Elektronegativität des Stickstoffs im Vergleich zum Sauerstoff führt beim Stickstoff zu energetisch höher liegenden Orbitalen [13].

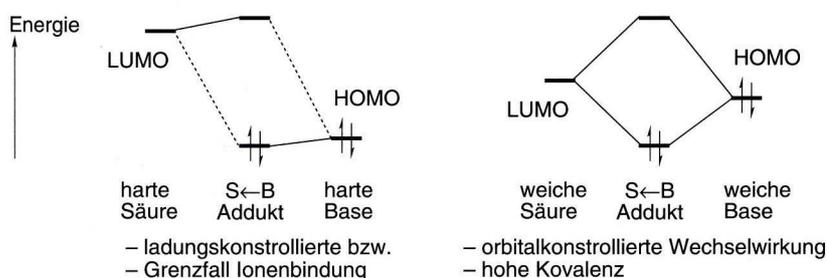


Abbildung 2.10: Relative Orbitalenergien nach dem HSAB Konzept [13].

Um diesen Aspekt zu verdeutlichen soll an dieser Stelle ein Vergleich zu Kryptofix-222-Komplexen mit Na^+ und K^+ -Ionen anhand der Verbindungen $[\text{Na}(\text{Krypt 222})_2][\text{Pb}_5]$ [59] sowie $[\text{K}(\text{Krypt222})]\text{I}_3$ [15] erfolgen. Exemplarisch wurden Natrium- und Kaliumverbindungen ausgewählt, da der Ionendurchmesser von Ag^+ mit 252 pm zwischen jenen von Na^+ mit 194 pm und K^+ mit 266 pm liegt [60]. Diese beiden Verbindungen, in denen harte Basen mit harten Säuren wechselwirken, zeigen im Vergleich zu $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ ein konträres Verhalten. Die M^+ -O-Abstände sind hier im Vergleich zu den M^+ -N-Abständen signifikant kürzer, was sich ebenfalls mit dem

HSAB-Prinzip erklären lässt ($[\text{Na}(\text{Krypt } 222)_2][\text{Pb}_5]$: Na-N = 266(6)-323(5) pm / Na-O = 248(2)-266(2) pm, $[\text{K}(\text{Krypt } 222)]\text{I}_3$: K-N = 295,5(9)-299(2) pm / K-O = 279(3)-288(2) pm). Die harten Alkalimetallionen wechselwirken mit den harten Ethersauerstoffatomen besser, als mit den weicheren Stickstoffatomen. Dementsprechend ist in diesen beiden Verbindungen die Bindungssituation gänzlich anders als in $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$, in der die Bindung eher kovalenten Charakter hat. In $[\text{Na}(\text{Krypt}222)_2][\text{Pb}_5]$ und $[\text{K}(\text{Krypt}222)]\text{I}_3$ ist die Bindung durch die ladungskontrollierte Wechselwirkung eher ionischer Natur.

Genau wie die Silberkationen zeigen die Seltenerdionen in den heterobimetallischen Komplexen hinsichtlich ihres Koordinationsverhaltens keine Auffälligkeiten. In $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ sind sie durch vier 4-Aminobenzamidliganden und zwei Nitrationen koordiniert, wodurch sie eine Koordinationszahl von acht aufweisen. In $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ wird das Gadoliniumkation von vier Nitraten und zwei Wassermolekülen koordiniert. Eine Koordination des Gadoliniumions durch den Kryptanden war unter den nicht inerten Synthesebedingungen nicht zu erwarten. Mit Kronenethern und Kryptanden bilden Seltenerdmetallionen, wegen der vergleichsweise hohen Hydratationsenthalpien der dreiwertigen Seltenerdmetallionen, selten Komplexe in wässriger Lösung. Im Vergleich zu den Seltenerdmetall-Kronenether-Komplexen [14,61,62,63], von denen dennoch einige Strukturen bekannt sind, gestaltet sich die Synthese von Komplexen dreiwertiger Seltenerdmetallionen mit Kryptanden als schwierig. Dennoch sind wenige Einkristallstrukturen bekannt, wie beispielsweise $[\text{Nd}(\text{Krypt}222)\text{NO}_3][\text{Nd}(\text{NO}_3)_5(\text{H}_2\text{O})]$ [64], $[\text{Eu}(\text{Krypt}222)\text{NO}_3][\text{Nd}(\text{NO}_3)_5(\text{H}_2\text{O})]$ [65] und $[\text{LaCl}(\text{Krypt}222)(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$ [66]. Dies ist auf der Grundlage des HSAB-Prinzips nicht verwunderlich. Kryptanden enthalten im Gegensatz zu Kronenethern noch Stickstoffatome, die weicher als Sauerstoffatome sind und daher schlechter die härteren dreiwertigen Seltenerdionen koordinieren. Andererseits darf das HSAB-Modell nicht überbewertet werden, da immer mehrere Effekte die Komplexstabilität bedingen. Beispielsweise werden den polyzyklischen Kryptanden in der Literatur [67] höhere Stabilitätskonstanten im Vergleich zu monozyklischen Kronenethern zugesprochen, aufgrund des sogenannten Kryptateffekts.

3. Chemische Arbeitsmethoden

3.1 Isothermes Verdampfen im Becherglas

Für die Synthese der Silber(I)-Komplexe mit N-Donorliganden wurden die Silbersalze in stöchiometrischen Mengen mit den entsprechenden Stickstoffliganden im entsprechenden Lösemittel (Ethanol, Acetonitril, destilliertes Wasser) gelöst.

Die Synthese der Silber(I)-Kronenetherkomplexe erfolgte in analoger Weise. Die Bechergläser wurden mit PARAFILM[®] abgedeckt. Dieser wurde mit einigen Nadelstichen perforiert. Durch Abdampfen des Lösemittels konnten Einkristalle erhalten werden, die in ein Markröhrchen überführt und einer Einkristall-Röntgen-Strukturanalyse unterzogen wurden. Die Synthese der heterobimetallischen Silber-Seltenerdmetall-Verbindungen kann auf zwei unterschiedlichen Wegen erfolgen. Einerseits können sie durch Umsetzen von Silber(I)-Salzen mit dem Liganden und den Seltenerdmetall(III)-Nitraten unter anschließendem Lösen in Ethanol synthetisiert werden. Andererseits kann die Synthese auch durch Lösen der Seltenerdmetalle in Eisessig, unter Zugabe der Silbersalze und des Liganden erfolgen.

Die Methode des isothermen Verdampfens im Becherglas war möglich, da die Edukte als auch die gewünschten Syntheseprodukte nicht luftempfindlich sind.

3.2 Solvothermalsynthese im Autoklaven

Das Silbersalz und der Ligand wurden bei dieser Methode in einen druckfesten Teflonautoklaven überführt. Wenige Milliliter des entsprechenden Lösemittels wurden hinzugegeben, der Autoklav fest verschlossen und anschließend in einem Ofen etwas über die Siedetemperatur des verwendeten Lösemittels erhitzt. Anschließend wurde die Temperatur bis auf jene erniedrigt, bei der man eine Kristallisation erwartet. Diese Temperatur wurde einige Tage gehalten, um das Kristallwachstum zu gewährleisten, bevor langsam abgekühlt wurde. Der Vorteil dieser Methode ist, dass unter Druck ungewöhnliche Strukturen gebildet und schwerlösliche Edukte in Lösung gebracht werden können.

4. Untersuchungsmethoden

4.1 Einkristallröntgendiffraktometrie

Die Methode der Kristallstrukturbestimmung durch Röntgenbeugung an Einkristallen ist aufgrund ihrer hohen Aussagekraft und Genauigkeit eines der wichtigsten Werkzeuge in der chemischen Strukturforschung.

Auch in dieser Arbeit war die Methode der Röntgenbeugung an Einkristallen die Hauptmethode zur Strukturbestimmung. Die Messung der strukturellen Daten aller in dieser Arbeit vorgestellten Verbindungen erfolgte auf zwei unterschiedlichen Diffraktometern, auf dem einkreisigen IPDS-Flächenzähler-Diffraktometer (IPDS I) und dem zweikreisigen IPDS-Flächenzähler-Diffraktometer (IPDS II) der Firma Stoe & Cie. Der Kristall wurde in jeder Winkelposition mit MoK_α -Strahlung (50 kV, 30 mA, Graphit-Monochromator) senkrecht zur ϕ -Achse bestrahlt. Der Abstand von Kristall und Detektor sowie die Belichtungszeit wurden individuell festgelegt und eingestellt [68, 15]. Die Reduktion der aus dem Röntgenbeugungsexperiment erhaltenen Daten erfolgte mit dem Programm X-Red [69], während Integration und Zellbestimmungen mit dem Programm X-Area [70] durchgeführt wurden [40]. Zur Lösung der Kristallstrukturen wurden die Programme SIR-92 [71] und WINGX (Version 1.70.01) [72] verwendet [40]. Die Verfeinerung des Strukturmodells erfolgte nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch Anpassung der aufgrund des gefundenen Strukturmodells berechneten Strukturfaktorquadrate $|F_c|^2$ an die gemessenen Strukturfaktorquadrate $|F_o|^2$. In den ersten Verfeinerungsschritten wurden isotrope Temperaturfaktoren verwendet, die gegen Ende der Strukturlösung und -verfeinerung durch anisotrope Auslenkungsparameter ersetzt wurden. Die Lagen der Wasserstoffatome wurden mit Standardbindungslängen und Standardbindungswinkeln geometrisch berechnet und „reitend“ verfeinert. Extinktionseffekte wurden gegebenenfalls durch einen Korrekturfaktor berücksichtigt, wohingegen Absorptionseffekte mit dem Programm X-Red [69] numerisch korrigiert wurden. Eine Optimierung der Kristallgestalt erfolgte mit dem Programm X-SHAPE [73]. Abschließend wurde das Wichtungsschema optimiert, indem das Verhältnis von Parameterverschiebungen zu Standardabweichung minimiert wurde. Die Faktoren R_1 , wR_2 und S_2 entsprechen dem Verhältnis der berechneten Strukturdaten an die gemessenen Strukturdaten und sind damit ein Maß für die Qualität der Strukturverfeinerung.

Dementsprechend kann eine gute Strukturlösung durch möglichst niedrige Werte beschrieben werden [15, 74].

$$R_1 = \frac{\sum_{hkl} \|F_o\| + \|F_c\|}{\sum_{hkl} \|F_o\|}$$

$$wR_2 = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum_{hkl} w(F_o^2)^2}}$$

$$S_2 = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m - n}} \quad m = \text{Anzahl der Reflexe, } n = \text{Anzahl der Parameter}$$

Für die Recherche struktureller und kristallographischer Daten wurde die Datenbank CSD (Cambridge Structural Database) [75] verwendet. Weitere Informationen zu allen verwendeten Geräten und Computerprogrammen finden sich in Kapitel 9.1.

4.2 Röntgenpulverdiffraktometrie

Zur Untersuchung der Phasenreinheit wurden Röntgenpulverexperimente durchgeführt. Hierzu wurden die Geräte G670 der Firma Huber und STADIP der Firma STOE & Cie GmbH verwendet. Zur Auswertung der Pulverdaten wurde das Programm WinXPOW der Firma STOE & Cie [76] benutzt. Die Visualisierung der Röntgenpulverdiffraktogramme erfolgte mit dem Programm ORIGIN [77] [40].

Zur quantitativen Bestimmung von Phasenverhältnissen aus Pulverdaten wurde außerdem die Rietveld-Methode verwendet. Hierzu wurde das Programm GSAS [78] benutzt.

4.3 Schwingungsspektroskopie

Zur weiteren Unterstützung des aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen Strukturmodells wurde die Methode der Schwingungsspektroskopie verwendet.

Für die Aufnahme von Infrarot-Spektren wurde ein KBr-Pressling der Probe gefertigt, mit dem anschließend ein Schwingungsspektrum mit Hilfe der Spektrometer IFS/66v/S bzw. Alpha-T der Firma Bruker aufgenommen wurde. Zur besseren Darstellung der IR-Spektren wurde häufig eine Grundlinienkorrektur an den gewonnenen Daten durchgeführt, die dann anschließend graphisch durch das Programm ORIGIN [77] dargestellt wurden. Die Banden wurden auf der Grundlage von Fachbüchern [79, 80] zugeordnet.

4.4 UV/VIS-Spektroskopie

Die UV/VIS-Spektroskopie diente in dieser Arbeit als Methode, die Farbe von Verbindungen zu deuten. Für die Durchführung der UV/VIS-Messungen wurde das Absorptionsspektrometer U-2900 der Firma Hitachi verwendet. Die Visualisierung der Daten erfolgte ebenfalls durch das Programm ORIGIN [77].

4.5 Differential-Thermoanalyse (DTA) / Thermogravimetrie (TG)

Die DTA-Analyse wurde zur Untersuchung möglicher Phasenumwandlungen verwendet. Die Messungen erfolgten mit dem Gerät STA 409 der Firma Netzsch. Die DTA ist eine thermische Analysenmethode, bei der charakteristische Energieumsätze bei Phasenübergängen, chemischen Reaktionen und anderen wärmegetönten Vorgängen genutzt werden. Hierzu wurde die pulverförmige Probe in einen Korundtiegel eingewogen und als Referenz ein leerer Tiegel verwendet. Beide Tiegel wurden in einem Ofen erhitzt, während über Temperaturfühler die Temperatur unter beiden gemessen wurde. Die Differenz der Temperaturen, die nur bei wärmegetönten Vorgängen deutliche Ausschläge zeigt, wurde aufgezeichnet. Zur Bestimmung von Massenverlusten wurde zugleich das Gewicht der Probe bestimmt.[81] Diese Methode wird als Thermogravimetrie bezeichnet.

II Spezielle Ergebnisse

5. Silberkomplexe mit N-Donorliganden und unterschiedlich stark koordinierenden Anionen als Co-Liganden

5.1 Verbindungen mit 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazin (Tpt):

$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ und $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$

5.1.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ wird durch Umsetzung von Silbernitrat mit 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazin (Tpt) gewonnen. Dazu löst man in einem Becherglas unter Rühren 0,425 g (2,5 mmol) Silbernitrat und 0,156 g (0,5 mmol) Tpt in 30 ml Acetonitril. Dieser Ansatz wird so lange unter Erhitzen gerührt, bis sich alles gelöst hat. Innerhalb von zwei Wochen konnten durch isothermes Verdampfen für eine Einkristalluntersuchung geeignete Kristalle erhalten werden. Des Weiteren wurde das Produkt mittels Pulverdiffraktometrie und IR-Spektroskopie analysiert.

Ebenfalls gelbe Kristalle, diesmal der Zusammensetzung $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$, konnten durch Umsetzung von 1,1 g (5 mmol) Silbertrifluoracetat mit 1,56 g (5 mmol) Tpt in 40 ml Ethanol gewonnen werden. Das Produkt wurde durch Einkristall- und Pulverdiffraktometrie sowie durch IR-Spektroskopie charakterisiert.

5.1.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$

$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle. Die Kristallstruktur enthält zwei kristallographisch unterschiedliche Silberkationen Ag_1 und Ag_2 , die über einen Tpt-Liganden miteinander verbrückt sind. Die Ag-N-Abstände variieren in einem Bereich von 225,2(8) bis 256,2(8) pm. Die Koordinationssphäre von Ag_1 besteht aus einem Tpt-Liganden und zwei Nitrationen, während die Koordinationssphäre von Ag_2 noch ein weiteres Nitrat aufweist. $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ besteht aus $[\text{Ag}_2(\text{Tpt})\text{NO}_3]^+$ -Einheiten, die entlang [010] über Nitrationen miteinander verbunden sind, so dass entlang [010] ein Ag_2 -Nitrat-Rückgrat mit Ag-O-Abständen von 231 pm entsteht (Abbildung 5.1.2). $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ kann aufgrund dessen als eindimensionales Koordinationspolymer bezeichnet werden. Die Verknüpfung der $[\text{Ag}_2(\text{Tpt})\text{NO}_3]^+$ -Einheiten über Nitrationen führt zur Ausbildung von Schrauben, die entlang [001] alternieren, wobei

benachbarte Schrauben gegenläufig sind und über schwache Donor-Akzeptor-Wasserstoffbrücken ($H_{29}\dots O_1 = 248(1)$ pm, $H_{317}\dots O_3 = 244(1)$ pm, $H_{31}\dots O_5 = 243(5)$ pm) miteinander in Kontakt stehen (Abbildung 5.1.3).

Der Ligand Tpt weist in dieser Struktur eine asymmetrische und nichtplanare Gestalt auf. Dies wird deutlich, wenn man eine virtuelle Ebene durch das Triazingrundgerüst legt, aus der sich einer der 2-Pyridylringe um $19,3^\circ$ hinausdreht (Abbildung 5.1.4).

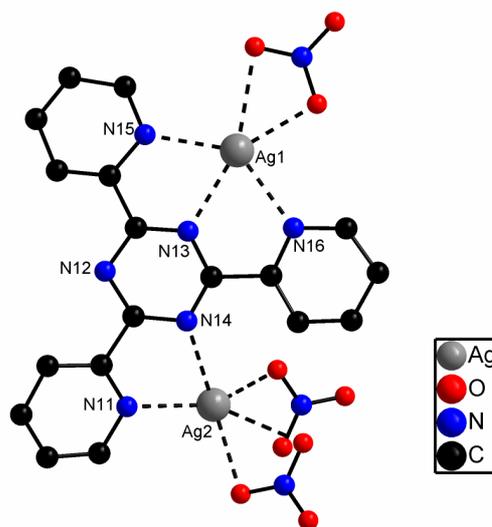


Abbildung 5.1.1: $Ag_2(Tpt)(NO_3)_2$: Koordinationssphäre der Silberkationen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

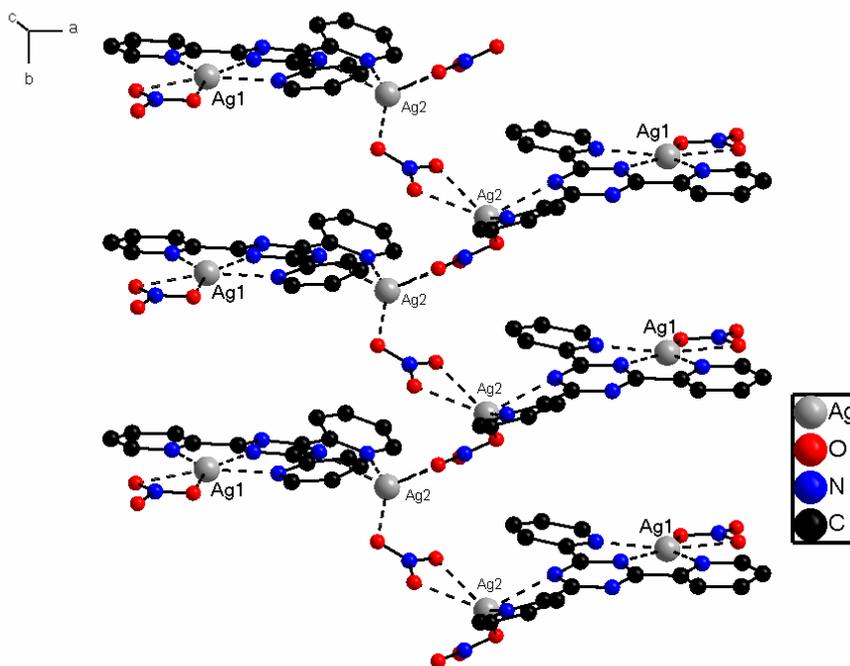


Abbildung 5.1.2: $Ag_2(Tpt)(NO_3)_2$: $[Ag_2(Tpt)NO_3]^+$ -Einheiten, die über Nitrationen entlang $[010]$ verbrücken (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

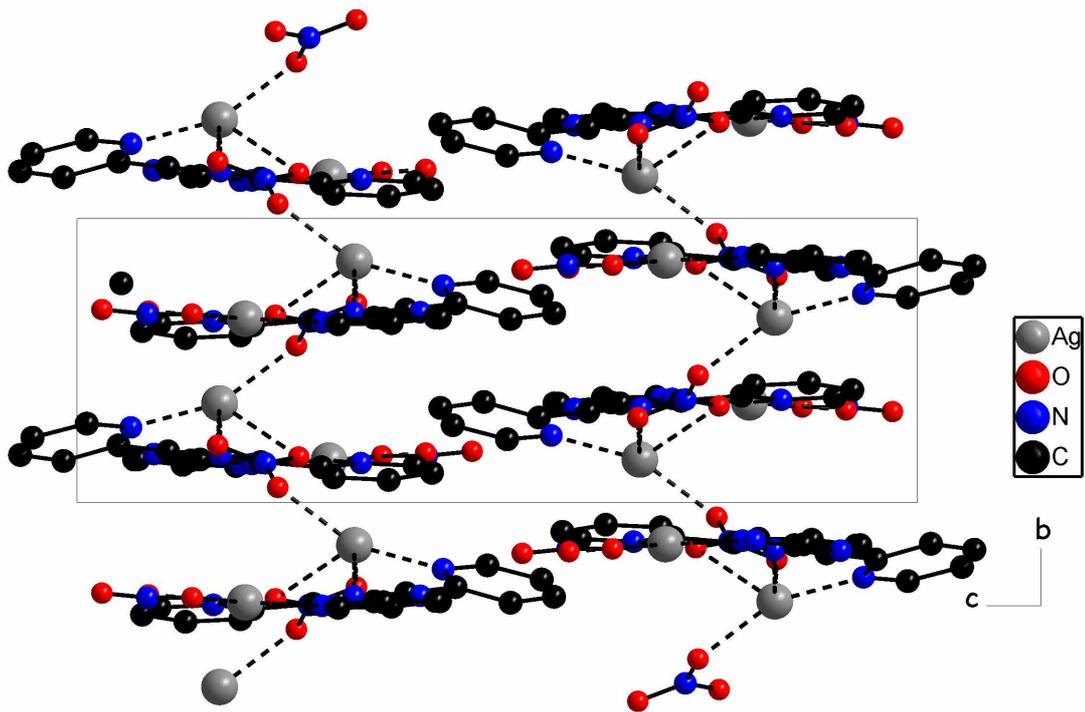


Abbildung 5.1.3: $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$: Gegenläufige Schrauben, die entlang $[001]$ alternieren (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

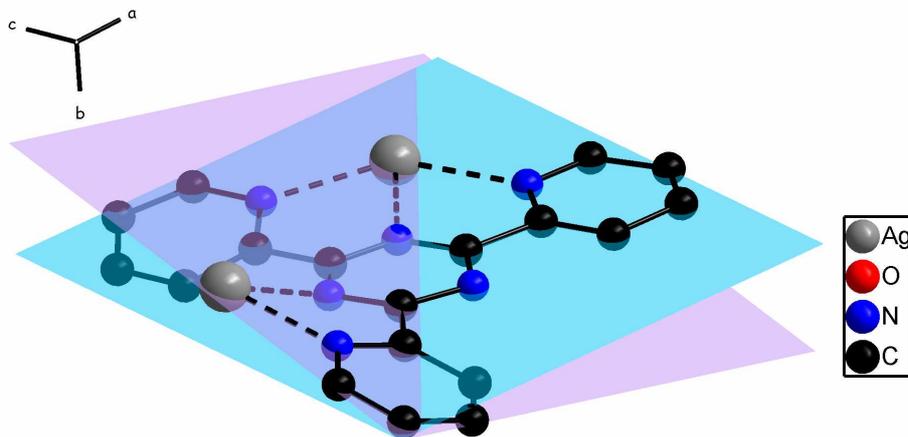


Abbildung 5.1.4: $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$: Asymmetrische und nicht planare Ligandengestalt (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.1.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$

In Abbildung 5.1.5 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung gegenübergestellt. Die Lage und Intensitäten der Hauptreflexe stimmen zwar weitgehend überein, allerdings sind auch zusätzliche Reflexe in der gemessenen Probe zu erkennen. Dementsprechend konnte das Produkt nicht phasenrein dargestellt werden.

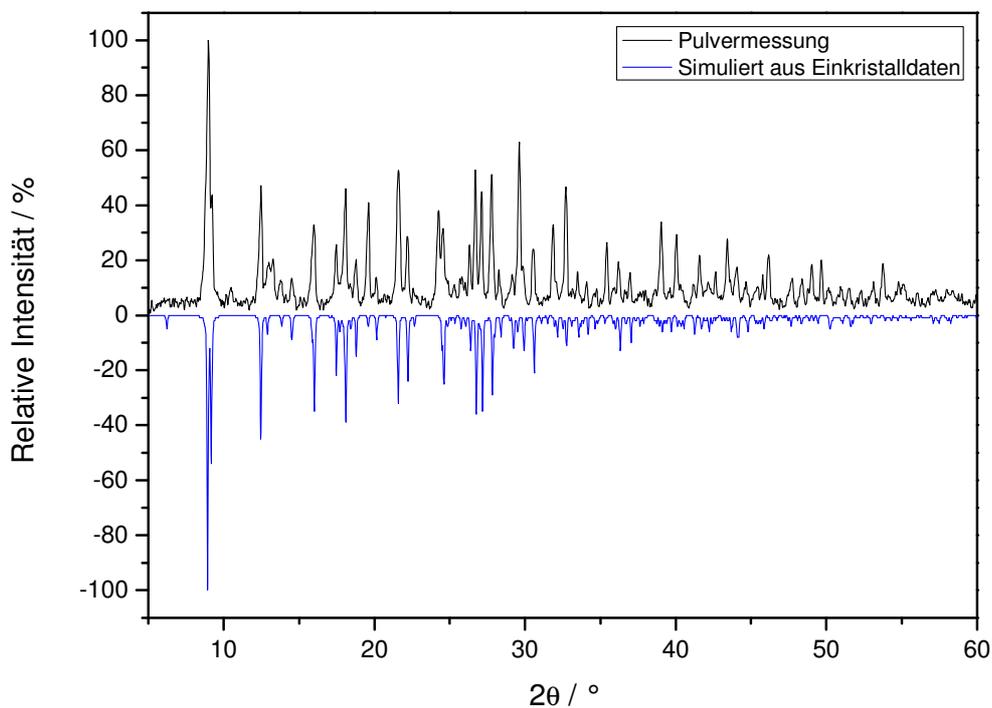


Abbildung 5.1.5: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung.

5.1.4 MIR-Spektroskopie an $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ und Tpt aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Liganden Tpt zugeordnet werden können, als auch die typischen Nitratbanden. Dies kann als weiterer Beleg für die Richtigkeit des Strukturmodells gedeutet werden.

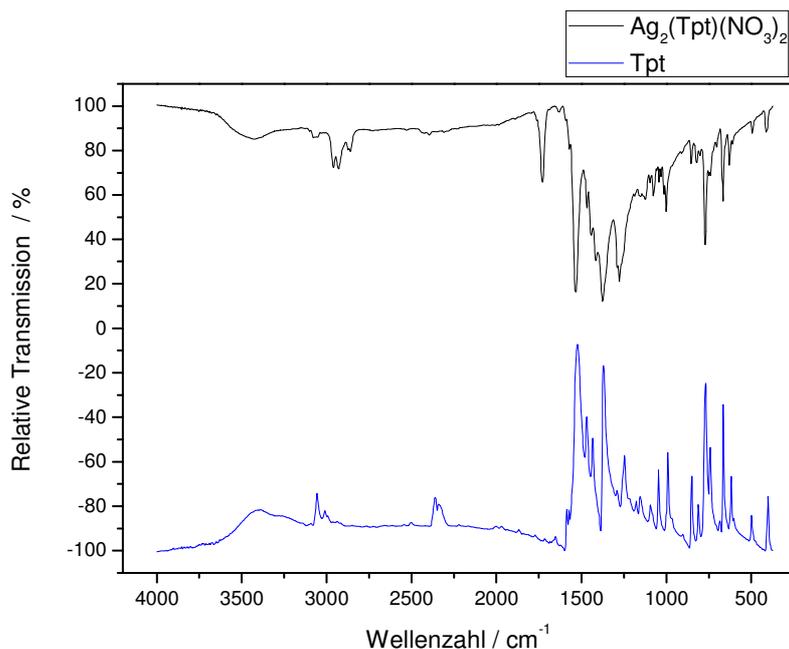


Abbildung 5.1.6:Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ und Tpt .

IR (KBr, cm^{-1}): 3441(w), 3062(w), 2962(w), 2922(m), 2848(w), 1742(s), 1528(s), 1415(w), 1376(s), 1275(s), 1122(w), 1075(w), 1002(m), 856(w), 815(w), 769(s), 735(w), 656(s), 615(m), 496(w), 415(w).

Tabelle 5.1.1: $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
δ (O-H) durch Wasserspuren	≈ 3441
ν (Aryl-H)	$\approx 2962\text{-}3062$
ν (C=C)	≈ 1528
ν (N=O)	≈ 1376
γ (C-H)	$\approx 735\text{-}856$

5.1.5 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$

$[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ kristallisiert wie $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ monoklin, allerdings in der niedersymmetrischen Raumgruppe $P2/c$ (Nr. 13) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Im Unterschied zu $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$, in der polymere Ketten vorliegen, besteht $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ aus dimeren Einheiten, die entlang $[010]$ gestapelt sind (Abbildung 5.1.8). Die beiden Silberkationen in diesen dimeren Einheiten sind über zwei Tpt-Liganden miteinander verbrückt. In diesen Einheiten wird das Silberkation durch drei Stickstoffdonoratome des einen Tpt-Liganden sowie durch ein Stickstoffdonoratom des anderen Tpt-Liganden koordiniert, wobei die Ag-N-Abstände in einem Bereich von 242,4(4)-259,8(3) pm liegen. Diese Koordination ist der Grund für die asymmetrische und nichtplanare Konformation der Tpt-Liganden. Genauso wie in $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ ist einer der 2-Pyridylringe aus einer gedachten Ebene durch das Triazingerüst hinausgedreht und zwar um $29,4^\circ$ (Abbildung 5.1.9).

Die Koordinationssphäre der Silberkationen wird durch jeweils ein Trifluoracetatanion mit Ag-O-Abständen von 260(1) und 266(3) pm komplettiert, wobei die Trifluoracetationen in die Löcher hineinragen, die durch die Packung der dimeren $[\text{Ag}_2(\text{Tpt})_2]^{2+}$ -Einheiten entstehen. Die $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ -Einheiten sind allerdings in der Kristallstruktur nicht vollständig voneinander separiert, da sie über Donor-Akzeptor-Wasserstoffbrücken miteinander in Verbindung stehen ($\text{H}11 \dots \text{F}3 = 253,81(6)$ pm, $\text{H}116 \dots \text{O}2 = 253,53(3)$ pm).

Des Weiteren spielen wohl π - π -Wechselwirkungen eine entscheidende Rolle bei der Ausbildung der Dimere. Die beiden Triazingrundgerüste sind 347,63(5) pm voneinander entfernt, was im typischen Bereich für π - π -Wechselwirkungen liegt. Triazine sind für diese Wechselwirkungen prädestiniert, da die drei Ringstickstoffatome eine elektronenziehende Wirkung aufweisen, wodurch das Ring- π -System als elektronenarm zu betrachten ist. Dieser Aspekt ermöglicht eine Annäherung der Ringsysteme, ohne eine zu starke Abstoßung hervorzurufen. Die Koordination der Ringstickstoffatome an die Ag^+ -Ionen verstärkt die elektronenziehende Kraft durch die positive Ladung, was die Ringsysteme noch elektronenärmer macht [38].

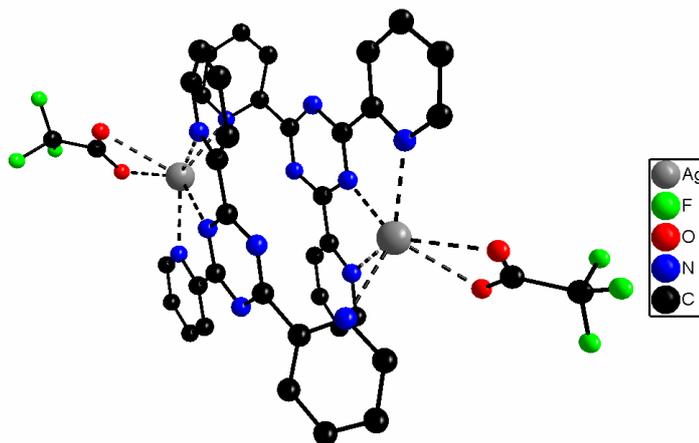


Abbildung 5.1.7: $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$: Darstellung der dimeren Einheiten (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

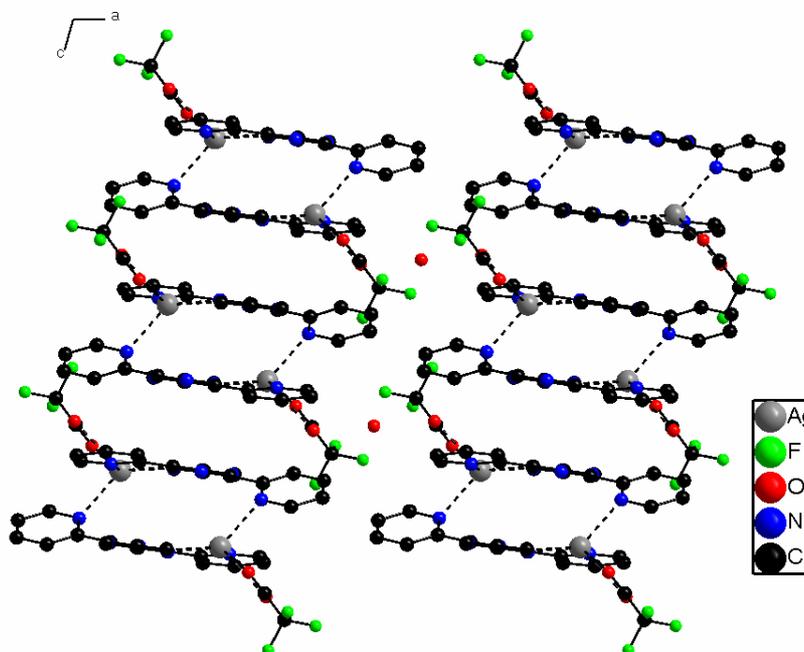


Abbildung 5.1.8: $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$: Ausschnitt aus der Kristallstruktur entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

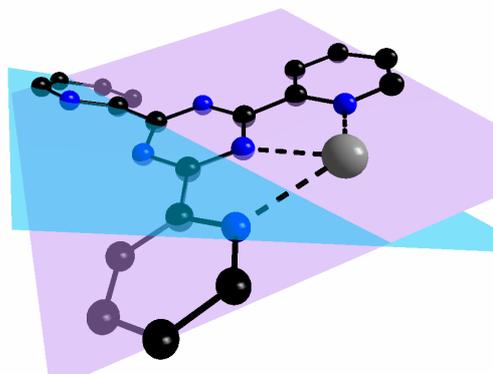


Abbildung 5.1.9: $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$: Asymmetrische, nicht planare Konformation von Tpt (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.1.6 Röntgenpulverdiffraktometrie an $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$

In Abbildung 5.1.10 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung gegenübergestellt. Da Lage und Intensitäten der Hauptreflexe übereinstimmen, kann von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

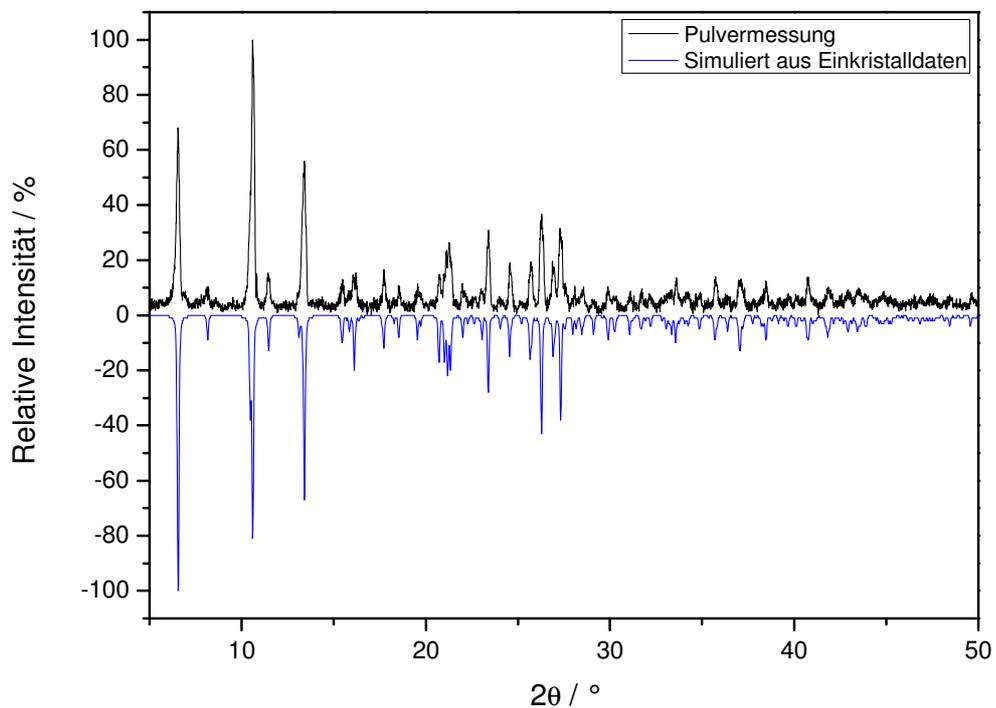


Abbildung 5.1.10: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung.

5.1.7 MIR-Spektroskopie an $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$ und Tpt aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Liganden Tpt zugeordnet werden können, als auch C-F-Schwingungsbanden der Trifluoracetationen. Dies kann als weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell gedeutet werden.

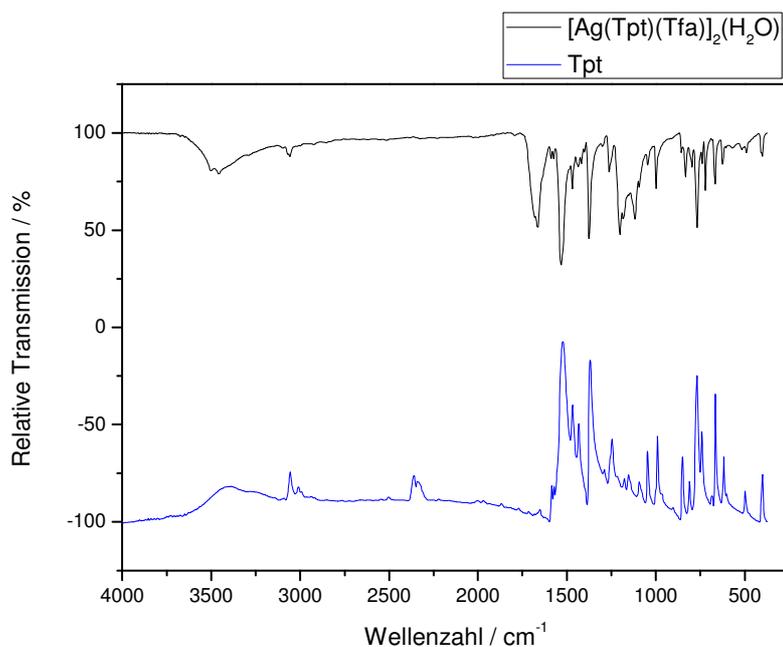


Abbildung 5.1.11: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$ und Tpt.

IR (KBr, cm^{-1}): 3501(w), 3456(w), 3056(w), 1673(s), 1587(w), 1539(s), 1471(m), 1434(w), 1374(s), 1246(m), 1205(s), 1122(s), 1056(w), 996(s), 859(w), 836(m), 765(s), 722(m), 672(m), 622(w), 493(w), 410(m).

Tabelle 5.1.2: $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})_2(\text{H}_2\text{O})]$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
δ (O-H)	$\approx 3501\text{-}3456$
ν (Aryl-H)	≈ 3056
ν (C=N)	≈ 1673
ν (C=C)	≈ 1587
ν (C-F)	≈ 1374
γ (C-H)	$\approx 722\text{-}859$

5.1.8 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Ein Vergleich von $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ und $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ bezüglich der Rolle der Gegenionen ist aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzung schwierig. Während $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ teilweise aus polymeren Ketten aufgebaut ist, besteht $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ aus dimeren Einheiten, die entlang [010] gestapelt sind. Die Bildung dimerer Einheiten ist für Trifluoracetationen eher ungewöhnlich, da sie aufgrund ihrer verbrückenden Wirkung meistens zu polymeren Ketten führen. Dies konnte auch *Sehabi* anhand von $\text{Ag}_4(\text{Tpt})_2(\text{Tfa})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ zeigen, in der monomere Einheiten durch eine μ_2 -Koordination der Trifluoracetationen zu molekularen Treppen verknüpfen [5].

In beiden Strukturen weisen die Tpt-Liganden die typische asymmetrische und nicht planare Koordination auf, die aufgrund der großen Koordinationstendenz von Tpt zu Ag(I) dominierend ist.

Tabelle 5.1.3: Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ und $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$.

Ausgewählte Bindung	$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$ Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$ Bindungslänge / pm
Ag-Tpt		Ag-Tpt	
Ag2-N11	226(1)	Ag1-N11	248,1(3)
Ag1-N13	240,9(7)	Ag1-N13	242,4(3)
Ag2-N14	255,0(9)		
Ag1-N15	236,3(9)	Ag1-N15	259,8(3)
Ag1-N16	244,4(8)	Ag1-N16	248,9(4)
Ausgewählte Bindung		Ausgewählte Bindung	
Ag-Anion		Ag-Anion	
Ag2-O1	231(1)	Ag1-O1	266,0(4)
Ag1-O6	268,7(9)	Ag1-O2	260,7(4)
Ag1-O4	234,8(7)		

Tabelle 5.1.4: $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$, $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$	$[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$
Summenformel	$\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{Ag}_2\text{N}_8\text{O}_6$	$\text{C}_{40}\text{H}_{26}\text{Ag}_2\text{F}_6\text{N}_{12}\text{O}_5$
Molmasse / g / mol	652,10	1084,45
a / pm	1491,8(4)	1401,4(2)
b / pm	675,1(1)	1082,9(1)
c / pm	2080,1(5)	1355,8(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 108,00(3)$	$\beta = 105,7(2)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	1992,2(8)	1980,1(5)
Formeleinheiten	4	2
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$ (Nr.14)	$P2/c$ (Nr.13)
Kristallform	Säule	Polyeder
Kristallfarbe	gelb	gelb
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	100
Belichtungszeit / min	10	6
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,6331 / 0,8099	0,7761 / 0,8664
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-19 / 19	-18 / 18
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-8 / 8	-13 / 13
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-27 / 27	-17 / 17
F(000)	1272	1072
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	2,03	1,08
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,174	1,815
R_{int}	0,2735	0,1200
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	18308	18292
Unabhängige Reflexe	4573	4518
Beobachtete Reflexe	911	2147
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0423 / 0,2593	0,0389 / 0,1123
wR_2 (beob. / alle)	0,0678 / 0,1111	0,0729 / 0,0864
S (alle)	0,603	0,759
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,644 / 0,480	-0,539 / 0,609
Anzahl Parameter	309	293
Wichtung a / b	0 / 0	0,0326 / 0

5.2 Verbindungen mit 2,2-Dipyridylamin (Dpa):

Ag(Dpa)(Tfa) und Ag(Dpa)(PF₆)

5.2.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

Ag(Dpa)(Tfa) wird durch die Vereinigung von 20 ml einer gesättigten ethanolischen Silbertrifluoracetatlösung mit 20 ml einer ebenfalls gesättigten ethanolischen 2,2-Dipyridylaminlösung dargestellt. Innerhalb weniger Tage konnten durch isothermes Verdampfen der gelbstichigen Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete Kristalle erhalten werden. Des Weiteren wurde das Produkt mittels Pulverdiffraktometrie und IR-Spektroskopie charakterisiert.

Die Synthese von Ag(Dpa)(PF₆) erfolgt durch Lösen von 0,08 g (0,5 mmol) Dpa und 0,13 g (0,5 mmol) Silberhexafluorophosphat in 40 ml Ethanol. Das Produkt wurde durch Einkristall- und Pulverdiffraktometrie sowie durch IR-Spektroskopie analysiert.

5.2.2 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Dpa)(Tfa)

Ag(Dpa)(Tfa) kristallisiert monoklin in der zentrosymmetrischen Raumgruppe C2/c (Nr. 15) mit acht Formeleinheiten pro Elementarzelle. In der Kristallstruktur ist jedes Silberkation stark tetraedrisch verzerrt von zwei Trifluoracetationen und zwei 2,2-Dipyridylaminliganden koordiniert, wobei die Ag-N-Abstände im Bereich von 230,1–237,9 pm und die Ag-O-Abstände im Bereich von 232,3 – 262,2 pm liegen.

Aufgrund des doch recht langen Ag-O-Abstandes von 262,2 pm ist es vernünftig, die Koordination am Silberion als eine 3+1 Koordination zu diskutieren (Abbildung 5.2.1). Die Kristallstruktur besteht aus Schichten, die in der ab-Ebene liegen. Sowohl die Dipyridylliganden, als auch die Trifluoracetationen wirken in dieser Struktur als Brücken zwischen zwei Silberkationen, wodurch ein zweidimensionales Netzwerk aufgebaut wird (Abbildung 5.2.2). In diesem 6³-Netzwerk wirken die Silberkationen als Knotenpunkte, während die Dipyridylliganden und die Trifluoracetationen als „Linker“ fungieren. Die Silberkationen werden entweder über einen Dipyridylliganden verknüpft, wobei der Ag-Ag-Abstand bei 561,9 pm liegt oder über zwei Trifluoracetationen, was den Ag-Ag-Abstand erwartungsgemäß auf 388,7 pm verkürzt. Aufgrund ihrer verknüpfenden Funktion sind die zwei Pyridylringe der Liganden um 46,4° gegeneinander verdreht.

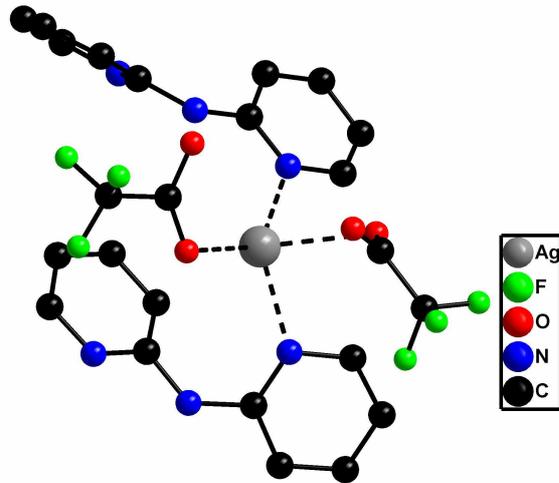


Abbildung 5.2.1: Ag(Dpa)(Tfa): 3+1 Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

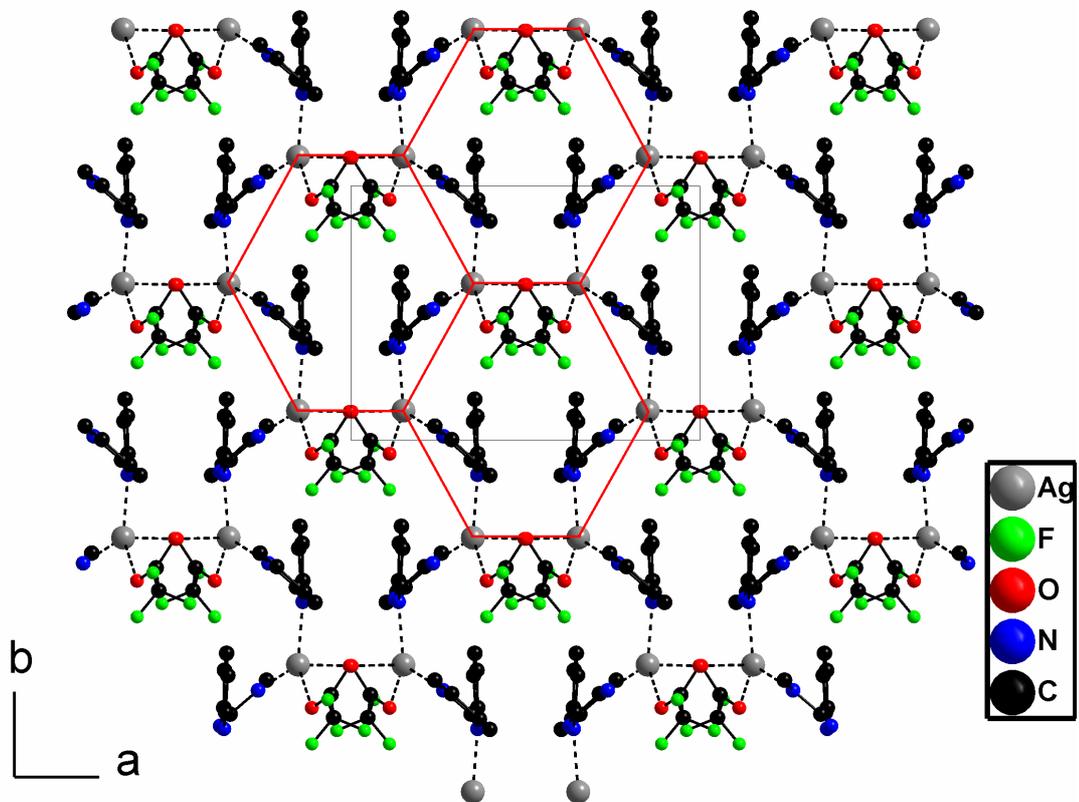


Abbildung 5.2.2: Ag(Dpa)(Tfa): Schichten in der ab-Ebene mit markiertem 6^3 -Netzwerk (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.2.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an Ag(Dpa)(Tfa)

In Abbildung 5.2.3 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von Ag(Dpa)(Tfa) unter Verwendung von CuK α -Strahlung gegenübergestellt. Da Lage und Intensitäten der Hauptreflexe übereinstimmen, kann von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

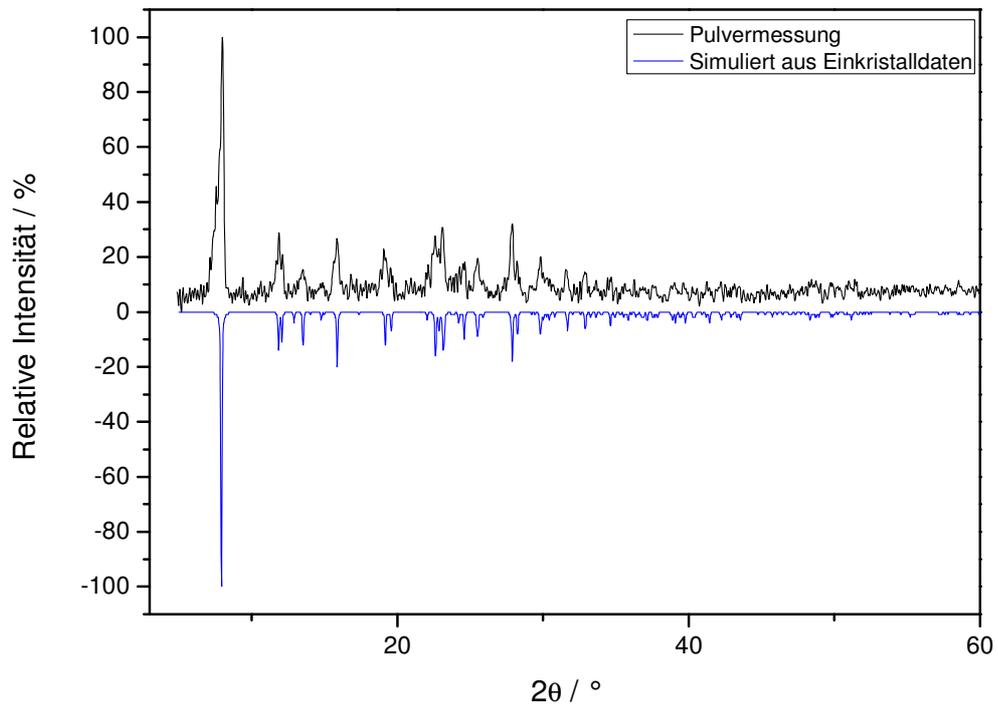


Abbildung 5.2.3: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von Ag(Dpa)(Tfa) unter Verwendung von CuK α -Strahlung.

5.2.4 MIR-Spektroskopie an Ag(Dpa)(Tfa)

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von Ag(Dpa)(Tfa) und Dpa aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Liganden Dpa zugeordnet werden können, als auch C-F-Schwingungsbanden der Trifluoracetationen und ist damit ein weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell.

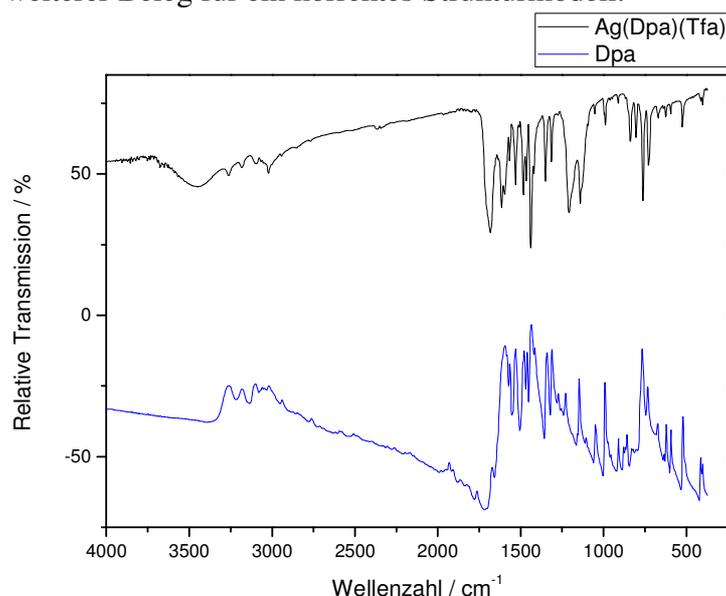


Abbildung 5.2.4: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von Ag(Dpa)(Tfa) und Dpa.

IR (KBr, cm^{-1}): 3464,6(m), 3259,9(w), 3181,2(w), 3099,6(w), 3023,7(w), 1680,8(s), 1616,4(s), 1590,6(m), 1533,3(s), 1486,1(m), 1440,3(s), 1352,9(s), 1314,3(s), 1214,1(s), 1145,3(s), 1049,4(w), 992,1(w), 912,0(w), 841,8(m), 807,5(m), 761,6(s), 731,6(s), 665,7(w), 622,8(w), 598,4(w), 528,3(m), 403,7(w).

Tabelle 5.2.1: Ag(Dpa)(Tfa): Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
δ (O-H)	$\approx 3464,6$
ν (N-H)	$\approx 3259,9-3099,6$
ν (Aryl-H)	$\approx 3023,7$
ν (C=N)	$\approx 1680,8$
ν (C=C)	$\approx 1616,4; 1590,6; 1533,3$
ν (C-F)	$\approx 1214,1; 1145,3$
γ (C-H)	$\approx 761,6; 731,6$

5.2.5 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Dpa)(PF₆)

Ebenso wie Ag(Dpa)(Tfa) kristallisiert Ag(Dpa)(PF₆) monoklin in der zentrosymmetrischen Raumgruppe C2/c (Nr. 15), allerdings mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

In der Kristallstruktur verlaufen entlang [001] zick-zack-förmige Ag-Dpa-Ketten mit Ag-N-Abständen von 216,8(8) pm (Abbildungen 5.2.5 und 5.2.7). In diesen Ketten sind die 2-Pyridylringe der einzelnen Dpa-Liganden um 60,4° gegeneinander verdreht, wobei sich immer die übernächsten Dipyridylliganden deckungsgleich verhalten.

Entlang [100] packen sich die zick-zack-förmigen Ketten auf Lücke, wohingegen die Anionen vollständig isoliert zwischen den Ag-Dipyridylamin-Ketten zu liegen kommen. Der kürzeste Ag-F-Abstand mit 330(2) pm beweist die vollständige Isolation der Hexafluorophosphatanionen. Die Silberkationen zeigen also in dieser Struktur die für Ag(I) typische lineare Koordination mit ebenfalls typischen Ag-N-Abständen für linear koordinierte Ag(I)-Ionen.

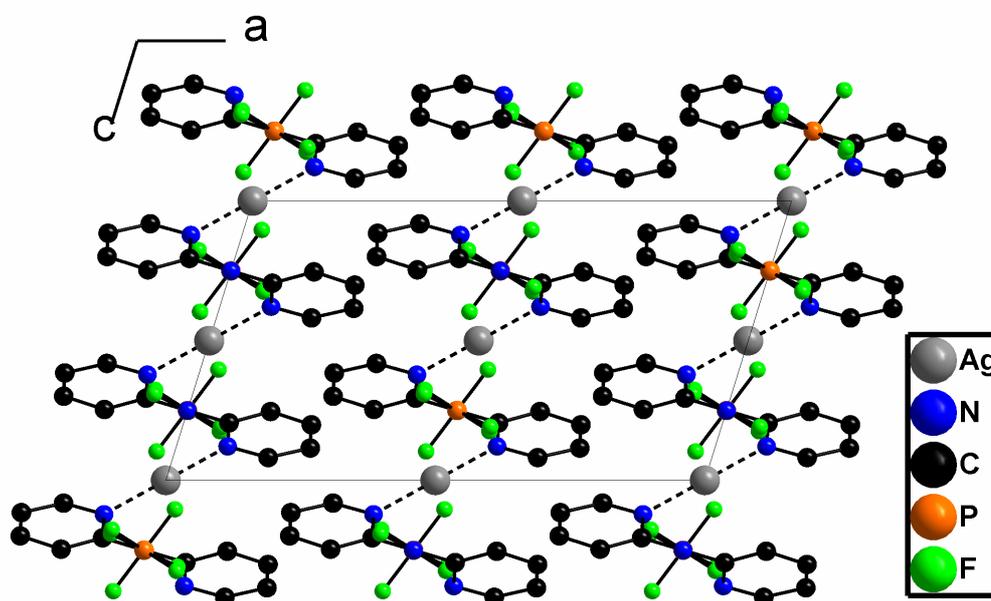


Abbildung 5.2.5: Ag(Dpa)(PF₆): Blick auf die Elementarzelle entlang [010] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

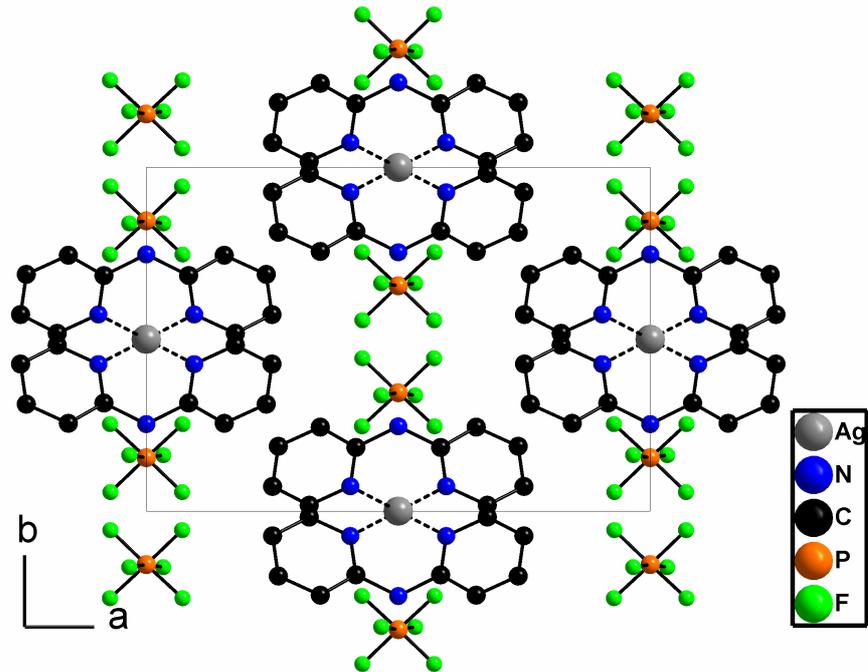


Abbildung 5.2.6: $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$: Blick auf die Elementarzelle entlang $[001]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

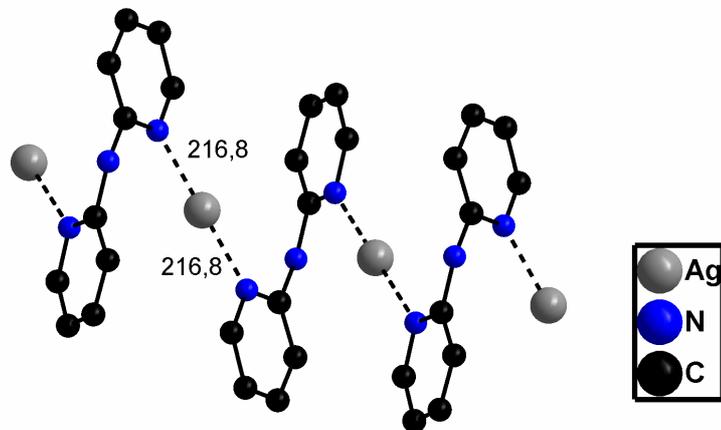


Abbildung 5.2.7: $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$: Darstellung der Silber-Dipyrrolylamin-Ketten (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.2.6 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$

In Abbildung 5.2.8 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung gegenübergestellt. Da Lage und Intensitäten der Hauptreflexe übereinstimmen kann von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

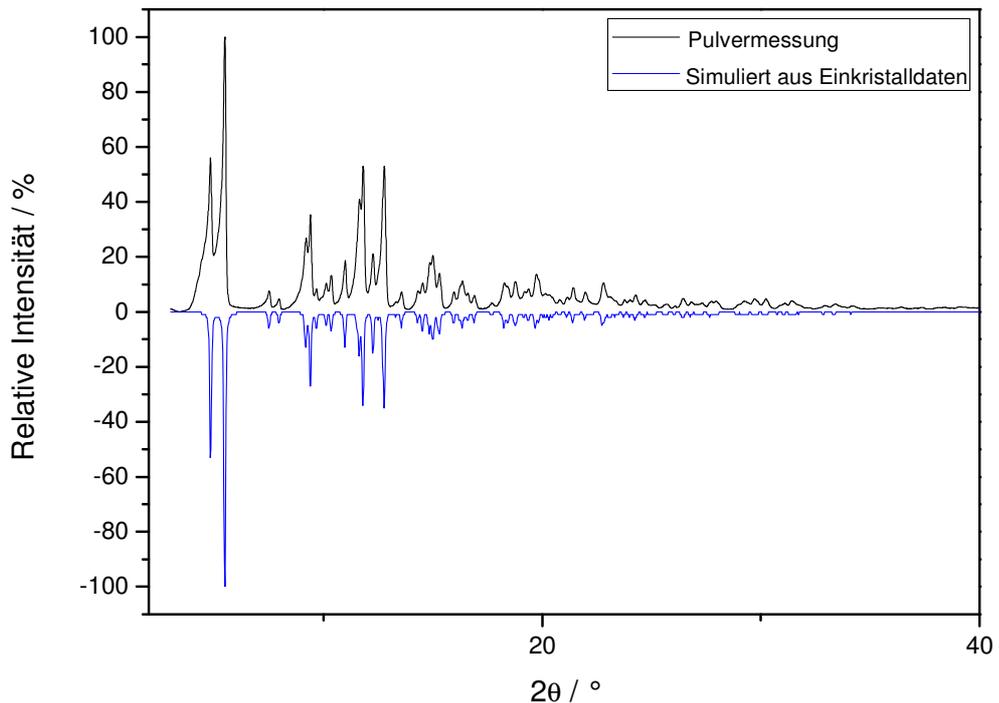


Abbildung 5.2.8: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}(\text{Dpa})(\text{PF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung.

5.2.7 MIR-Spektroskopie an Ag(Dpa)(PF₆)

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von Ag(Dpa)(PF₆) und Dpa aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Liganden Dpa zugeordnet werden können, als auch P-F-Schwingungsbanden der Hexafluorophosphationen und ist damit ein weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell.

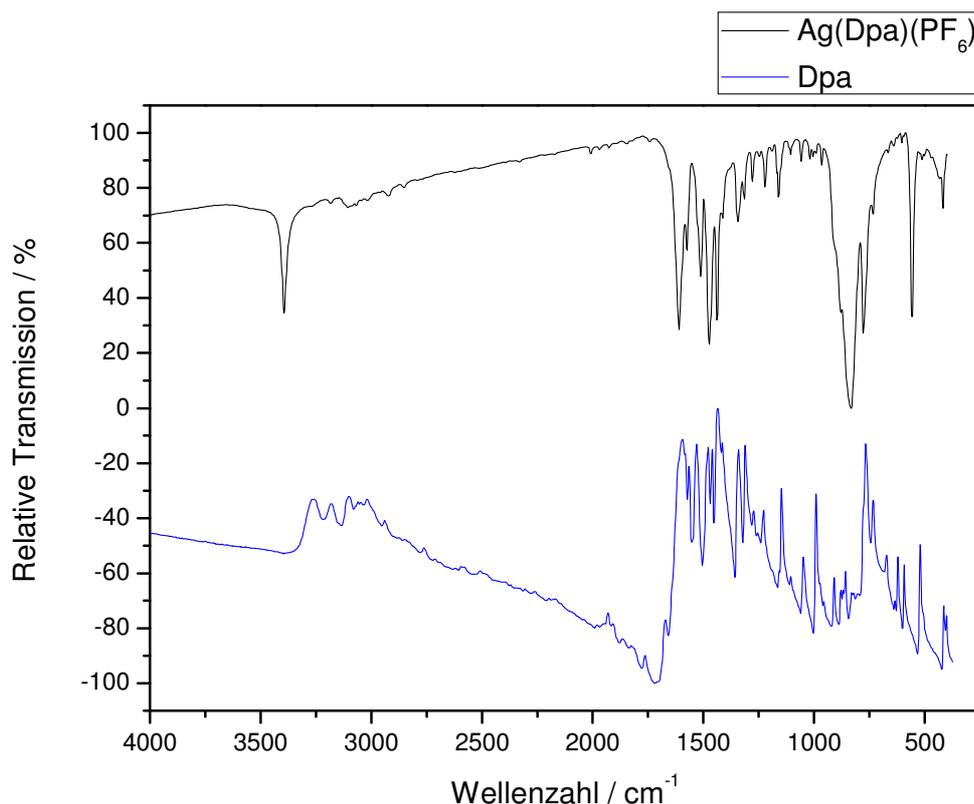


Abbildung 5.2.9: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von Ag(Dpa)(PF₆) und Dpa.

IR (KBr, cm⁻¹): 3396,1(s), 3182,1(w), 3101,1(w), 2919,8(w), 2846,5(w), 2015,3(w), 1612,2(s), 1573,7(m), 1517,7(m), 1477,2(s), 1438,7(s), 1351,9(m), 1321,1(m), 1284,4(w), 1226,5(m), 1161,0(m), 1103,1(w), 1060,7(w), 1018,3(w), 968,1(w), 831,2(s), 779,1(s), 559,3(s), 509,1(w), 422,3(m).

Tabelle 5.2.2: Ag(Dpa)(PF₆): Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm ⁻¹
ν (N-H)	$\approx 3396,1$
ν (Aryl-H)	$\approx 3182,1; 3101,1$
ν (C=N)	$\approx 1612,2$
ν (C=C)	$\approx 1573,7; 1517,7$
ν (P-F)	$\approx 831,2; 559,3$
γ (C-H)	$\approx 779,1$

5.2.8 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Beide Strukturen kristallisieren zwar in der gleichen Raumgruppe C2/c, weisen aber dennoch große Unterschiede auf. Gemeinsam ist beiden die verbrückende Funktion der 2,2-Dipyridylliganden, wobei die Liganden in beiden Strukturen eine starke Torsion der Pyridylringe gegeneinander aufweisen. Diese ist aber mit 60,4° in Ag(Dpa)(PF₆) stärker ausgeprägt als in Ag(Dpa)(Tfa) mit 46,4°. Der Anionenwechsel von Trifluoracetat zu Hexafluorophosphat wirkt sich durch eine Reduktion der Koordinationssphäre aus.

In Ag(Dpa)(Tfa) ist eine 3+1 Koordination der Silberionen zu finden, wobei sowohl die 2,2-Dipyridylaminliganden als auch die Trifluoracetationen koordinieren, wohingegen in Ag(Dpa)(PF₆) keine Anionenkoordination, sondern eine lineare Koordination durch zwei 2,2-Dipyridylaminliganden auftritt.

Die niedrigere Koordinationszahl in Ag(Dpa)(PF₆) bedingt dementsprechend im Vergleich zu Ag(Dpa)(Tfa) die kürzeren Ag-N-Bindungslängen.

Tabelle 5.2.3: Ausgewählte Abstände in Ag(Dpa)(PF₆) und Ag(Dpa)(Tfa).

Ausgewählte Bindung Ag-Dpa	Ag(Dpa)(PF₆) Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung Ag-Dpa	Ag(Dpa)(Tfa) Bindungslänge / pm
Ag1-N11	216,8(8)	Ag1-N11	230,1(6)
		Ag1-N13	237,9(5)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion		Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F12	330(2)	Ag1-O1	262,2(5)
		Ag1-O2	232,3(5)

Tabelle 5.2.4: Ag(Dpa)(Tfa), Ag(Dpa)(PF₆) : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	Ag(Dpa)(Tfa)	Ag(Dpa)(PF ₆)
Summenformel	C ₁₂ H ₉ AgF ₃ N ₃ O ₂	C ₁₀ H ₉ AgF ₆ N ₃ P ₁
Molmasse / g / mol	392,02	423,97
a / pm	1285,0(3)	1552,6(4)
b / pm	925,2(1)	1023,0(4)
c / pm	2270,1(5)	853,2(2)
Winkel α β γ / °	β = 100,67(2)	β = 107,04(2)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	2652,2(9)	1295,6(7)
Formeleinheiten	8	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)
Kristallform	Polyeder	Säule
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-II
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200° Δ φ = 2°	0° ≤ ω ≤ 180°, φ = 0° 0° ≤ ω ≤ 168°, φ = 90° Δω = 2°
Anzahl der Bilder	100	174
Belichtungszeit / min	7	12
Absorptionskorrektur	keine	numerisch
T _{min} / max	-	0,5372 / 0,6357
Messbereich 2θ / °	3,8-56,3	1,91-54,78
Indexbereich h _{min} / max	-16 / 17	-19 / 19
k _{min} / max	-11 / 11	-13 / 13
l _{min} / max	-29 / 30	-10 / 9
F(000)	1535,8	823,9
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,56	1,75
Dichte Dx / g / cm ³	1,964	1,75
R _{int}	0,1026	0,0780
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	12129	9732
Unabhängige Reflexe	3168	1453
Beobachtete Reflexe	1552	726
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0548 / 0,1182	0,0702 / 0,1245
wR ₂ (beob. / alle)	0,1225 / 0,1430	0,1784 / 0,2125
S (alle)	0,846	0,908
Δρ _{min/max} / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-1,151 / 1,181	-0,668 / 0,937
Anzahl Parameter	191	99
Wichtung a / b	0,0751 / 0	0,1419 / 0

5.3 Verbindungen mit Piperazin (Pip):

Ag(Pip)(NO₃) (RT) und Ag(Pip)(NO₃) (TT)³

5.3.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

Ag(Pip)(NO₃) wird durch die Vereinigung von 20 ml einer wässrigen 0,01-molaren Silbernitratlösung mit 20 ml einer wässrigen 0,01-molaren Piperazininlösung dargestellt. Der sich bildende Niederschlag wird abfiltriert und verworfen. Innerhalb von zwei Tagen konnten durch isothermes Verdampfen der restlichen Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete Kristalle erhalten werden. Des Weiteren wurde das Produkt mittels Pulverdiffraktometrie und Differential-Thermoanalyse analysiert. Durch eine Einkristalluntersuchung bei 170 K konnte die Tieftemperaturmodifikation Ag(Pip)(NO₃) (TT) entdeckt und charakterisiert werden.

5.3.2 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Pip)(NO₃) (RT)

Ag(Pip)(NO₃) (RT) kristallisiert monoklin in der zentrosymmetrischen Raumgruppe P2₁/c (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Kristallstruktur besteht aus wellenartigen Ag⁺-Piperazin-Ketten entlang [001] mit Ag-N-Abständen von 218,14(3)–219,18(3) pm, sowie ebenfalls wellenartigen Ag⁺-NO₃⁻ Ketten entlang [010] mit Ag-O Abständen von 279,67(5)–284,9(3) pm, wobei sich die parallel verlaufenden Ketten gegenläufig verhalten. Durch diese Kettenbildung entsteht ein 4⁴-2D-Netzwerk, in dem die Silberkationen die Knotenpunkte bilden, während die Piperazinliganden und Nitrationen als „Linker“ fungieren (Abbildung 5.3.1).

Aufgrund der doch sehr großen Ag-O-Abstände ist es vernünftiger, nicht von einer Koordinationszahl von 4, sondern von einer 2+2-Koordination zu sprechen. Dies wird durch die kurzen Ag-N-Abstände mit 218,14(3)–219,18(3) pm deutlich, die im typischen Bereich für Ag-N-Abstände der Koordinationszahl 2 liegen.

³ RT = Raumtemperaturmodifikation, TT = Tieftemperaturmodifikation

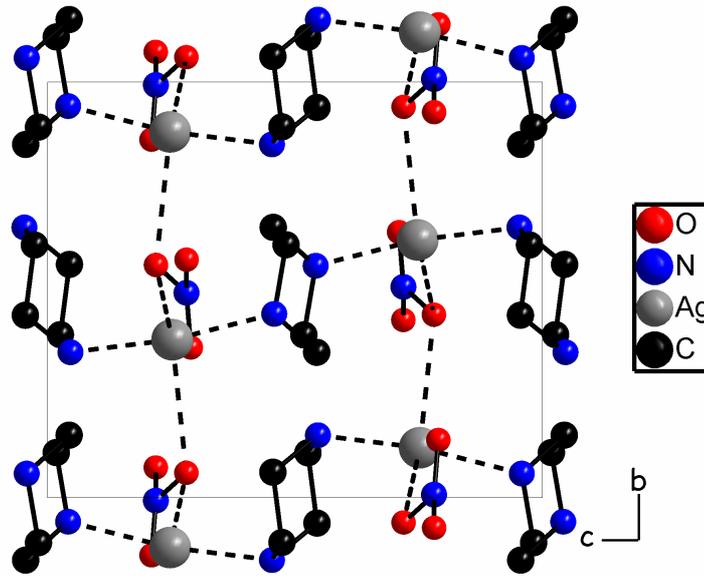


Abbildung 5.3.1: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

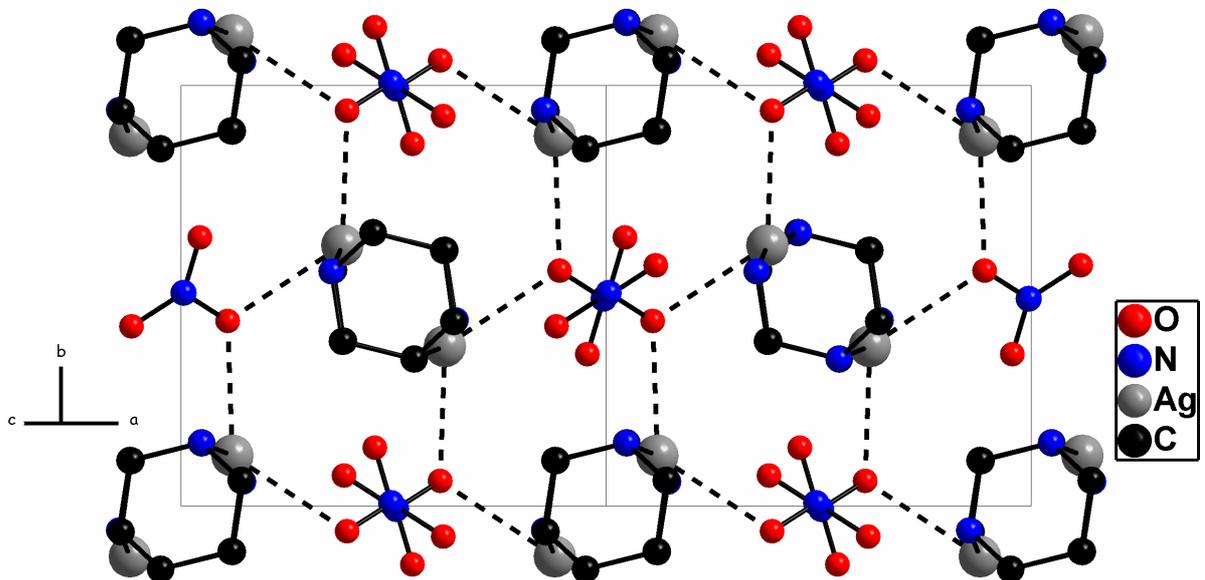


Abbildung 5.3.2: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$: Blick entlang der Flächendiagonalen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.3.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an Ag(Pip)(NO₃) (RT)

In Abbildung 5.3.3 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von Ag(Pip)(NO₃) unter Verwendung von CuK_α-Strahlung gegenübergestellt. Lage und Intensitäten der Hauptreflexe stimmen zwar überein, dennoch kann aufgrund einiger intensiver Fremdreflexe nicht von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

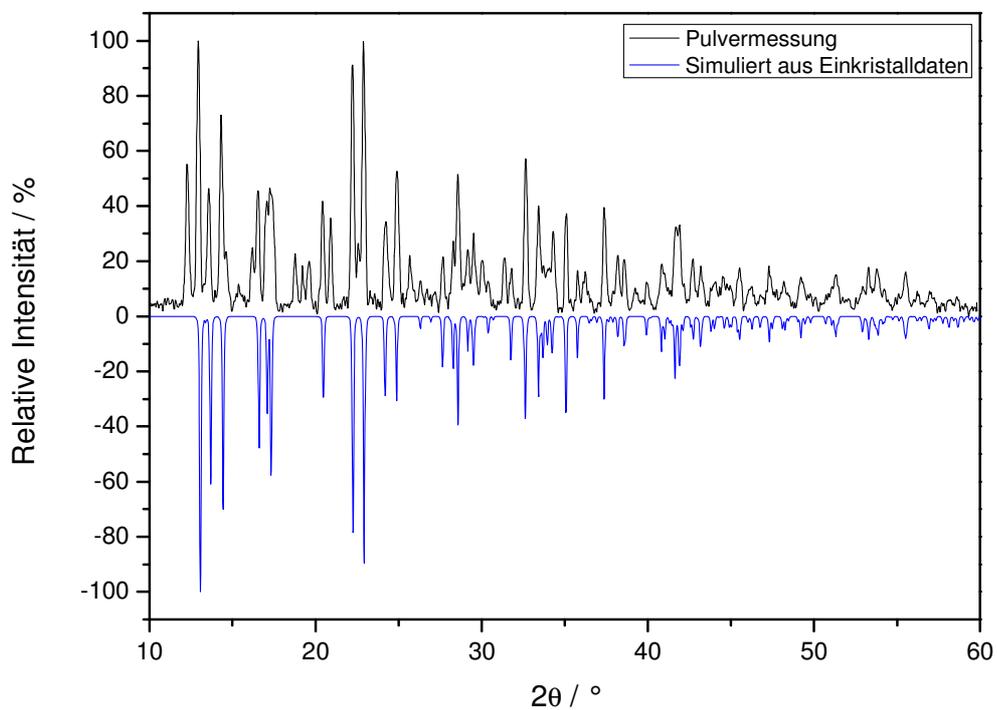


Abbildung 5.3.3: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von Ag(Pip)(NO₃) unter Verwendung von CuK_α-Strahlung.

5.3.4 DTA/TG Messung an Ag(Pip)(NO₃) (RT)

Abbildung 5.3.4 zeigt die Auftragung von DTA-Daten und prozentualer Masse gegen die Temperatur. Es sind zwei exotherme Peaks bei 170°C und 264°C zu erkennen. Der zweite Peak bei 264°C geht mit einem Massenverlust von 40% einher und ist eindeutig der Zersetzung der Probe zuzuschreiben. Der erste Peak bei 170°C ist dagegen schwierig zu deuten. Da er exothermer Natur ist und nicht von einem Massenverlust begleitet wird, kann er nur durch eine chemische Reaktion bedingt sein, die bei dieser Temperatur abläuft. Wie Abbildung 5.3.3 zeigt, ist die Probe nicht röntgenographisch phasenrein, was die Auswertung zusätzlich erschwert. Der Peak bei 170°C könnte dementsprechend auch von einer Verunreinigung stammen.

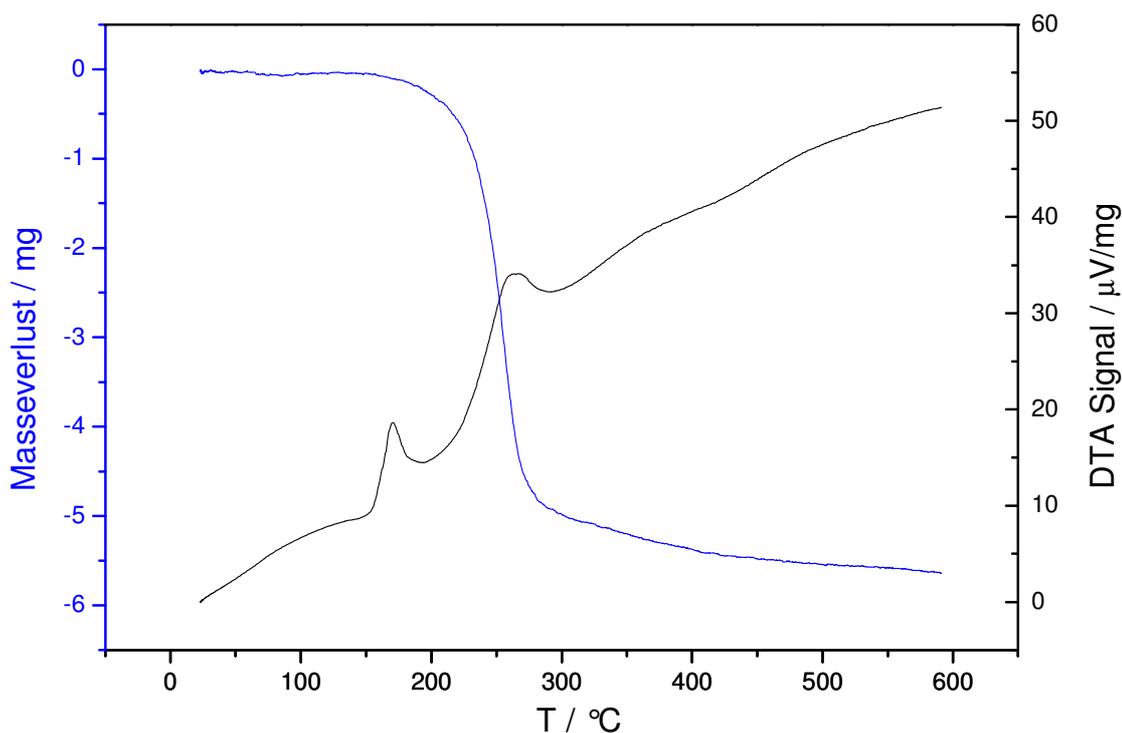


Abbildung 5.3.4: DTA-Signal und prozentuale Masse aufgetragen gegen die Temperatur.

5.3.5 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT)

$\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT) kristallisiert orthorhombisch in der zentrosymmetrischen Raumgruppe Pbca (Nr. 61) mit acht Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Kristallstruktur zeigt analog zur Raumtemperaturmodifikation Ag^+ -Piperazin-Ketten. Diese Ketten verlaufen mit Ag-N-Abständen von 215,41(2)–216,21(2) pm entlang [010]. Im Gegensatz zur Raumtemperaturmodifikation sind parallel verlaufende Ketten nicht gegenläufig (Abbildungen 5.3.6 und 5.3.7).

Des Weiteren ist keine Koordination der Nitrationen zum Silberkation erkennbar. Der kürzeste Ag-O-Abstand ist mit 294,49(3) pm für eine Koordination zu groß. Es handelt sich bei der Tieftemperaturmodifikation folglich nicht mehr um ein 2D-Netzwerk, sondern um ein eindimensionales Koordinationspolymer, bestehend aus Ag^+ -Piperazin-Strängen, zwischen denen sich die Nitrationen befinden.

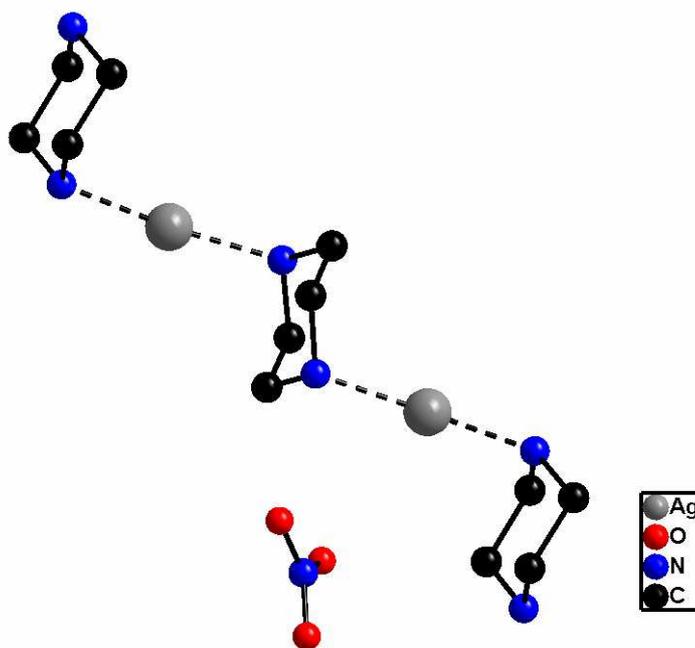


Abbildung 5.3.5: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT): Darstellung der Koordinationssphäre der Silberkationen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

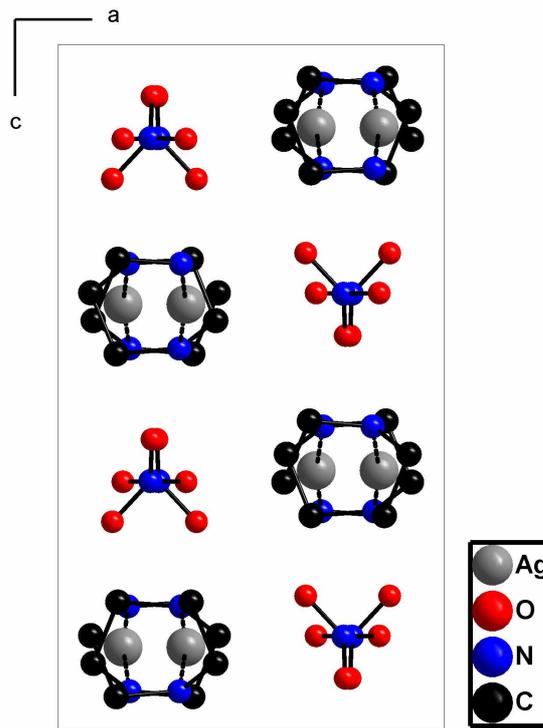


Abbildung 5.3.6: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT): Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

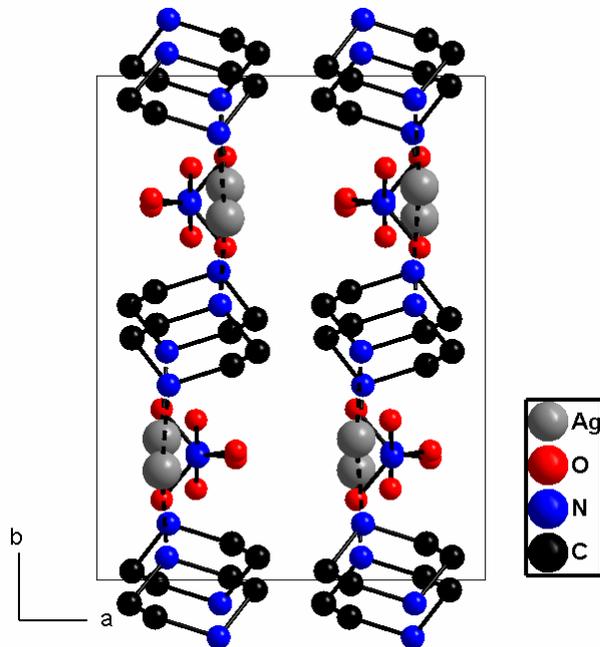


Abbildung 5.3.7: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ (TT): Darstellung der Elementarzelle entlang $[001]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.3.6 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

In der Raumtemperaturmodifikation von $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$ werden die Silberkationen von zwei Piperazinliganden und zwei Nitrationen koordiniert, wohingegen die Silberkationen in der Tieftemperaturmodifikation nur linear von zwei Piperazinliganden koordiniert sind und die Nitrationen isoliert vorliegen.

Beide Modifikationen zeigen die erwarteten Ag^+ -Piperazin-Ketten, wobei sich parallele Ketten in der Raumtemperaturmodifikation gegenläufig verhalten. Die Ketten der Tieftemperaturmodifikation hingegen sind nicht gegenläufig. Wie aufgrund der tiefen Temperaturen nicht anders zu erwarten, sind die Ag-N-Abstände kürzer (215,41(2) pm / 216,21(2) pm) als diejenigen in der Raumtemperaturmodifikation (218,2(5) pm / 219,2(6) pm), während die Ag-O-Abstände in der Tieftemperaturmodifikation (294,49(3) pm) länger sind als in der Raumtemperaturmodifikation (279,6(2) pm / 284,9(2) pm). Beiden Strukturen ist ein Alternieren von Anionen und Kationen gemein.

Im Unterschied zur Tieftemperaturmodifikation sind die Anionen und Kationen in der Raumtemperaturmodifikation zueinander verdreht, so dass eine Koordination der Nitrationen an die Silberionen möglich wird. Eine Erklärung für den Phasenübergang könnte die folgende sein: Mit steigender Temperatur wird die Ag-N-Schwingung stärker, wodurch die Ag-N-Abstände länger und damit diese Bindung geschwächt wird. Eine Stabilisierung der Koordinationsverbindung erfolgt durch eine Einbeziehung der Nitrationen in die Koordinationssphäre des Silbers (Abbildung 5.3.8).

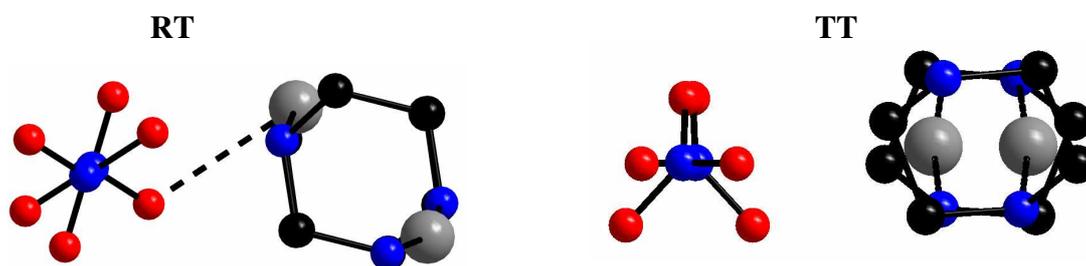


Abbildung 5.3.8: $\text{Ag}(\text{Pip})(\text{NO}_3)$: Vergleich der RT- und TT-Modifikation.

Tabelle 5.3.1: Ausgewählte Abstände in Ag(Pip)(NO₃) (RT) und Ag(Pip)(NO₃) (TT).

Ausgewählte Bindung Ag-Pip	Ag(Pip)(NO₃) (RT) Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung Ag-Pip	Ag(Pip)(NO₃) (TT) Bindungslänge / pm
Ag1-N11	219,2(6)	Ag1-N11	215,41(2)
Ag1-N21	218,2(5)	Ag1-N14	216,21(2)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion		Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-O1	279,6(2)	Ag1-O3	294,49(3)
Ag1-O1'	284,9(2)		

Tabelle 5.3.2: Ag(Pip)(NO₃) (RT), Ag(Pip)(NO₃) (TT) : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	Ag(Pip)(NO ₃) (RT)	Ag(Pip)(NO ₃) (TT)
Summenformel	C ₄ H ₁₀ AgN ₃ O ₃	C ₄ H ₁₀ AgN ₃ O ₃
Molmasse / g / mol	256,02	256,02
a / pm	868,3(1)	863,0(1)
b / pm	868,1(2)	1130,0(1)
c / pm	1312,7(2)	1542,7(3)
Winkel α β γ / °	β = 128,700(1)	90 90 90
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	772,3(2)	1504,3(3)
Formeleinheiten	4	8
Kristallsystem	monoklin	orthorhombisch
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)	Pbca (Nr.61)
Kristallform	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	170
Messgerät	IPDS-II	IPDS-II
Messgeometrie	0° ≤ ω ≤ 180°, φ = 0° 0° ≤ ω ≤ 120°, φ = 90° Δω = 2°	0° ≤ ω ≤ 180°, φ = 0° 0° ≤ ω ≤ 80°, φ = 90° Δω = 2°
Anzahl der Bilder	150	130
Belichtungszeit / min	4	4
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,317 / 0,6798	0,3494 / 0,735
Messbereich 2θ / °	2,29-59,53	1,91-54,78
Indexbereich h _{min} / max	-11 / 12	-11 / 10
k _{min} / max	-12 / 11	-14 / 13
l _{min} / max	-15 / 18	-19 / 19
F(000)	504	1008
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	2,57	2,64
Dichte Dx / g / cm ³	2,202	2,261
R _{int}	0,0612	0,0433
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	12052	14200
Unabhängige Reflexe	2126	1647
Beobachtete Reflexe	1763	1432
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0561 / 0,0626	0,0280 / 0,0325
wR ₂ (beob. / alle)	0,1636 / 0,1676	0,0751 / 0,0773
S (alle)	1,105	1,067
Δρ _{min/max} / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-0,813 / 3,355	-0,915 / 0,631
Anzahl Parameter	112	130
Wichtung a / b	0,0816 / 2,9339	0,0484 / 1,2134

5.4 Verbindungen mit Melamin (Mel):



5.4.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ wird durch die Umsetzung von Silberhexafluorophosphat mit Melamin gewonnen. Dazu löst man in einem Becherglas unter Rühren 0,126 g (0,5 mmol) Silberhexafluorophosphat, 0,06 g (0,5 mmol) Melamin sowie 0,156 g (0,5 mmol) Tpt in 80 ml Ethanol. Wie die Einwaage von Tpt als weiterer Ligand bereits andeutet, war in diesem Fall die Synthese eines Komplexes mit zwei unterschiedlichen Liganden geplant.

Dieser Ansatz wird so lange unter Erhitzen gerührt bis sich alles gelöst hatte. Einkristalle werden durch isothermes Verdampfen aus der gelblichen Lösung erhalten. Nach einigen Tagen bilden sich erste gelbliche Kristalle. Unter dem Mikroskop konnte ein für die Einkristalluntersuchung geeigneter Kristall ausgewählt werden. Leider konnte das Produkt nicht phasenrein synthetisiert werden, was durch das Pulverdiffraktogramm deutlich wurde.

5.4.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$

$[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe Pbcn (Nr. 60) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

In $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ sind die Silberionen dreifach koordiniert und zwar durch zwei Melaminliganden mit Ag-N-Abständen von 218,2(3) pm und durch ein Wassermolekül mit Ag-O-Abständen von 263,0(3) pm. Aufgrund der Tatsache, dass die Ag-N-Abstände noch im oberen Bereich für die Koordinationszahl 2 liegen und die Ag-O-Abstände mit 263,0(3) pm zwar innerhalb der Summe der van der Waals-Radien liegen, aber dennoch sehr weit sind, ist es vernünftig, von einer 2+1-Koordination zu sprechen. Eine Koordinationszahl von zwei am Silber zu diskutieren wäre falsch, da der Winkel zwischen den beiden Melaminliganden und Silber (N11-Ag1-N11) nicht 180°, sondern 152,4(1)° beträgt. Dies spricht für eine weitere Koordination durch Wasser.

Das in dieser Struktur als Co-Ligand wirkende Hexafluorophosphat koordiniert nicht an Silber. Der kürzeste Ag-F-Abstand liegt bei 278,8(2) pm. Die Hexafluorophosphationen sind aber nicht vollständig isoliert; über schwache Donor-Akzeptor-H-Brücken stehen sie mit den Melaminliganden in Kontakt (N12-H(12A)...F1 = 224 pm).

In der Kristallstruktur alternieren Anionen und Kationen entlang [010] und [001] (Abbildungen 5.4.2 und 5.4.3). Jedes Anion ist von vier Kationen umgeben und jedes Kation

ist ebenfalls von vier Anionen umgeben. Die $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$ -Einheiten bilden eine treppenartige Struktur, zwischen denen sich die Hexafluorophosphatanionen befinden (Abbildung 5.4.4).

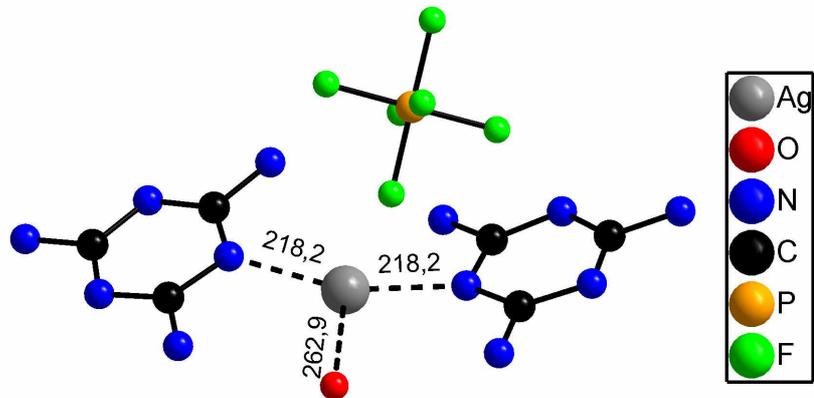


Abbildung 5.4.1: $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Darstellung der Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

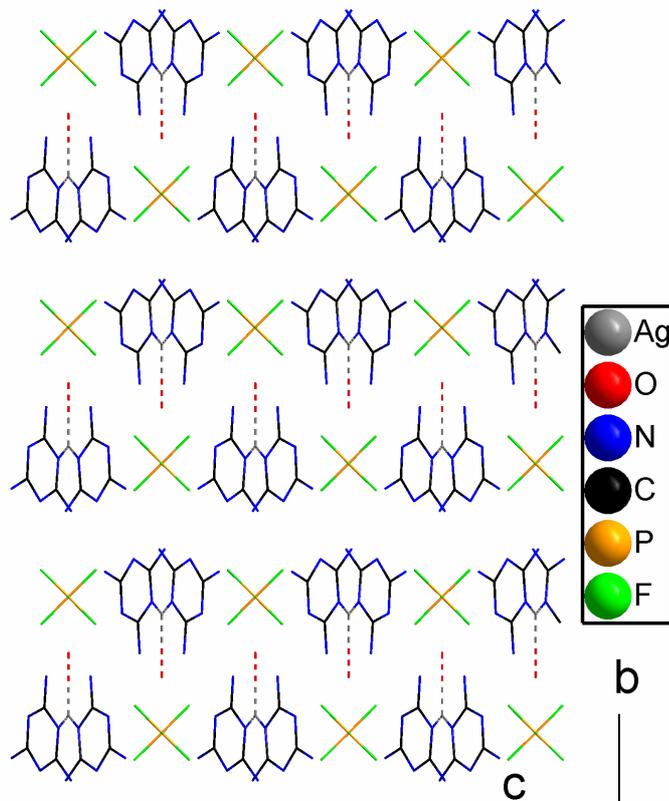


Abbildung 5.4.2: $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

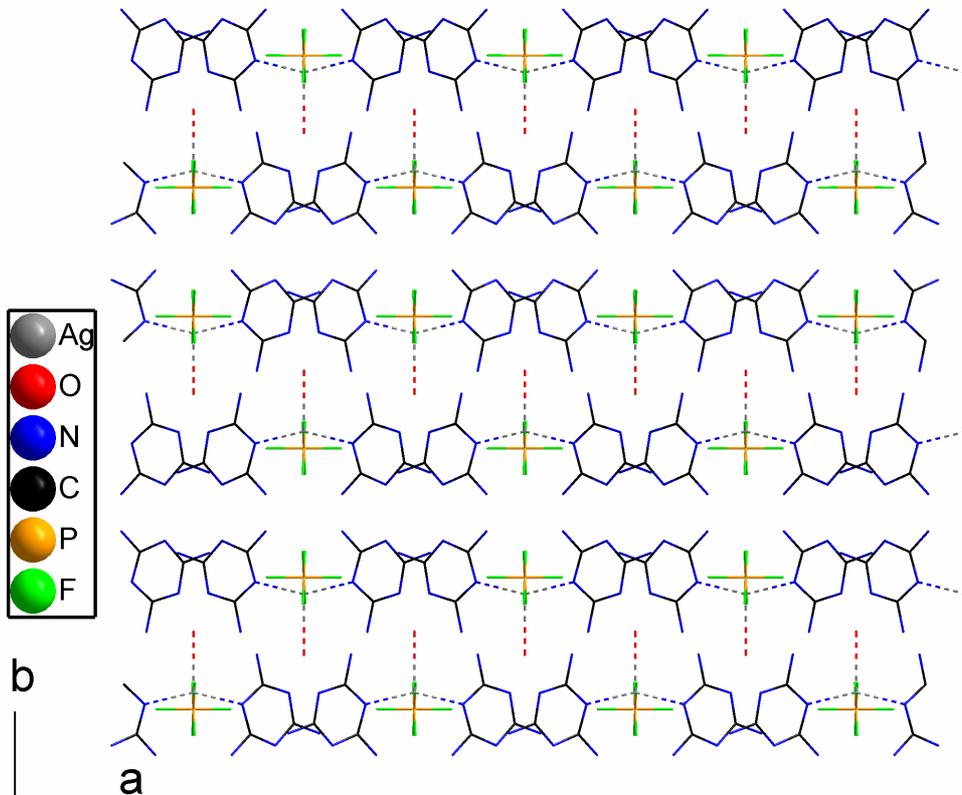


Abbildung 5.4.3: $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[001]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

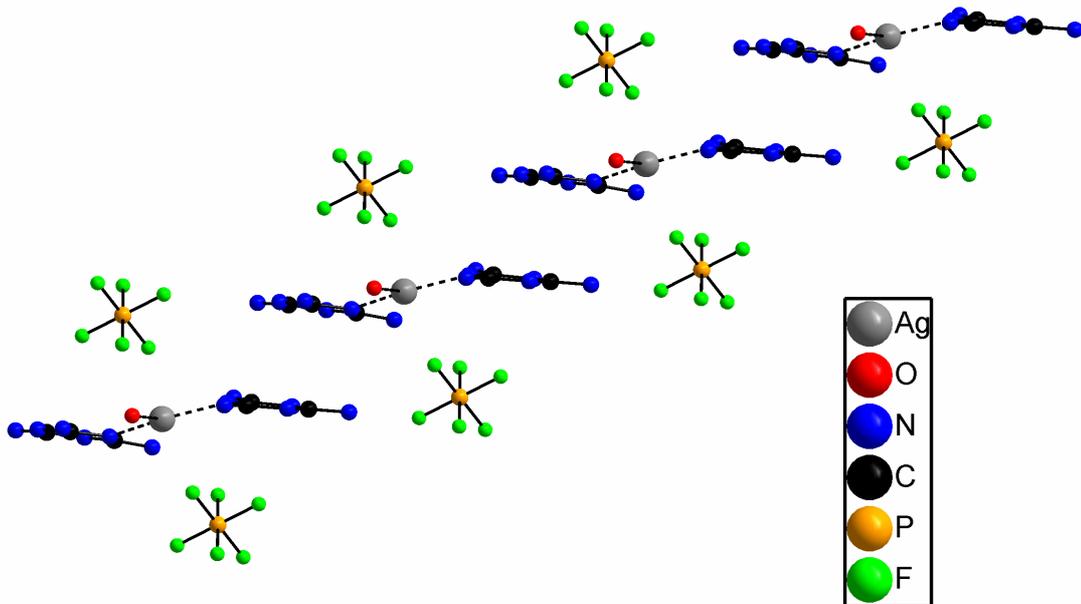


Abbildung 5.4.4: $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Darstellung des Treppenmotivs (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 5.4.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$.

Ausgewählte Bindung Ag-Mel	$[\text{Ag}(\text{Mel})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ Bindungslänge / pm
Ag1-N11	218,2(3)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F1	278,8(2)
Ausgewählte Bindung Ag-Lösungsmittel	
Ag1-O1	262,9(3)

Tabelle 5.4.2: $[\text{Ag}(\text{MeI})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$[\text{Ag}(\text{MeI})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$
Summenformel	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{Ag}_1\text{F}_6\text{N}_{12}\text{O}_1\text{P}_1$
Molmasse / g / mol	521,02
a / pm	941,7(1)
b / pm	2257,5(2)
c / pm	772,71(8)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	90 90 90
Zellvolumen / 10^6 pm^3	1642,7(3)
Formeleinheiten	4
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	Pbcn (Nr.60)
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	gelb
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ, \Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100
Belichtungszeit / min	5
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,6904 / 0,836
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-12 / 12
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-29 / 29
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-10 / 10
F(000)	1023,7
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	1,42
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,107
R_{int}	0,0385
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	14512
Unabhängige Reflexe	1975
Beobachtete Reflexe	1365
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0330 / 0,0526
wR_2 (beob. / alle)	0,0816 / 0,0875
S (alle)	1,053
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,58 / 0,71
Anzahl Parameter	125
Wichtung a / b	0,0514 / 0,1823

5.5 Verbindungen mit 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin (Dpt):

$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$

5.5.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ wird durch die Umsetzung von Silbertetrafluoroborat mit 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin (Dpt) gewonnen. Dazu löst man in einem Becherglas unter Rühren 0,97 g (0,005 mol) Silbertetrafluoroborat und 1,8 g (0,01 mol) 4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin in 80 ml Ethanol. Dieser Ansatz wird so lange unter Erhitzen gerührt bis sich alles gelöst hat. Einkristalle werden durch isothermes Verdampfen erhalten. Nach einigen Tagen bilden sich erste farblose Kristalle. Unter dem Mikroskop konnte ein für die Einkristalluntersuchung geeigneter Kristall ausgewählt werden. Des Weiteren wurde das Produkt mittels Pulverdiffraktometrie und IR-Spektroskopie analysiert.

5.5.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$

$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ kristallisiert orthorhombisch in der innenzentrierten Raumgruppe $I2_12_12_1$ (Nr. 24) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Silberionen sind hierbei dreifach durch drei unterschiedliche 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin-Liganden koordiniert (Abbildung 5.5.1). Als Gegenion wirkt ein Fluoridion, das durch Zersetzung mit AgBF_4 entstanden ist. Obwohl der Abstand von Silber- und Fluoridion mit 275,8(4) pm noch innerhalb der Summe der van der Waals-Radien liegt, ist keine koordinative Bindung vorhanden, was durch die trigonal-planare Koordination der Silberionen durch die Dpt-Liganden bewiesen werden kann (Abbildung 5.5.2). Wäre eine Koordination der Fluoridionen vorhanden, wäre diese trigonal-planare Anordnung der Dpt-Liganden um die Silberionen nicht möglich.

In $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ verlaufen entlang $[100]$ Schrauben, bestehend aus $[\text{Ag}(\text{Dpt})_{3/2}]^+$ -Einheiten, die miteinander zu einem 1D-Koordinationspolymer verknüpft sind (Abbildung 5.5.4). Bei diesen Schrauben handelt es sich um 2_1 -Schraubenachsen, deren Vorhandensein das Raumgruppensymbol bereits andeutet. Diese Schrauben stehen über weitere Dpt-Liganden mit den benachbarten Schrauben in Kontakt. Betrachtet man die Schrauben als Knoten und die verknüpfenden Dpt-Liganden als „Linker“, so kann man die Struktur als ein 4^4 -Netzwerk betrachten (rot markiert in Abbildung 5.5.3). In den Hohlräumen, die durch das 4^4 -Netzwerk gebildet werden, befinden sich vermutlich fehlgeordnete Lösemittelmoleküle, die weder

röntgenographisch noch spektroskopisch bestimmt werden konnten, die sich aber durch Restelektronendichten andeuten.

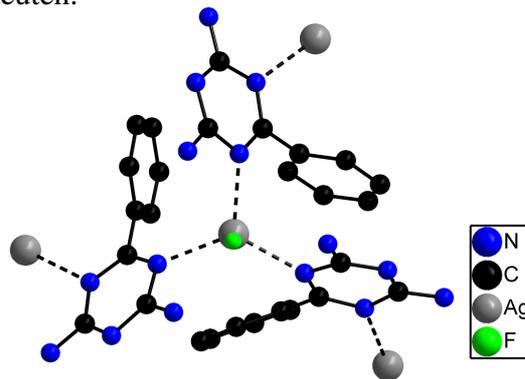


Abbildung 5.5.1: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Koordinationsumgebung der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

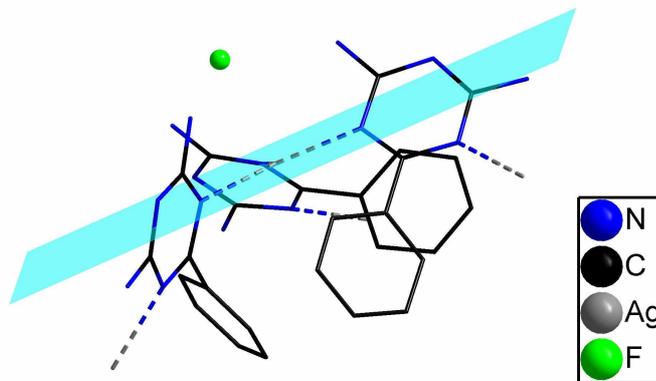


Abbildung 5.5.2: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Trigonal-planare Koordination (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

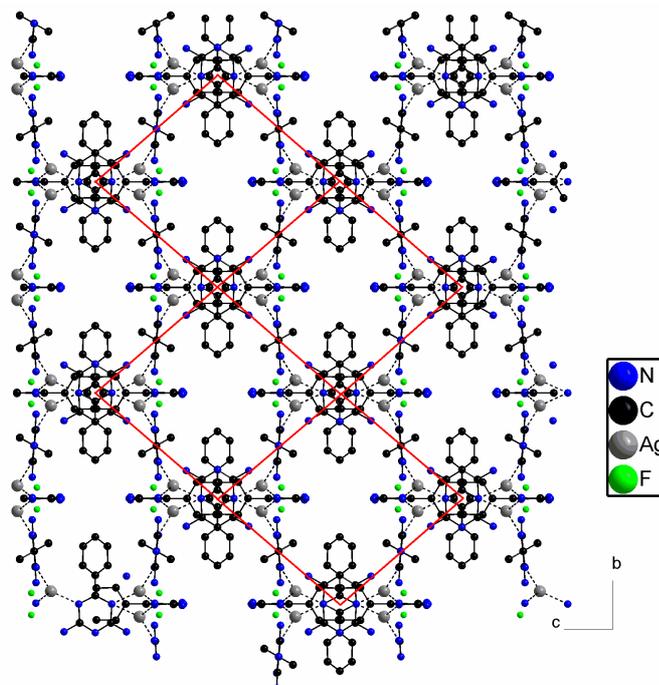


Abbildung 5.5.3: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Darstellung der Struktur entlang $[100]$ mit markiertem 4^4 -Netzwerk (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

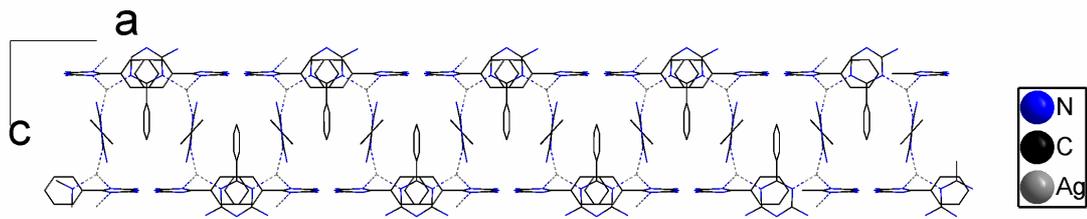


Abbildung 5.5.4: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Darstellung der 2_1 -Schraubenachsen, die entlang $[100]$ verlaufen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.5.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$

In Abbildung 5.5.5 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ unter Verwendung von $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung gegenübergestellt. Die Lage der Hauptreflexe stimmt zwar überein, dennoch kann aufgrund einiger Fremdreflexe und großer Intensitätsunterschiede nicht von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

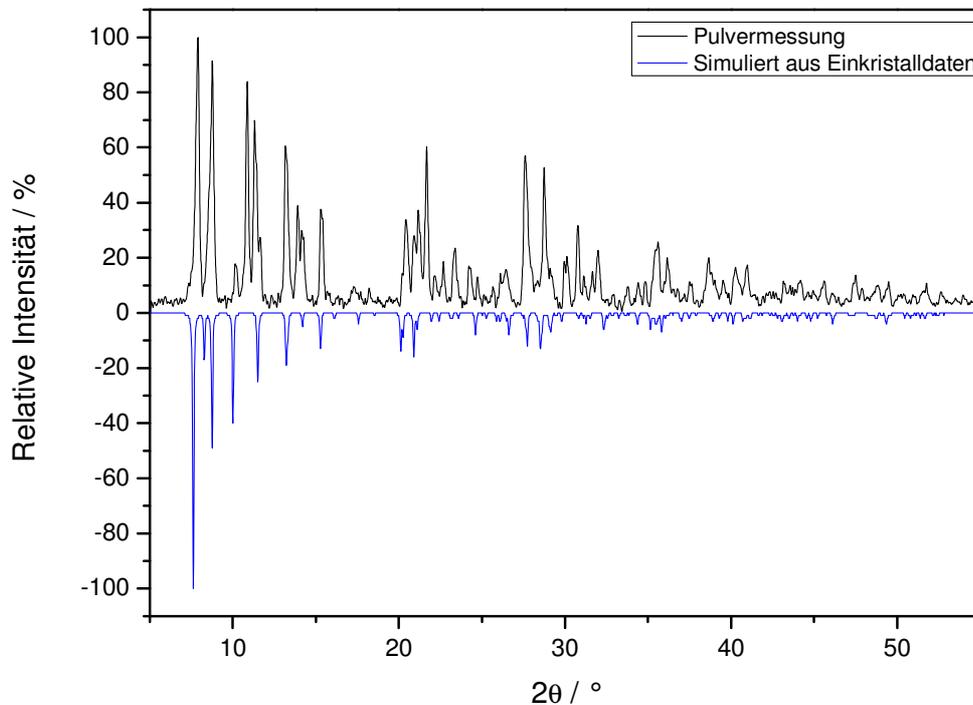


Abbildung 5.5.5: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ unter Verwendung von $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung.

5.5.4 MIR-Spektroskopie an $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ und Dpt aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt Banden, die dem Liganden Dpt zugeordnet werden können und ist damit ein weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell.

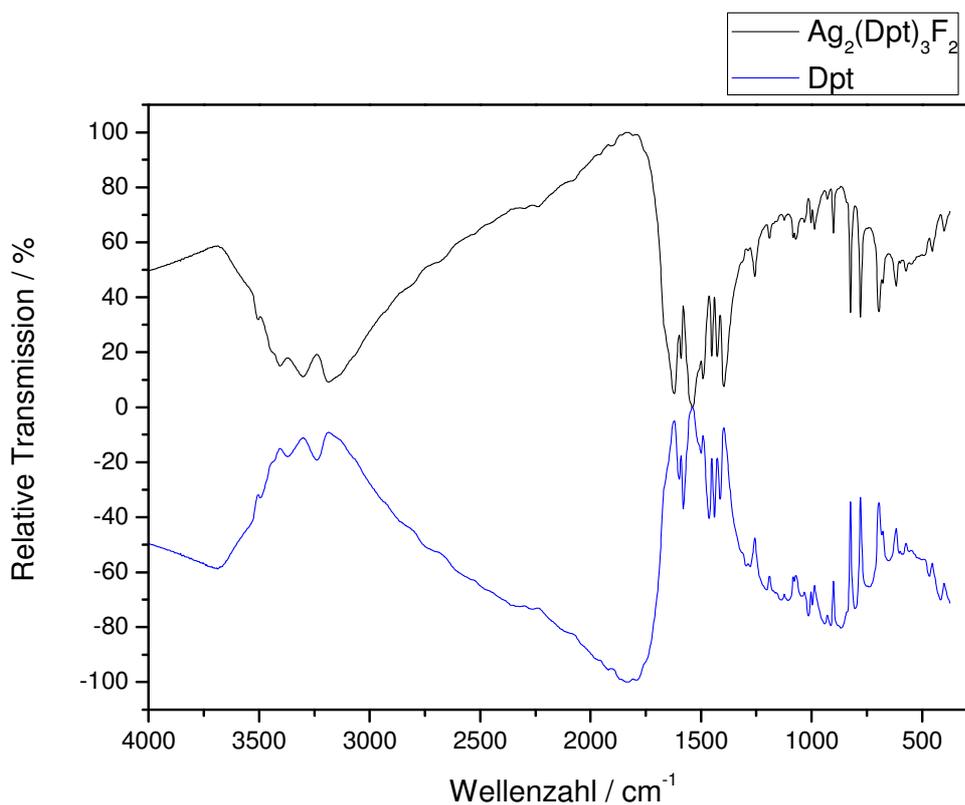


Abbildung 5.5.6: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ und Dpt.

IR (KBr, cm^{-1}): 3503,3(w), 3408,0(w), 3300,0(w), 3184,0(w), 1626,4(s), 1596,3(m), 1541,9(s), 1486,1(m), 1454,6(m), 1421,6(m), 1394,4(m), 1254,1(m), 1189,7(m), 1123,9(w), 1088,1(w), 1066,6(w), 976,4(w), 929,2(w), 903,4(w), 826,1(s), 773,1(s), 694,0(s), 614,2(m), 458,1(w), 403,7(w).

Tabelle 5.5.1: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (N-H)	$\approx 3503,3; 3408,0; 3300,0$
ν (Aryl-H)	$\approx 3184,0$
ν (C=N)	$\approx 1626,4$
ν (C=C)+ δ (N-H)	$\approx 1596,3; 1541,9$
γ (C-H)	$\approx 773,1; 694,0$

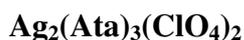
Tabelle 5.5.2: Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$.

Ausgewählte Bindung Ag-Dpa	$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$ Bindungslänge / pm
Ag1-N13	226,4(5)
Ag1-N23	227,2(5)
Ag1-N33	228,5(5)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F1	275,8(4)

Tabelle 5.5.3: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$
Summenformel	$\text{C}_{27}\text{H}_{27}\text{Ag}_2\text{F}_2\text{N}_{15}$
Molmasse / g / mol	815,38
a / pm	1338,06(9)
b / pm	1536,7(1)
c / pm	1765,0(1)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	90 90 90
Zellvolumen / 10^6 pm^3	3629,1(5)
Formeleinheiten	4
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	$I2_12_12_1$ (Nr.24)
Kristallform	Abgestumpfte Oktaeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	170
Messgerät	IPDS-II
Messgeometrie	$0^\circ \leq \omega \leq 180^\circ, \varphi = 0^\circ$ $0^\circ \leq \omega \leq 180^\circ, \varphi = 90^\circ$ $\Delta\omega = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	180
Belichtungszeit / min	4
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\min / \max}$	0,6911 / 0,8357
Messbereich $2\theta / ^\circ$	1,91-54,78
Indexbereich $h_{\min / \max}$	-16 / 17
$k_{\min / \max}$	-19 / 19
$l_{\min / \max}$	-22 / 22
F(000)	1624,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	1,13
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	1,492
R_{int}	0,0432
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	28660
Unabhängige Reflexe	4039
Beobachtete Reflexe	3932
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0484 / 0,0496
wR_2 (beob. / alle)	0,1526 / 0,1550
S (alle)	1,094
$\Delta\rho_{\min/\max} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,59 / 2,449
Anzahl Parameter	218
Wichtung a / b	0,108 / 0

5.6 Verbindungen mit 4-Amino-1,2,4-triazol (Ata):



5.6.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ wird durch die Umsetzung von Silberperchlorat mit 4-Amino-1,2,4-triazol gewonnen. Dazu löst man in einem Becherglas unter Rühren 0,1 g (0,5 mmol) Silberperchlorat sowie 0,04 g (0,5 mmol) 4-Amino-1,2,4-triazol in 40 ml destilliertem Wasser. Dieser Ansatz wird so lange unter Erhitzen gerührt bis sich alles gelöst hat. Einkristalle werden durch isothermes Verdampfen aus der farblosen Lösung erhalten. Nach einigen Tagen bilden sich erste farblose Kristalle. Unter dem Mikroskop konnte ein für die Einkristalluntersuchung geeigneter Kristall ausgewählt werden. Des Weiteren wurde das Produkt mittels Pulverdiffraktometrie und IR-Spektroskopie analysiert.

5.6.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$

$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit acht Formeleinheiten pro Elementarzelle. Die Kristallstruktur enthält vier kristallographisch unterschiedliche Silberlagen, wobei jedes Silberkation $\text{Ag}1$ bis $\text{Ag}4$ die Koordinationszahl 4 aufweist. Die Ag-N-Abstände variieren von 221,5(6)-285,8(5) pm, wobei es sowohl bei $\text{Ag}3$ als auch bei $\text{Ag}4$ einen langen Ag-N-Abstand gibt, der über 280 pm lang ist (Abbildung 5.6.1).

Die Struktur setzt sich aus zwei unterschiedlich organisierten Strängen, die miteinander über 4-Amino-1,2,4-triazolliganden verknüpft sind, zusammen. Ein Strang enthält $\text{Ag}1$ und $\text{Ag}2$ (Abbildung 5.6.2 rot markiert) mit Ag-Ag-Abständen von 400,98(8) pm, während der andere Strang die Silberlagen $\text{Ag}3$ und $\text{Ag}4$ (Abbildung 5.6.2 violett markiert) mit Ag-Ag-Abständen von 380,81(9) pm enthält.

Die Perchlorationen kommen zwischen den unterschiedlich organisierten Strängen zu liegen und sind vollständig isoliert, da der kürzeste Silber-Sauerstoff-Abstand bei 346(1) pm liegt. Betrachtet man die einzelnen Stränge genauer, so erkennt man, dass es sich um Schichten in der bc-Ebene handelt.

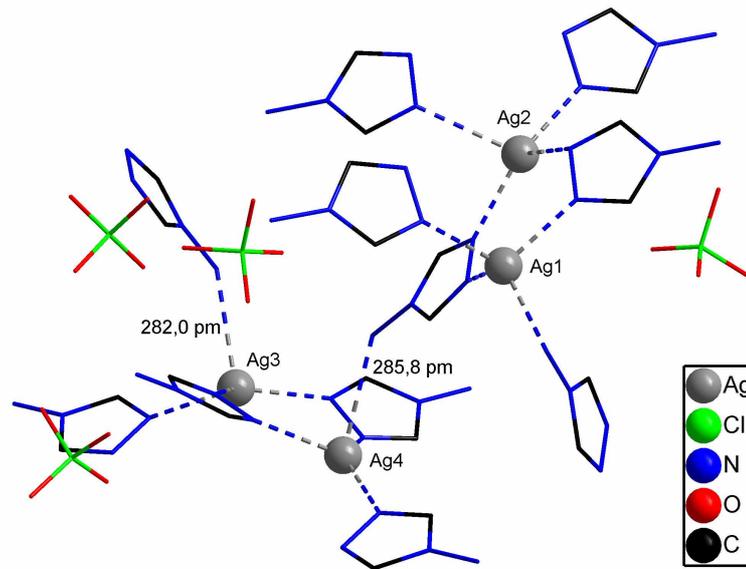


Abbildung 5.6.1: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Darstellung der Koordinationsumgebung der kristallographisch unterschiedlichen Silberkationen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

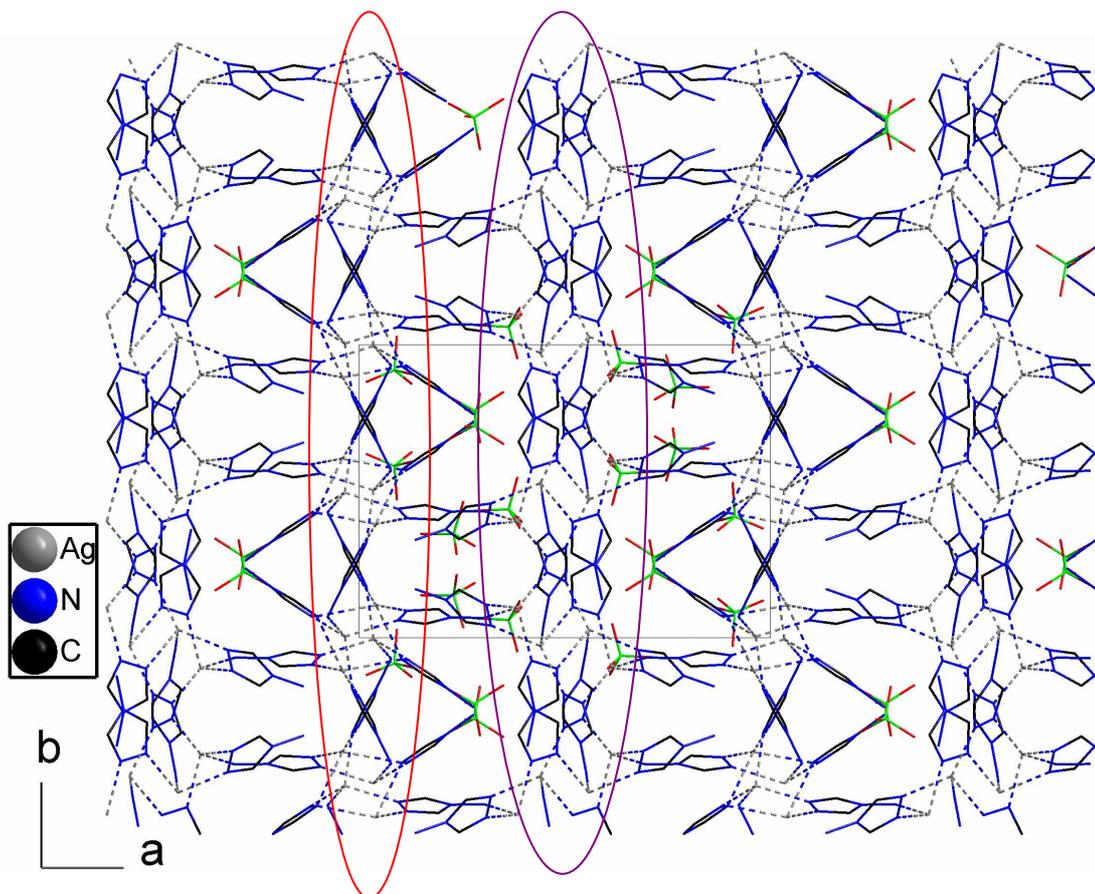


Abbildung 5.6.2: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Darstellung der Kristallstruktur entlang [001] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome) mit farblich unterschiedlich markierten Strängen (rot: Ag1, Ag2; violett: Ag3, Ag4).

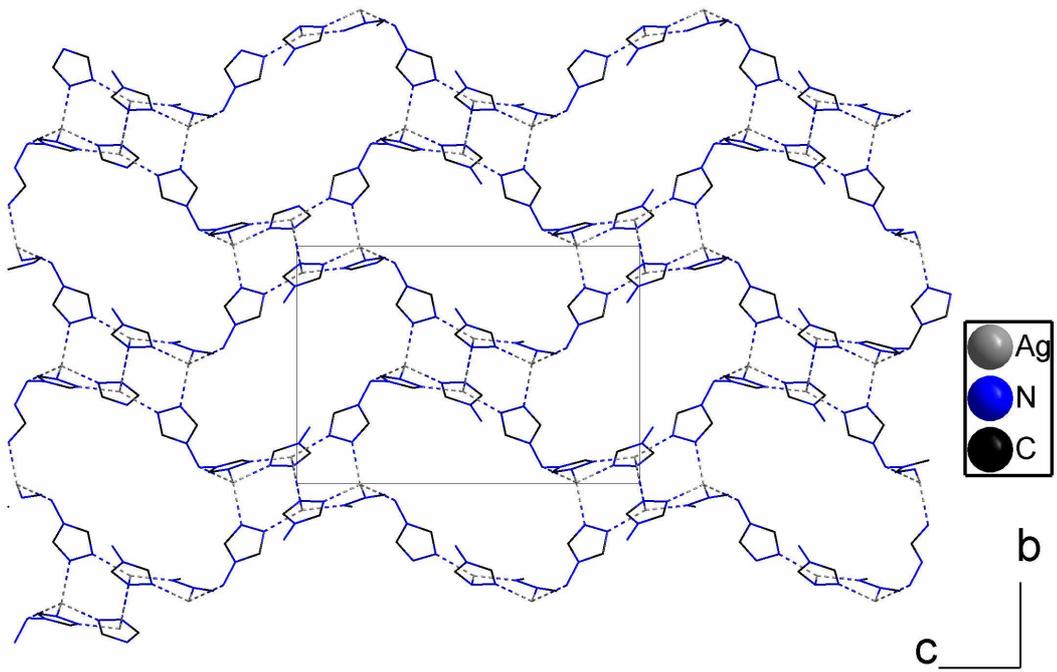


Abbildung 5.6.3: Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂: Netzwerk, bestehend aus Ag1 und Ag2 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

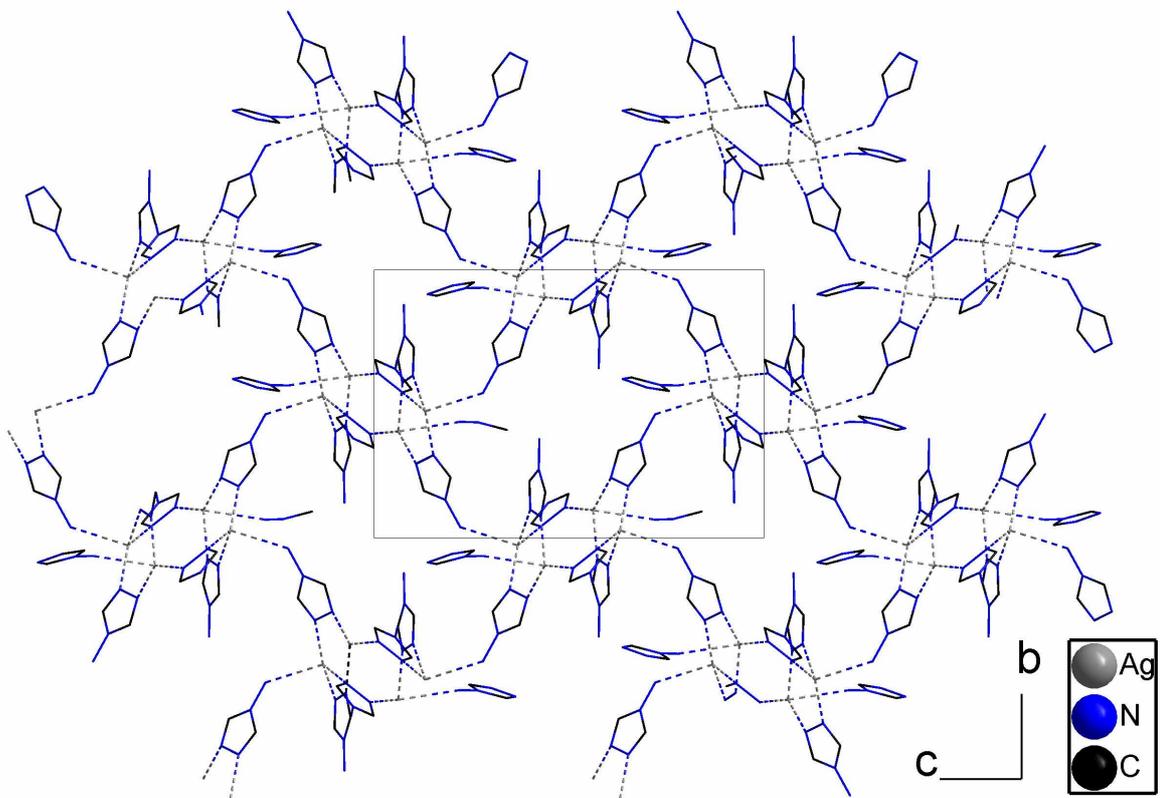


Abbildung 5.6.4: Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂: Netzwerk, bestehend aus Ag3 und Ag4 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

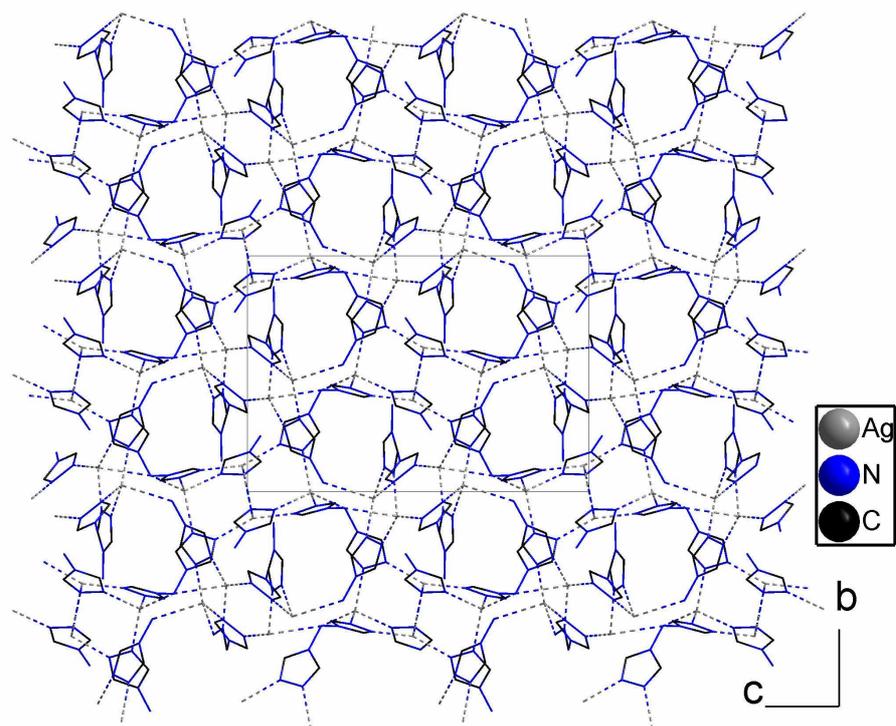


Abbildung 5.6.5: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Kombination der beiden Netzwerke (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 5.6.1: Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$.

Ausgewählte Bindung	$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ Bindungslänge / pm
Ag1-N22	225,4(3)
Ag1-N11	234,1(5)
Ag1-N71	227,2(4)
Ag1-N74	236,1(5)
Ag2-N12	223,4(3)
Ag2-N72	223,8(4)
Ag2-N21	258,5(6)
Ag2-N21'	262,8(5)
Ag3-N42	221,9(4)
Ag3-N52	225,3(5)
Ag3-N31	233,5(6)
Ag3-N44	282,0(6)
Ag4-N51	221,5(6)
Ag4-N41	226,4(5)
Ag4-N32	231,5(5)
Ag4-N14	285,8(5)
Ausgewählte Abstände	
Ag-Anion	
Ag1-O5	346(1)

5.6.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$

In Abbildung 5.6.6 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung gegenübergestellt. Die Lage der Hauptreflexe stimmen zwar überein, dennoch kann aufgrund einiger Fremdreflexe und großer Intensitätsunterschiede nicht von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

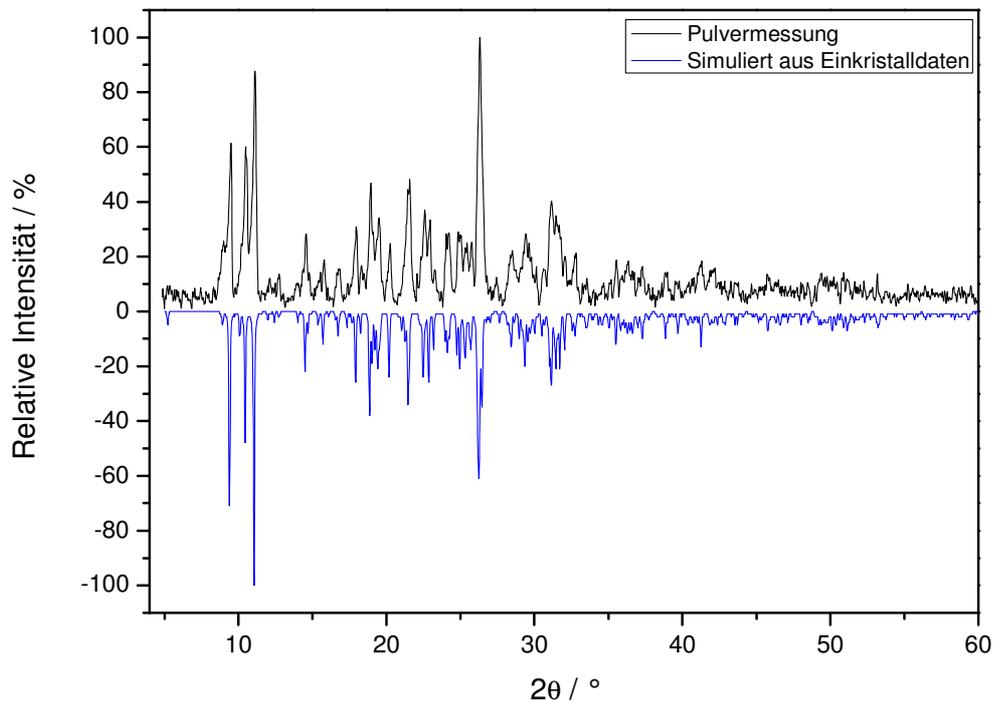


Abbildung 5.6.6: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ unter Verwendung von CuK_α -Strahlung.

5.6.4 MIR-Spektroskopie an $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ und Amtri aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Liganden Dpt zugeordnet werden können als auch Cl-O Schwingungsbanden und ist damit ein weiterer Beleg für die Richtigkeit des Strukturmodells.

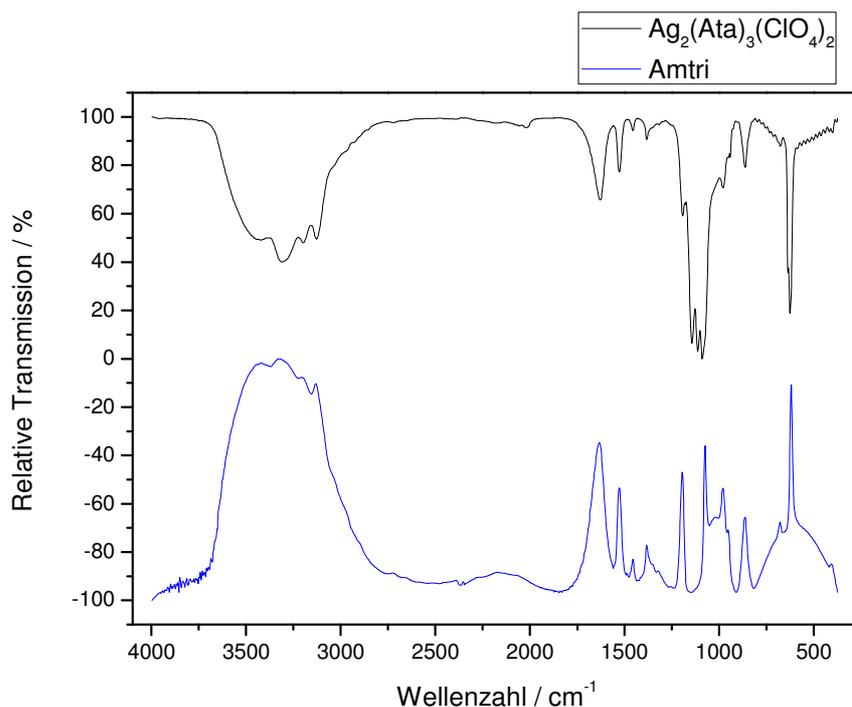


Abbildung 5.6.7: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ und Dpt.

IR (KBr, cm^{-1}): 3433,1(m), 3308,6(m), 3128,2(m), 2017,2, 1627,8(m), 1521,9(m), 1454,6(w), 1375,8(w), 1199,7(m), 1151,1(s), 1111,0(s), 1092,4(s), 979,3(m), 864,7(m), 618,5(s).

Tabelle 5.6.2: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (N-H)	$\approx 3433,1; 3308,6$
ν (Aryl-H)	$\approx 3128,2$
ν (C=N)	$\approx 1626,8-1454,6$
δ (N-H)	$\approx 1627,8$
ν (Cl-O)	$\approx 1151,1-1092,4$

Tabelle 5.6.3: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$
Summenformel	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{Ag}_2\text{Cl}_2\text{N}_{12}\text{O}_8$
Molmasse / g / mol	666,92
a / pm	1784,6(2)
b / pm	1220,2(1)
c / pm	1848,6(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 108,67(1)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	3813,4(7)
Formeleinheiten	8
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{c}$ (Nr.14)
Kristallform	Raute
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ, \Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100
Belichtungszeit / min	6
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,4414 / 0,7288
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-23 / 22
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-16 / 16
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-24 / 24
F(000)	2592,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	2,40
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,323
R_{int}	0,0904
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	35852
Unabhängige Reflexe	9222
Beobachtete Reflexe	4955
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0418 / 0,0949
wR_2 (beob. / alle)	0,0922 / 0,1061
S (alle)	0,0841
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,704 / 1,342
Anzahl Parameter	539
Wichtung a / b	0,0515 / 0

5.7 Verbindungen mit 4-Aminobenzamid (Aba):**Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO₃) und Ag₂(Aba)(NO₃)₂****5.7.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse von Ag(Aba)(Tfa)**

Ag(Aba)(Tfa) wird durch die Umsetzung von Silbertrifluoracetat mit 4-Aminobenzamid gewonnen. Dazu löst man in einem Becherglas unter Rühren 0,11 g (0,5 mmol) Silbertrifluoracetat und 0,068 g (0,5 mmol) 4-Aminobenzamid in 40 ml Ethanol. Dieser Ansatz wird so lange unter Erhitzen gerührt bis sich alles gelöst hat. Gelbe Einkristalle werden durch isothermes Verdampfen nach einigen Tagen erhalten. Unter dem Mikroskop konnte ein für die Einkristalluntersuchung geeigneter Kristall ausgewählt werden. Des Weiteren wurde das Produkt per Pulverdiffraktometrie und IR-Spektroskopie analysiert.

5.7.2 Darstellung, Eigenschaften und Analyse von Ag(Aba)(NO₃) und Ag₂(Aba)(NO₃)₂

Farblose Kristalle von Ag(Aba)(NO₃) konnten aus einer ethanolischen Lösung von Silbernitrat und 4-Aminobenzamid auskristallisiert werden. Hierzu wurden in einem Becherglas unter Rühren und Erhitzen 0,085 g (0,5 mmol) Silbernitrat und 0,068 g (0,5 mmol) 4-Aminobenzamid in 60 ml Ethanol gelöst. Das Produkt konnte durch Einkristall- und Pulverdiffraktometrie sowie durch IR-Spektroskopie charakterisiert werden. Allerdings war eine phasenreine Synthese des Produkts nicht möglich. Es konnten daneben farblose Kristalle der Zusammensetzung Ag₂(Aba)(NO₃)₂ nachgewiesen werden. Ag₂(Aba)(NO₃)₂ konnte ebenfalls aus einer Lösung von 0,425 g (2,5 mmol) Silbernitrat und 0,068 g (0,5 mmol) 4-Aminobenzamid in 60 ml Ethanol auskristallisiert werden.

5.7.3 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Aba)(Tfa)

Ag(Aba)(Tfa) kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Koordinationssphäre der Ag^+ -Ionen setzt sich aus zwei Trifluoracetationen und zwei 4-Aminobenzamidliganden zusammen, wobei die Ag-N-Abstände 252,1(4) pm und die Ag-O-Abstände 229,3(3)-242,8(3) pm betragen (Abbildung 5.7.1). Überraschenderweise koordiniert 4-Aminobenzamid an die Ag^+ -Ionen nicht nur mit der N-Donorfunktion, sondern auch mit der O-Donorfunktion. Dies zeigt die nicht zu vernachlässigende Oxophilie einwertiger Silberkationen. In dieser Verbindung sind die Ag-O-Abstände signifikant kürzer als die Ag-N-Abstände, was aber vermutlich auf sterische Effekte, wie die Verbrückung zweier Silberzentren durch zwei Trifluoracetatanionen, zurückzuführen ist. Diese Verbrückung bedingt den recht kurzen Ag-Ag-Abstand von 294,00(7) pm und wird nicht durch die häufig diskutierten argentophilen Wechselwirkungen [28-33] hervorgerufen.

Die Kristallstruktur besteht aus Ag(Aba)(Tfa)-Molekülen, die durch Verbrückung Schichten in der bc-Ebene bilden (Abbildung 5.7.2). Diese Schichten bilden wiederum Löcher, in die die Trifluoracetatanionen hineinragen.

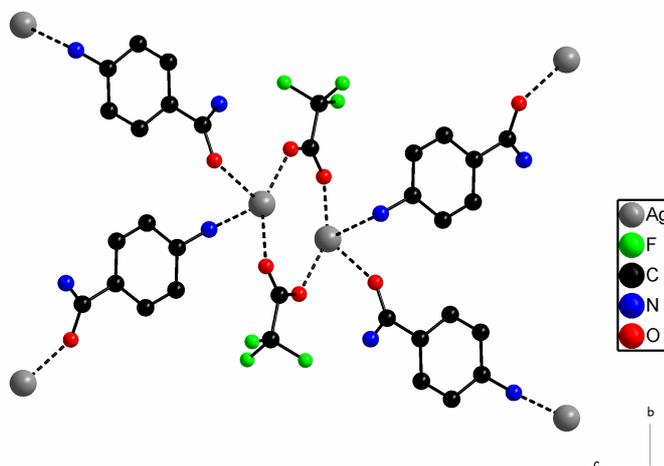


Abbildung 5.7.1: Ag(Aba)(Tfa): Darstellung der Koordinationssphäre der Silberkationen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

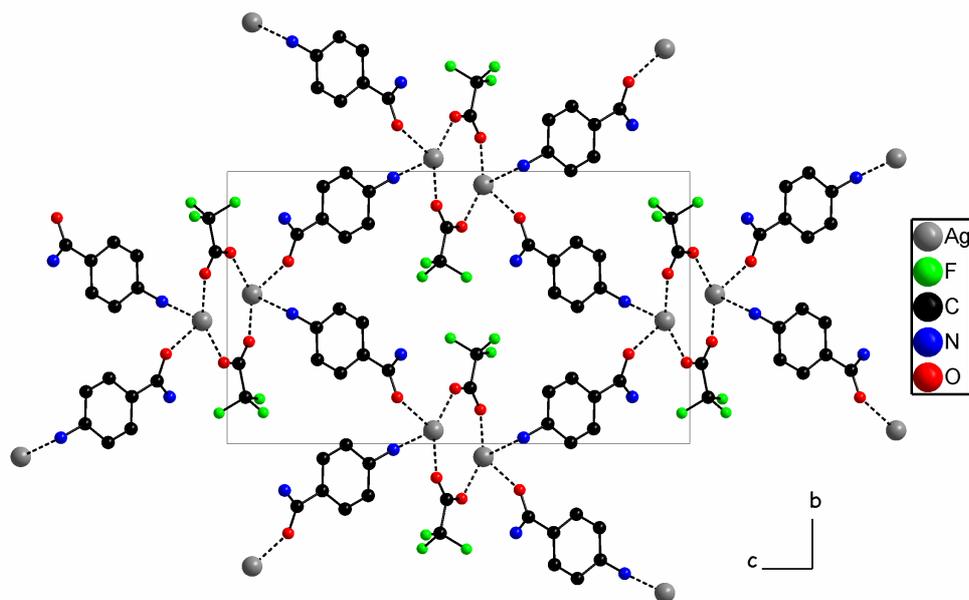


Abbildung 5.7.2: Ag(Aba)(Tfa): Darstellung der Schichten in der bc-Ebene (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.7.4 Röntgenpulverdiffraktometrie an Ag(Aba)(Tfa)

In Abbildung 5.7.3 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von Ag(Aba)(Tfa) unter Verwendung von MoK $_{\alpha}$ -Strahlung gegenübergestellt. Lage und Intensitäten der Reflexe stimmen überein, so dass von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden kann.

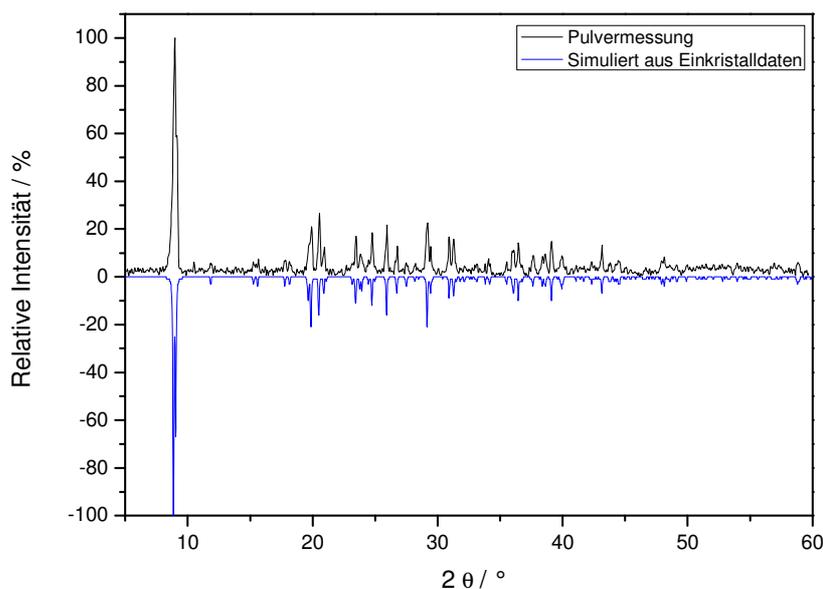


Abbildung 5.7.3: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von Ag(Aba)(Tfa) unter Verwendung von MoK $_{\alpha}$ -Strahlung.

5.7.5 MIR-Spektroskopie an Ag(Aba)(Tfa)

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von Ag(Aba)(Tfa) und Aba aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt eindeutig Banden, die dem Liganden Aba zugeordnet werden können und ist damit ein weiterer Beleg für das Strukturmodell.

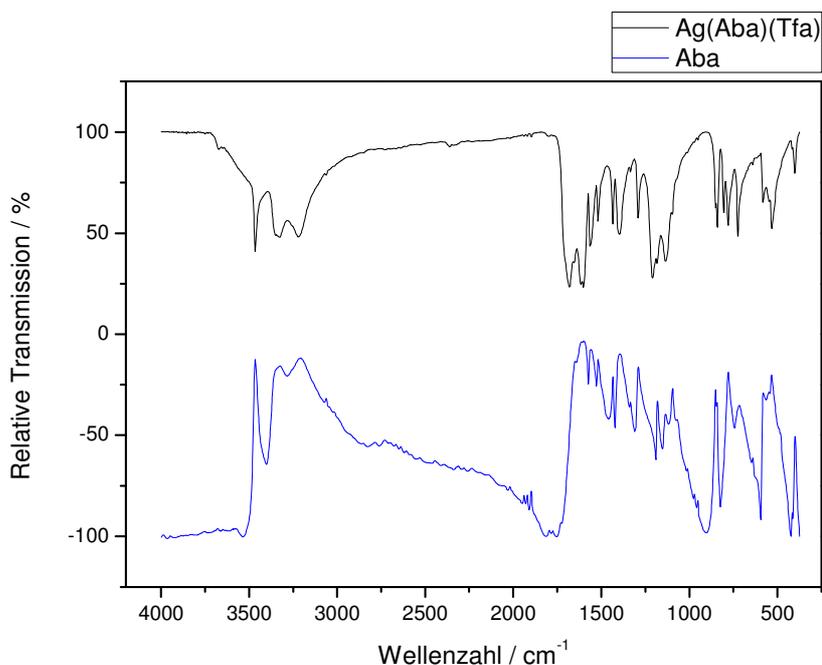


Abbildung 5.7.4: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von Ag(Aba)(Tfa) und Aba.

IR (KBr, cm^{-1}): 3470(s), 3332(s), 3211(s), 1680(s), 1602(s), 1556(m), 1517(m), 1433(m), 1403(m), 1294(m), 1206(s), 1126(s), 843(m), 804(m), 774(m), 725(s), 585(w), 535(m), 398(m).

Tabelle 5.7.1: Ag(Aba)(Tfa) : Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (N-H)	≈ 3470
δ (O-H)	≈ 3332
δ (O-H)	≈ 3211
ν (C=O)	≈ 1680
δ (N-H) und ν (C=C)	$\approx 1556-1602$

5.7.6 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Aba)(NO₃)

Ag(Aba)(NO₃) kristallisiert wie Ag(Aba)(Tfa) in der monoklinen Raumgruppe P2₁/c (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Analog zu Ag(Aba)(Tfa) besteht die Kristallstruktur aus Ag(Aba)(NO₃)-Molekülen, die Schichten ausbilden. Die Koordinationssphäre der Ag⁺-Ionen setzt sich aus zwei Nitrationen, mit Ag-O-Abständen von 263,6(5), 267,7(5) und 276,5(5) pm, sowie zwei 4-Aminobenzamidliganden zusammen, die sowohl mit der N-Donor- als auch der O-Donorfunktion koordinieren (Ag-O = 231,6(3) pm, Ag-N = 231,1(5) pm) (Abbildung 5.7.5). Aufgrund der doch recht weiten Ag⁺-ONO₂⁻-Abstände erscheint es vernünftiger, nicht von einer fünffachen Koordination des Ag⁺ zu sprechen, sondern eher von einer 2+3-Koordination, in der die 4-Aminobenzamidliganden stärker koordinieren, als die Nitrat-Co-Liganden. Die Kristallstruktur besteht aus Ag⁺-NO₃⁻-Ketten, die entlang [100] mit Ag-O-Abständen von 263,6(5) und 267,7(5) pm verlaufen. Diese Ketten sind über 4-Aminobenzamid entlang [001] verbrückt, was zu Schichten in der ac-Ebene führt, die wiederum entlang [010] alternieren (Abbildungen 5.7.6 und 5.7.7). Diese Schichten sind aber nicht vollständig voneinander separiert. Durch schwache Donor-Akzeptor-H-Brücken (N12⁺⋯H1...O1 = 220,8(4) pm) zwischen den einzelnen Schichten entsteht ein 3D-Netzwerk.

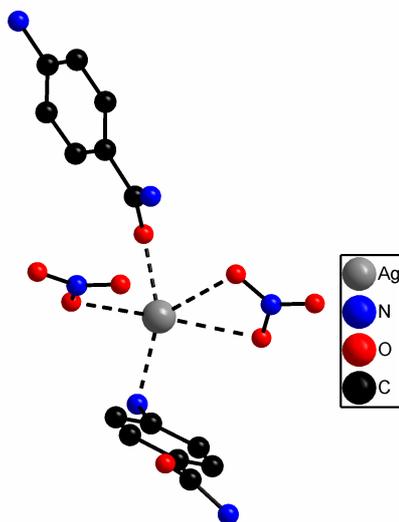


Abbildung 5.7.5: Ag(Aba)(NO₃): Darstellung der 2+3 Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

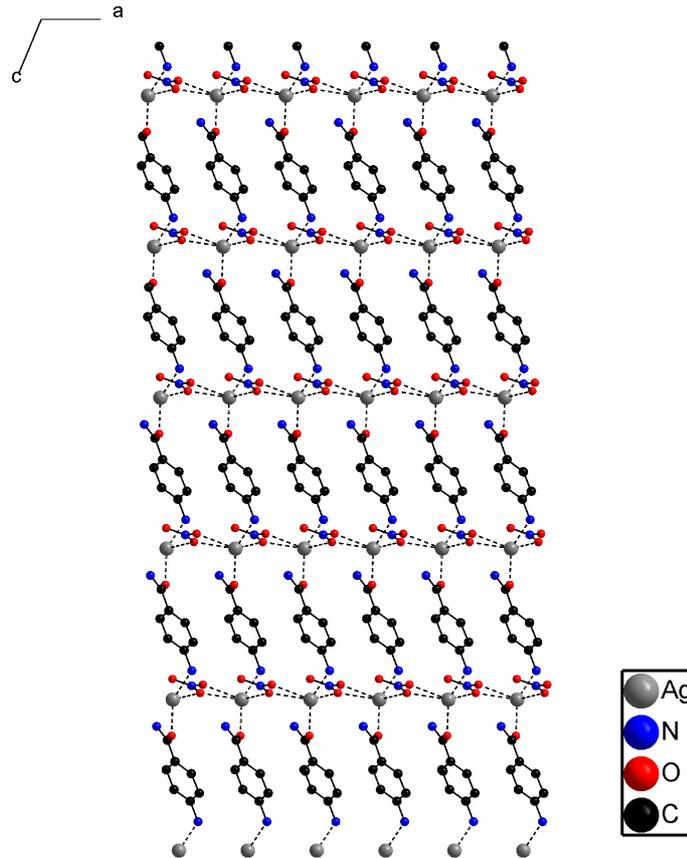


Abbildung 5.7.6: $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$: Darstellung der Schichten in der ac -Ebene (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

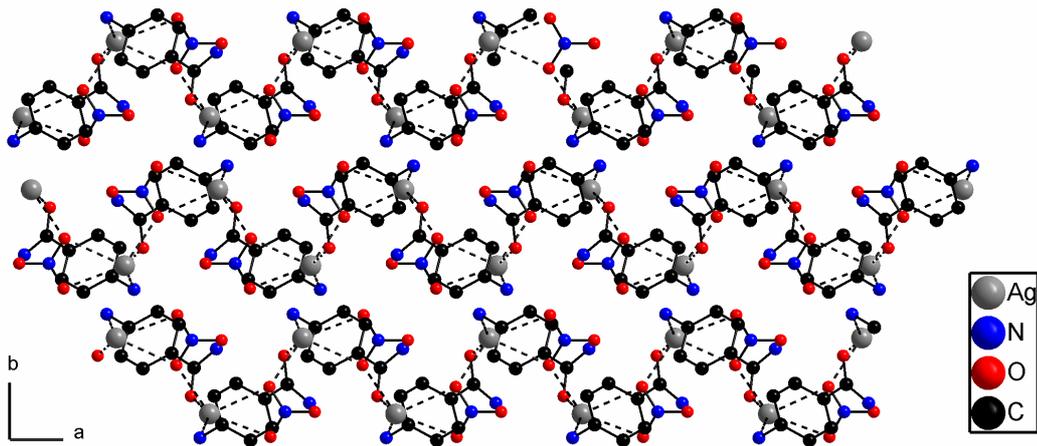


Abbildung 5.7.7: $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$: Darstellung der alternierenden Schichten (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.7.7 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$

Eine Pulveraufnahme mit MoK_α -Strahlung (Abbildung 5.7.8) zeigt, dass neben $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$ noch eine weitere Phase vorliegt, die nicht den Edukten Silbernitrat und 4-Aminobenzamid zuzuordnen ist. Es handelt sich bei der zweiten Phase um $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$. Kristalle dieser Verbindung konnten auch in einem anderen Ansatz nachgewiesen werden, bei dem die Edukte 4-Aminobenzamid und Silbernitrat im stöchiometrischen Verhältnis 1:5 eingesetzt wurden. Durch eine Rietveld-Verfeinerung (Abbildung 5.7.9) war es möglich, eine Aussage über die prozentualen Anteile der beiden Phasen im Pulver zu treffen. Sie liegen in einem Verhältnis von ca. 1:2 (36% $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$ und 64% $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$) vor. $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ scheint die thermodynamisch stabilere Verbindung zu sein. Die Gütefaktoren $wR_p = 0,0194$, $R_p = 0,0140$ sowie $R(F^2) = 0,0758$ sprechen für eine vernünftige Rietveld-Verfeinerung, sollten jedoch aufgrund der mäßigen Datenqualität nicht überbewertet werden (Weitere Daten zur Verfeinerung befinden sich im Anhang).

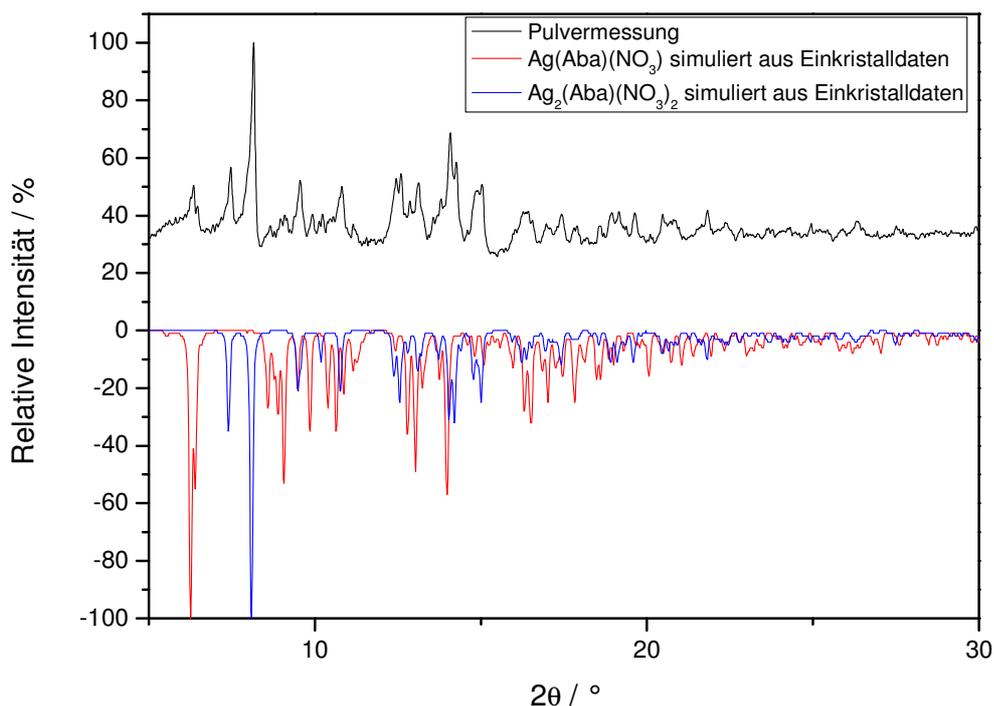


Abbildung 5.7.8: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$ und $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung.

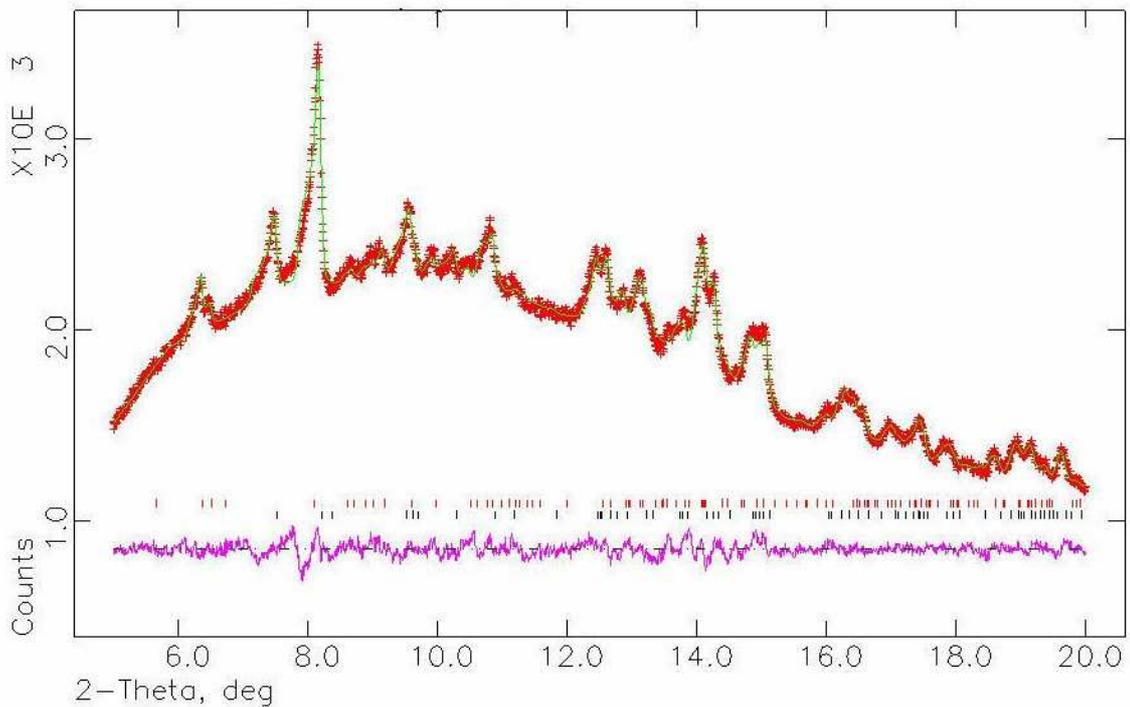


Abbildung 5.7.9: Rietveld-Plot des in Abbildung 5.7.8 gezeigten Pulverdiffraktogramms. Dargestellt sind die gemessenen Datenpunkte (rot), das berechnete Profil (grün) und die Differenzkurve (magenta). Die Reflexlagen von $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$ sind als rote, von $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ als schwarze Markierungen dargestellt.

5.7.8 MIR-Spektroskopie des Produktgemisches $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)/\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$

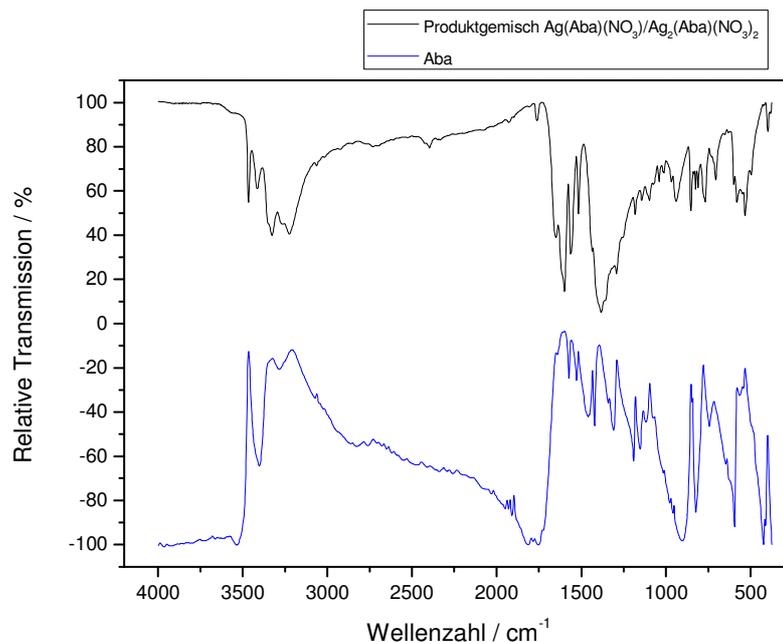


Abbildung 5.7.10: Gegenüberstellung der MIR-Spektren des Produktgemisches $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)/\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ und Aba.

IR (KBr, cm^{-1}): 3466(m), 3411(m), 3325(s), 3262(w), 3224(s), 2395(w), 1766(w), 1652(m), 1597(s), 1519(m), 1380(s), 1289(m), 1181(w), 1141(w), 1095(w), 1045(w), 937(m), 854(m), 823(w), 765(m), 774(m), 704(m), 581(s), 531(s), 496(w), 401(m).

Tabelle 5.7.2: $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)/\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (N-H)	$\approx 3466; 3411$
δ (O-H)	≈ 3325
δ (O-H)	≈ 3262
ν (C=O)	$\approx 1652-1766$
δ (N-H) und ν (C=C)	$\approx 1519-1597$
ν (N=O)	≈ 1380

Das MIR-Spektrum der Probe zeigt eindeutig Banden, die dem Liganden Aba und den Nitrationen zugeordnet werden können. Aufgrund der vielen Banden im Fingerprint-Bereich kann allerdings die zweite N=O-Valenzschwingung der Nitrationen nicht beobachtet werden, die sich im Bereich von $860-800 \text{ cm}^{-1}$ befindet.

5.7.9 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$

$\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ kristallisiert in der azentrischen Raumgruppe Cc (Nr. 9) mit einem Flack x-Parameter von $-0,0241(0,0474)$. Es befinden sich vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die Kristallstruktur enthält zwei kristallographisch unterschiedliche Silberkationen Ag1 und Ag2. Während Ag1 von zwei 4-Aminobenzamid-Liganden und drei Nitrationen koordiniert wird, besteht die Koordinationssphäre von Ag2 aus zwei 4-Aminobenzamid-Liganden und zwei Nitrationen. Die Ag-O-Abstände weisen mit Abständen von $233,8(5)-265,7(6) \text{ pm}$ eine große Breite auf, wohingegen es nur einen Ag-N-Abstand mit $234,2(7) \text{ pm}$ gibt. Des Weiteren gibt es eine η^2 -Interaktion des aromatischen Ringes zu Ag2 mit Ag-C-Abständen von $272,7(5) \text{ pm}$ und $269,6(7) \text{ pm}$, was im typischen Bereich für Ag-C(Aromat) Bindungen liegt [82]. Die Kristallstruktur besteht aus Ag1-Nitrat-Ketten entlang [001] mit Ag-O-Abständen von $255,3(5) \text{ pm}$ und $264,9(6) \text{ pm}$ (Abbildung 5.7.11). Diese Ketten sind über Nitrationen mit Ag2 verbrückt, wobei die Ag-O-Abstände $228,6(5) \text{ pm}$ und $265,7(6) \text{ pm}$ betragen. Durch

diese Verbrückung entstehen Stränge, die Ag1 und Ag2 enthalten und entlang [100] alternieren (Abbildung 5.7.12).

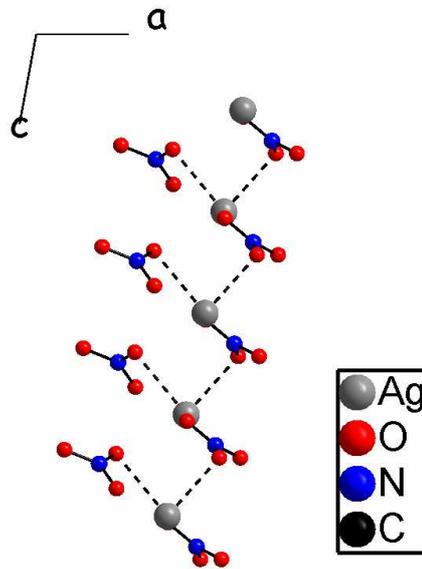


Abbildung 5.7.11: $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$: Darstellung von Ag- NO_3 Ketten entlang [001] (ohne Darstellung von Wasserstoffatomen).

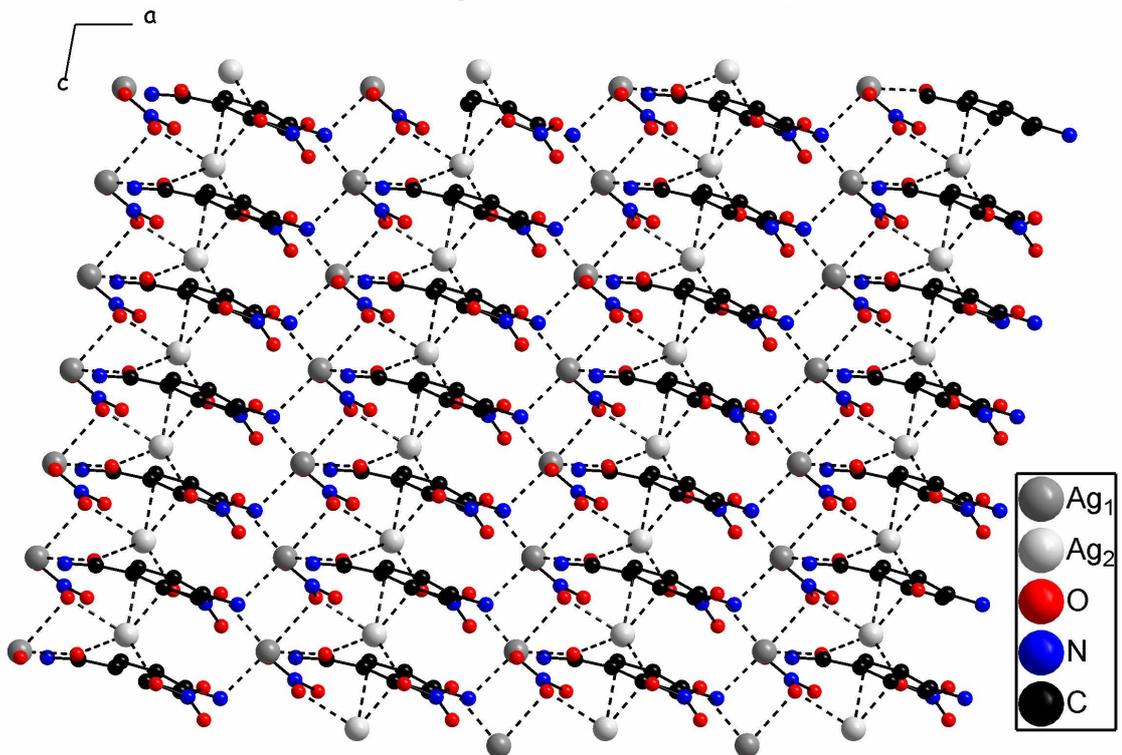


Abbildung 5.7.12: $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$: Ausschnitt aus der Kristallstruktur entlang [010] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.7.10 MIR-Spektroskopie an $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ und Aba aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt eindeutig Banden, die dem Liganden Aba zugeordnet werden können, sowie die typischen Nitratbanden und ist damit ein weiterer Beleg für das Strukturmodell.

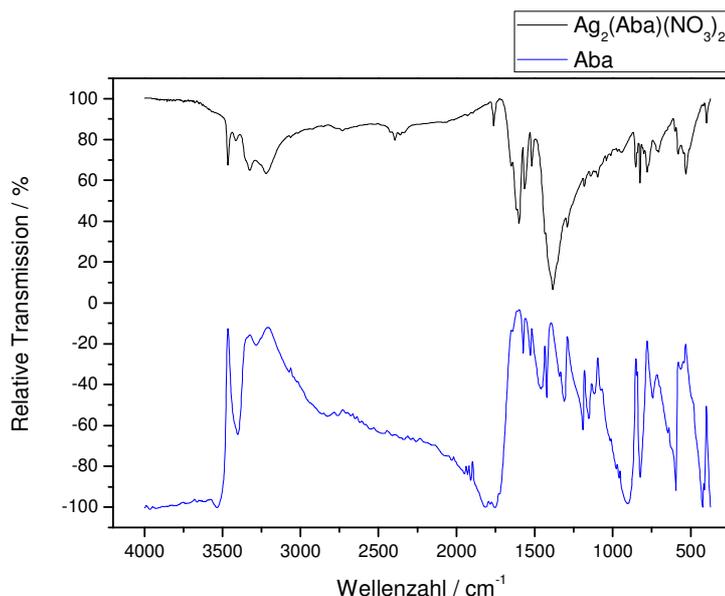


Abbildung 5.7.13: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$ und Aba.

IR (KBr, cm^{-1}): 3467(m), 3411(w), 3334(m), 3222(m), 2393(w), 1765(m), 1603(s), 1566(m), 1514(m), 1390(s), 1284(w), 1185(w), 1138(w), 1092(w), 943(w), 857(m), 827(m), 773(m), 702(w), 581(w), 521(m), 399(w).

Tabelle 5.7.3: $\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (N-H)	$\approx 3467; 3411$
δ (O-H)	≈ 3324
δ (O-H)	≈ 3222
ν (C=O)	≈ 1765
δ (N-H) und ν (C=C)	$\approx 1514-1603$
ν (N=O)	$\approx 1390; 827$

5.7.11 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Die Strukturen der drei Verbindungen Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO₃) und Ag₂(Aba)(NO₃)₂ belegen das starke Koordinationsvermögen von Nitrat und Trifluoracetat. In den drei diskutierten Strukturen führen Nitrat und Trifluoracetat zu zweidimensionalen Koordinationspolymeren, wobei Ag(Aba)(NO₃) als potentiell dreidimensionales Netzwerk diskutiert werden kann, da die Schichten über schwache Donor-Akzeptor-Wasserstoffbrücken vernetzt sind. Alle drei Strukturen zeigen die recht starke Oxophilie von Silber in der Oxidationsstufe +1; 4-Aminobenzamid koordiniert nicht nur mit der N-Donorfunktion, sondern auch mit der O-Donorfunktion. Vergleicht man die Bindungslängen (Ag-Aba/Ag-Anion) der drei Strukturen untereinander, so fällt auf, dass bei Ag(Aba)(Tfa) die Bindungslängen Ag-Anion kürzer sind als die Bindungslängen Ag-Aba, während es sich in Ag(Aba)NO₃ und Ag₂(Aba)(NO₃)₂ genau umgekehrt verhält. Dies ist in Ag(Aba)(Tfa) vermutlich auf die verbrückende Wirkung der Trifluoracetationen zurückzuführen.

Tabelle 5.7.4: Ausgewählte Abstände in Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO₃), Ag₂(Aba)(NO₃)₂.

Ausgewählte Bindung	Ag(Aba)(Tfa) Bindungslänge / pm	Ag(Aba)(NO₃) Bindungslänge / pm	Ag₂(Aba)(NO₃)₂ Bindungslänge / pm
Ag-Aba			
Ag1-N11	252,10(4)	231,0(2)	234,2(7)
Ag1-O11	242,78(4)	231,6(3)	233,8(5)
Ag2-O11	-	-	257,6(5)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion			
Ag1-O1	231,91(2)	267,7(5)	265,7(6)
Ag1-O2	229,36(2)	276,5(5)	-
Ag1-O4	-	-	255,3(5)
Ag1-O6	-	-	264,9(6)
Ag2-O3	-	-	228,6(5)
Ag2-O6	-	-	243,5(6)
Ag2-C12	-	-	269,6(7)
Ag2-C13	-	-	272,7(5)

Tabelle 5.7.5: Ag(Aba)(Tfa), Ag(Aba)(NO₃), Ag₂(Aba)(NO₃)₂ : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	Ag(Aba)(Tfa)	Ag(Aba)(NO ₃)	Ag ₂ (Aba)(NO ₃) ₂
Summenformel	C ₉ H ₈ AgF ₃ N ₂ O ₃	C ₇ H ₈ AgN ₃ O ₄	C ₇ H ₈ Ag ₂ N ₄ O ₇
Molmasse / g / mol	357,04	305,97	475,91
a / pm	491,13(8)	989,6(1)	1727,3(3)
b / pm	1159,9(1)	1230,6(1)	1004,8(3)
c / pm	1959,1(3)	826,7(1)	670,6(2)
Winkel α β γ / °	$\beta = 94,35(2)$	$\beta = 112,35(1)$	$\beta = 100,40(1)^\circ$
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	1112,8(3)	931,1(2)	1144,7(5)
Formeleinheiten	4	4	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)	P2 ₁ /c (Nr.14)	Cc (Nr.9)
Kristallform	Quader	Säule	Polyeder
Kristallfarbe	gelb	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200°, $\Delta \varphi = 2^\circ$	0° ≤ φ ≤ 200°, $\Delta \varphi = 1^\circ$	0° ≤ φ ≤ 200°, $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	200	100
Belichtungszeit / min	5	8	6
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,3228 / 0,6870	0,6844 / 0,7988	0,3228 / 0,4447
Messbereich 2 θ / °	3,8-56,3	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-6 / 5	-12 / 12	-22 / 22
k _{min} / max	-14 / 15	-16 / 16	-12 / 13
l _{min} / max	-25 / 25	-10 / 10	-8 / 8
F(000)	696	600	912
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,85	2,16	3,46
Dichte Dx / g / cm ³	2,131	2,183	2,761
R _{int}	0,1038	0,0742	0,0356
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	10330	8698	5286
Unabhängige Reflexe	2602	2070	2519
Beobachtete Reflexe	2038	1332	2388
σ -Schranke	[I > 2 σ (I)]	[I > 2 σ (I)]	[I > 2 σ (I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0529 / 0,0637	0,0361 / 0,0668	0,0359 / 0,0380
wR ₂ (beob. / alle)	0,1320 / 0,1382	0,0673 / 0,0728	0,0884 / 0,0897
S (alle)	1,056	0,869	1,049
$\Delta\rho_{\min/\max}$ / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-1,493 / 1,268	-0,609 / 0,504	-1,483 / 1,358
Anzahl Parameter	159	137	183
Wichtung a / b	0,0874 / 0	0,0319 / 0	0,0467 / 5,7654

5.8 Verbindungen mit Koffein (Kof):

Ag(Kof)(Tfa), [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂, [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) und [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃)

5.8.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

Ag(Kof)(Tfa) wird durch die Vereinigung von 20 ml einer gesättigten ethanolischen Silbertrifluoracetatlösung mit 20 ml einer ebenfalls gesättigten ethanolischen Koffeinlösung synthetisiert. Innerhalb von zwei Wochen konnten durch isothermes Verdampfen aus der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete Kristalle erhalten werden. Aufgrund der Phasenunreinheit des Ansatzes konnte das Produkt nicht weiter analysiert werden.

Die Synthese von [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ erfolgt durch Vereinigung von 20 ml einer gesättigten ethanolischen Silbertetrafluoroboratlösung mit 20 ml einer ebenfalls gesättigten ethanolischen Koffeinlösung. In der Kristallstruktur fungiert Hexafluorosilicat als Anion, welches durch die Reaktion geringer Mengen Flusssäure mit dem Becherglas entstanden sein muss. Ein geeigneter quaderförmiger Kristall konnte mittels Einkristallröntgendiffraktometrie analysiert werden. Da in dem Ansatz nur ein einziger Kristall gefunden werden konnte, waren weitere Analysen zur Unterstützung der Strukturlösung nicht möglich.

[Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) wird durch die Vereinigung von 0,097 g (0,5 mmol) Koffein und 0,1 g (0,5 mmol) AgClO₄ in 40 ml destilliertem Wasser dargestellt. Durch Verlust des Lösemittels wurden die farblosen Kristalle beim Eintrocknen der Lösung leider trüb, wodurch weitere Analysen unmöglich wurden.

Auch [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃) wird durch die Vereinigung von 0,097 g (0,5 mmol) Koffein und 0,13 g (0,5 mmol) Silbertrifluormethansulfonat in 40 ml Ethanol dargestellt. Auch diese Verbindung ist außerhalb der Lösung nicht stabil und zersetzt sich, was sich durch die Trübung der Kristalle andeutet.

5.8.2 Beschreibung der Kristallstruktur von Ag(Kof)(Tfa)

Ag(Kof)(Tfa) kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe Fdd2 (Nr. 43) mit 16 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Kristallstruktur setzt sich formal aus Ag(Kof)Tfa-Molekülen zusammen, die Schichten in der ac-Ebene bilden, welche entlang [010] alternieren, um eine größtmögliche Raumausnutzung zu gewährleisten (Abbildungen 5.8.2 und 5.8.3). In Ag(Kof)(Tfa) ist Ag⁺ stark tetraedrisch verzerrt von zwei Koffeinliganden und zwei Trifluoracetationen umgeben, wobei es jeweils einen kurzen Ag-Tfa- (Ag1-O13 = 216,54(2) pm) und einen kurzen Ag-Kof-Abstand (Ag1-N14 = 217,99(2) pm) sowie einen langen Ag-Tfa- (Ag1-O14 = 256,93(3) pm) und einen langen Ag-Kof-Abstand (Ag1-O12 = 263,43(4) pm) gibt (Abbildung 5.8.1). Die beiden kurzen Abstände bewegen sich mit 216,54(2) und 217,99(2) pm eher in Abstandsbereichen, die der Koordinationszahl 2 zuzuordnen wären. Eine Koordinationszahl von zwei würde allerdings einen Winkel von 180° zwischen dem Silberion und den beiden Liganden implizieren. In dieser Struktur beträgt der Winkel N14-Ag1-O13 allerdings 165,052(4)° was für eine, wenn auch schwache Koordination der beiden weiteren Liganden spricht. Aufgrund dessen ist es sinnvoller, eine 2+2-Koordinationssphäre zu diskutieren. Wie in Ag(Aba)(Tfa) koordiniert der Ligand nicht nur mit der N-Donorfunktion, sondern auch mit der O-Donorfunktion, was wiederum die Oxophilie von Ag(I) unterstreicht. Anders als in Ag(Aba)(Tfa) sind in Ag(Kof)(Tfa) nicht die Ag-O(Ligand)-Abstände, sondern die Ag-N(Ligand)-Abstände signifikant kürzer. Sowohl die Koffeinliganden als auch die Trifluoracetationen verbrücken in dieser Struktur die Ag⁺-Ionen miteinander, so dass eine 2D-Netzstruktur (6³-Netz) in der ac-Ebene entsteht. Ebenso wie in Ag(Aba)Tfa führt die verbrückende Wirkung der Trifluoracetationen zu einem kurzen Ag-Ag-Abstand (Ag1-Ag1 = 296,27(4) pm). Auch bei dieser Struktur scheinen π - π -Wechselwirkungen eine große Rolle zu spielen. Die Koffeinliganden sind 337,71(4) pm voneinander entfernt, was im typischen Bereich dieser Wechselwirkungen liegt. Sowohl die Ringheteroatome als auch die Carbonylgruppen führen durch ihre elektronenziehenden Eigenschaften zur Ausbildung eines elektronenarmen Ring- π -Systems und begünstigen dadurch π - π -Wechselwirkungen [83].

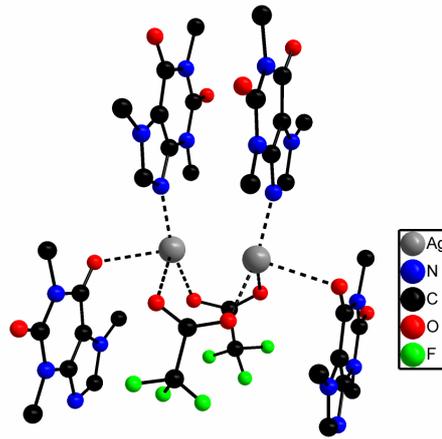


Abbildung 5.8.1: Ag(Kof)(Tfa): Darstellung der Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

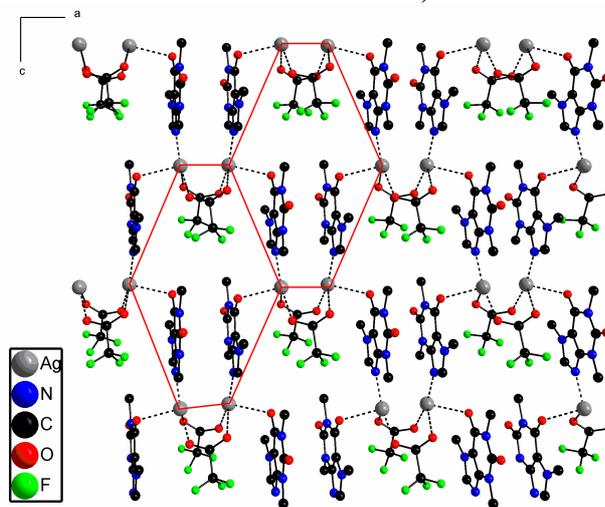


Abbildung 5.8.2: Ag(Kof)(Tfa): Darstellung einer Schicht in der ac-Ebene (ohne Darstellung der Wasserstoffatome) mit markiertem 6^3 -Netz.

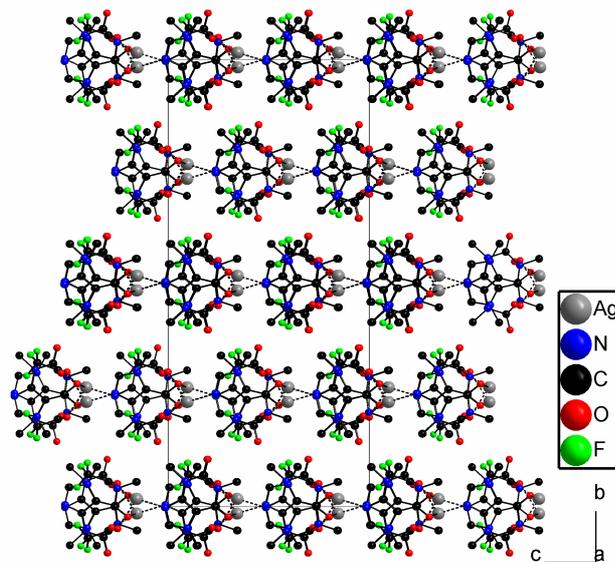


Abbildung 5.8.3: Ag(Kof)(Tfa): Darstellung der Elementarzelle entlang [100] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.8.3 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$

$[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2/c$ (Nr. 13) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle. Das hervorstechende Motiv dieser Kristallstruktur sind $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]^+$ -Einheiten, die in Form von Paaren auftreten. Innerhalb dieser Paare sind die einzelnen Einheiten um 180° gegeneinander verdreht, was die zweizählige Drehachse bedingt (Abbildungen 5.8.5 und 5.8.6)

Die Koordinationssphäre des Ag^+ -Ions besteht entsprechend aus zwei Koffeinliganden mit Ag-N-Abständen von 215,8(5) und 215,3(5) pm, was im typischen Bereich für Ag-N-Abstände der Koordinationszahl 2 liegt (Abbildung 5.8.4). Allerdings beträgt der Winkel zwischen Ag^+ und den beiden Koffeinliganden (N24-Ag1-N14) nicht 180° , sondern $167,3(2)^\circ$. Dies führt zu der Annahme, dass das Ethanol-Molekül ebenfalls einen Einfluss auf die Koordinationssphäre des Silbers ausübt, wobei man nicht von einer Koordination sprechen sollte, da der kürzeste Ag-O(Ethanol)-Abstand mit 296,0(9) pm zu groß ist. Das Hexafluorosilicatanion liegt in der Kristallstruktur vollständig isoliert vor und übt keinen Einfluss auf die Koordinationssphäre des Silbers aus. Der kürzeste Ag-F-Abstand (Ag1-F3) beträgt 324,3(4) pm. Die $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]^+$ -Einheiten bilden entlang der ac-Flächendiagonalen ein Motiv aus, das einer Treppe ähnelt und aufgrund des mit über 400 pm zu großen Abstandes der Ringsysteme zueinander vermutlich nicht auf π - π -Wechselwirkungen zurückzuführen ist, sondern auf Packungseffekte (Abbildung 5.8.7).

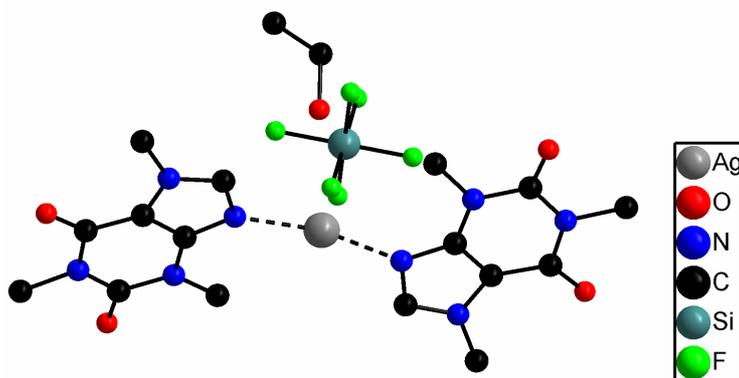


Abbildung 5.8.4: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$: Darstellung der Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

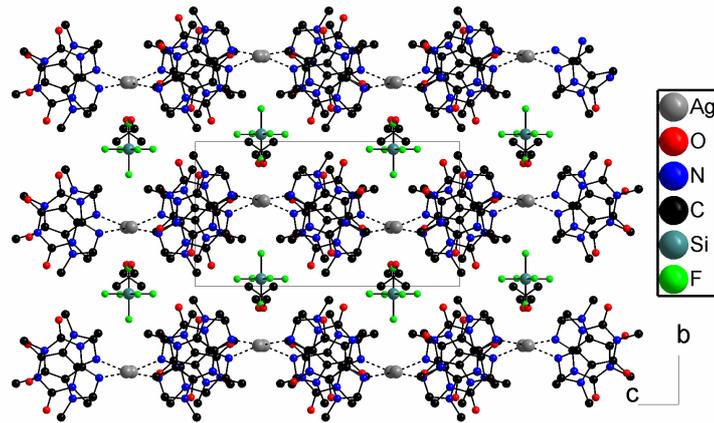


Abbildung 5.8.5: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

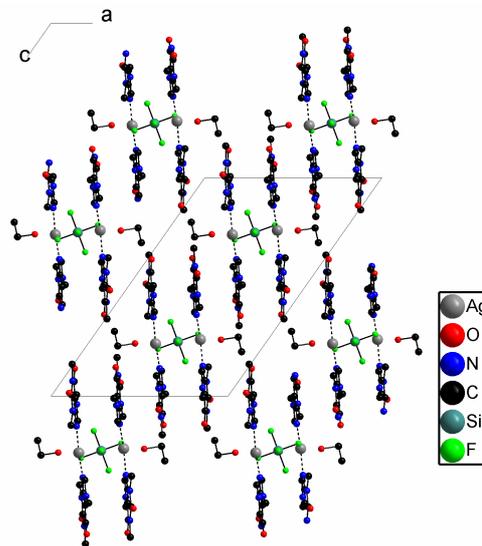


Abbildung 5.8.6: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

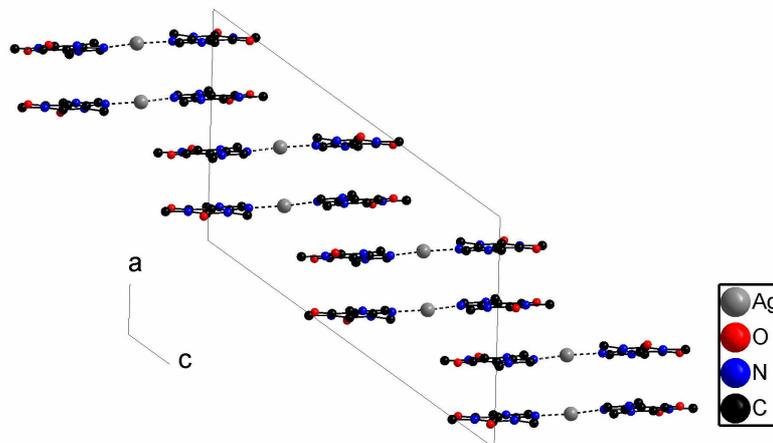


Abbildung 5.8.7: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$: Treppenmotiv (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.8.4 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$

$\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})(\text{ClO}_4)$ kristallisiert triklin in der Raumgruppe P1 (Nr. 2) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Silberionen sind von zwei Koffeinliganden mit Ag-N-Abständen von 220,6(5) und 220,9(5) pm, sowie von einem Molekül Wasser mit einem Ag-O-Abstand von 251,7(7) pm koordiniert (Abbildung 5.8.8). Die Koordinationssphäre des Silberions kann als 2+1-Koordination diskutiert werden, da der Winkel zwischen dem Silberion und den beiden koordinierenden Koffeinliganden $158,1(2)^\circ$ beträgt, was für einen koordinierenden Einfluss des Wassermoleküls spricht. Die Perchlorationen koordinieren erwartungsgemäß nicht, der kürzeste Ag-Perchloratabstand beträgt 266(4) pm. In der Kristallstruktur liegen isolierte $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$ Einheiten vor, die sich entlang [100] versetzt stapeln (Abbildung 5.8.9). Diese Stapelung beruht auf „face-to-face“- π - π -Wechselwirkungen zwischen den aromatischen Sechsringen der Koffeinliganden, wobei die Sechsringe gegeneinander verdreht sind, um die abstoßenden Kräfte möglichst gering zu halten.

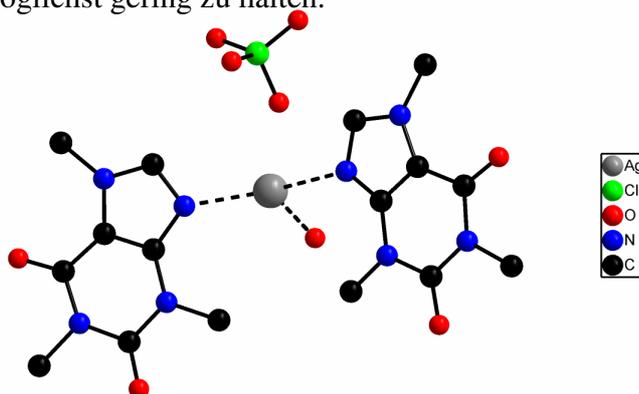


Abbildung 5.8.8: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

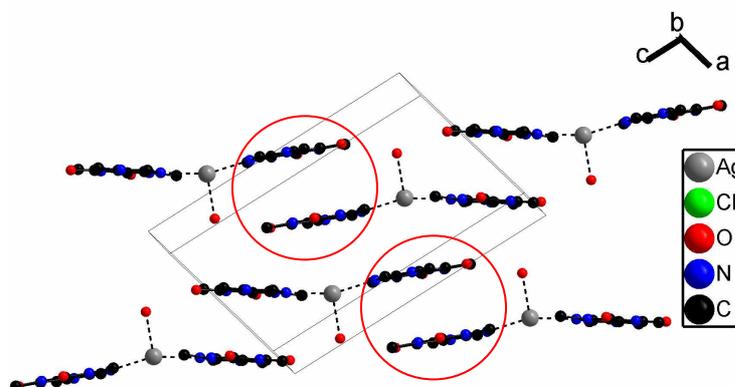


Abbildung 5.8.9: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Stapelung aufgrund von π - π -Wechselwirkungen (rot markiert) (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

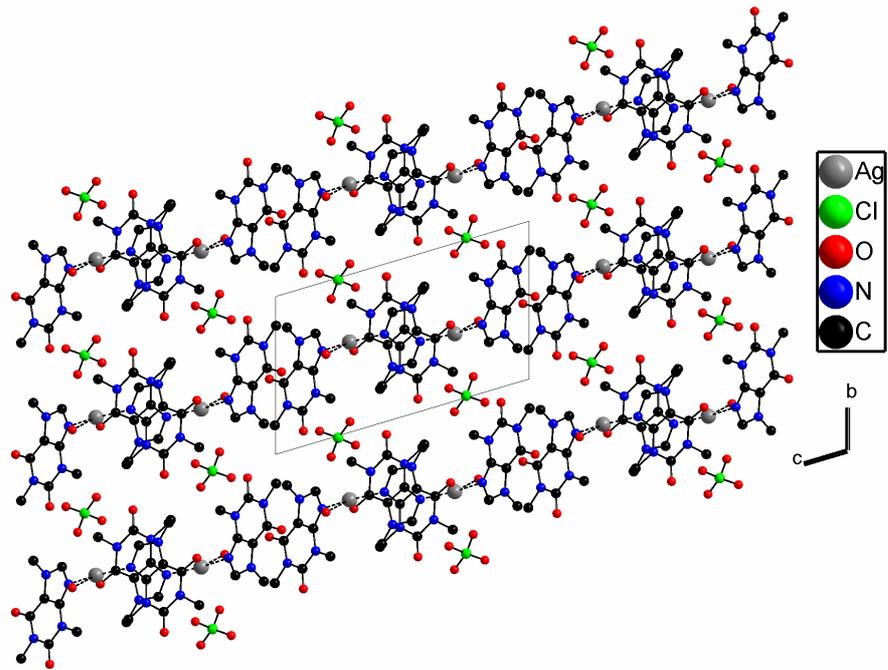


Abbildung 5.8.10: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung von Wasserstoffatomen).

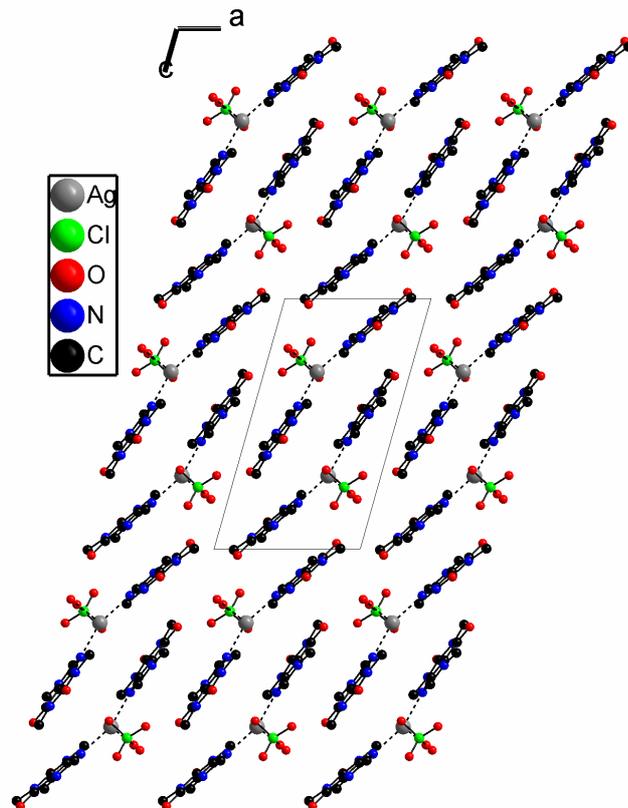


Abbildung 5.8.11: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

5.8.5 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$

$[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die analogen Summenformeln von $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ deuten schon die enge Verwandtschaft der Strukturen dieser beiden Verbindungen an. Die Silberionen sind auch in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ von zwei Koffeinliganden sowie von einem Molekül Wasser koordiniert (Abbildung 5.8.12). Die Koordinationssphäre des Silberions kann ebenfalls wie in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ als 2+1-Koordination diskutiert werden, da der Winkel zwischen dem Silberion und den beiden koordinierenden Koffeinliganden $164,3(3)^\circ$ beträgt, was für einen koordinierenden Einfluss des Wassermoleküls spricht. Auch hier koordinieren die Trifluormethansulfonationen nicht, der kürzeste Ag-Triflat-Abstand liegt bei 268(1) pm.

In der Kristallstruktur liegen wie in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ isolierte $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$ -Einheiten vor, die entlang $[001]$ ein wellenartiges Motiv ausbilden (Abbildung 5.8.13). Ebenfalls spielen auch „face-to-face“- π - π -Wechselwirkungen zwischen den aromatischen Sechsringen der Koffeinliganden eine große Rolle bei der Strukturbildung, wobei auch hier die Sechsringe gegeneinander verdreht sind, um die abstoßenden Kräfte möglichst gering zu halten. Dies führt dazu, dass sie sich bis auf 350,2(6) pm einander annähern.

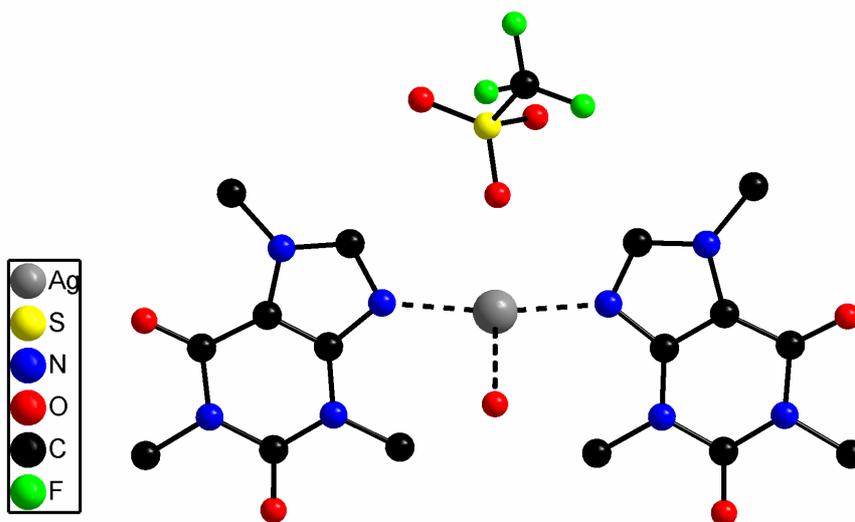


Abbildung 5.8.12: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$: Darstellung der Koordinationssphäre (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

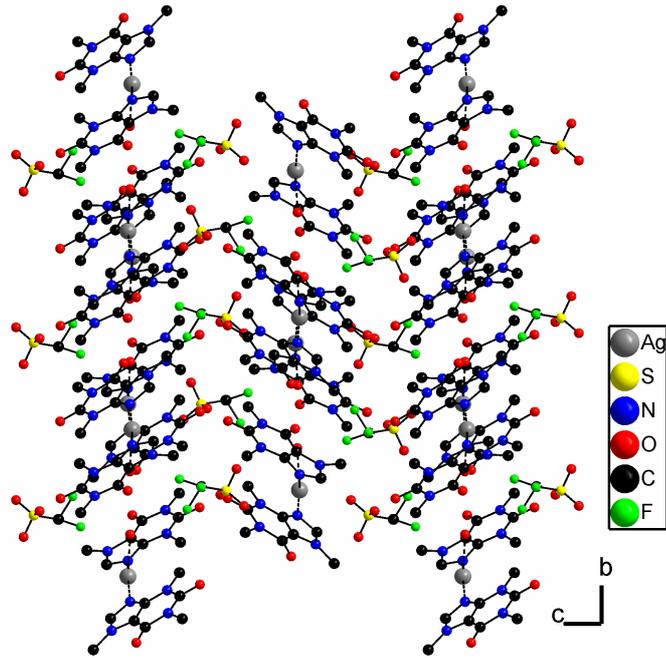


Abbildung 5.8.13: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

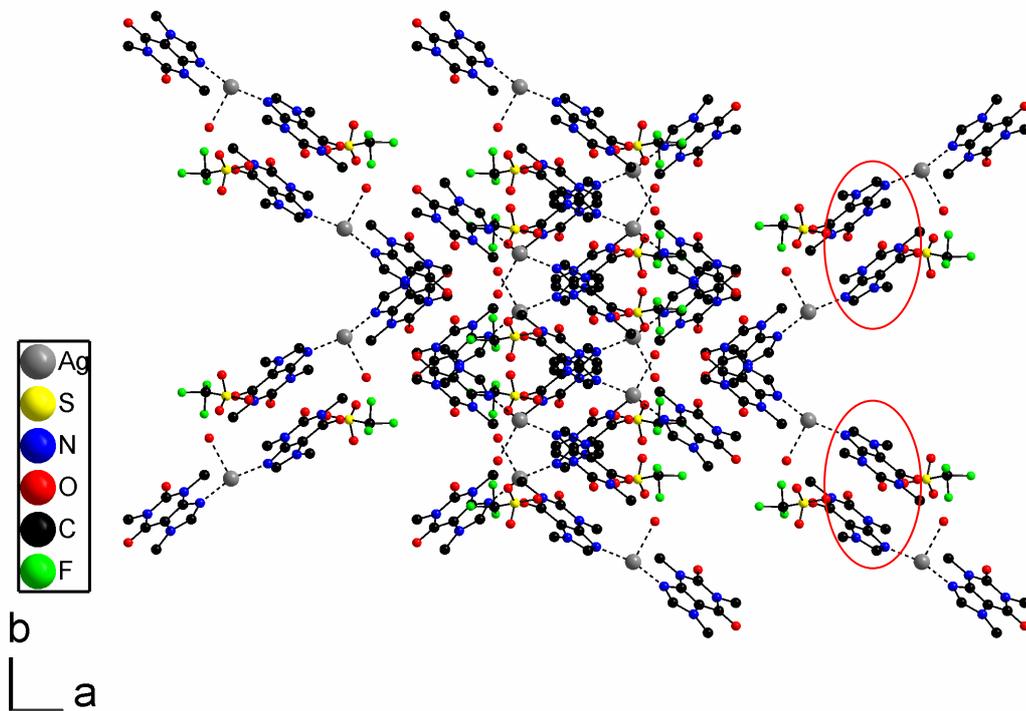


Abbildung 5.8.14: $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[001]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome)⁴.

⁴ π - π -Wechselwirkungen sind rot markiert

5.8.6 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Außer $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ weisen die in diesem Kapitel vorgestellten Strukturen, wenn man von dem gleichen Liganden absieht, keine Gemeinsamkeiten auf. $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe $Fdd2$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ triklin in der Raumgruppe $P1$, während $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ monoklin in den Raumgruppen $P2/c$ und $P2_1/c$ kristallisieren. Die Koordinationsumgebungen der Silberionen unterscheiden sich deutlich. In $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ ist Ag^+ stark verzerrt tetraedrisch umgeben von zwei Koffeinliganden und zwei Trifluoracetationen, wobei es jeweils einen kurzen Ag-Tfa-($\text{Ag1-O13} = 216,54(2)$ pm) und einen kurzen Ag-Kof-Abstand ($\text{Ag1-N14} = 217,99(2)$ pm) sowie einen langen Ag-Tfa-($\text{Ag1-O14} = 256,93(3)$ pm) und einen langen Ag-Kof-Abstand ($\text{Ag1-O12} = 263,43(4)$ pm) Abstand gibt. In $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ hingegen besteht die Koordinationssphäre des Ag^+ -Ions aus zwei Koffeinliganden mit Ag-N-Abständen von 215,8(5) und 215,3(5) pm, während in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ $[[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)]$ eine Koordinationszahl von 2+1 realisiert wird, was durch die Koordination zweier Koffeinliganden mit Ag-N-Abständen von 220,6(5) und 220,9(5) pm $[219,0(7)-220,2(7)$ pm] sowie eines Wassermoleküls mit einem Ag-O-Abstand von 251,7(7) pm $[250,6(7)$ pm] bedingt ist.

Die Koordinationssphäre des Ag^+ wird auch bei diesen Verbindungen wieder stark durch die Wahl des Anions bestimmt. In $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ übernimmt das Trifluoracetatanion seine typisch verbrückende Funktion, während in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ die schwach koordinierenden Anionen Perchlorat und Hexafluorosilicat erwartungsgemäß nicht in die Koordinationssphäre einbezogen sind.

Auch die Bindungsmodi der Koffeinliganden sind teilweise unterschiedlich. Während in $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ der Koffeinligand mit N- und O-Donoratomen an die Silberionen koordiniert, findet in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ nur eine Koordination über die Stickstoffdonoratome statt. $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$ bildet als hervorstechendes Strukturmerkmal Schichten in der ac-Ebene aus, was erst durch die verbrückende Wirkung der Trifluoracetatanionen möglich wird. Im Gegensatz dazu ist das hervorstechende Strukturmerkmal von $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ ein Treppenmotiv, das aus sich treppenartig stapelnden $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]^+$ -Einheiten besteht, während in $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ isolierte $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$ -Einheiten vorliegen, die sich versetzt stapeln, wobei diese Stapelung auf π - π -Wechselwirkungen beruht.

Tabelle 5.8.1: Ausgewählte Abstände in Ag(Kof)(Tfa), [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂, [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) und [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃).

Ausgewählte Bindung Ag-Kof	Ag(Kof)(Tfa) Bindungslänge/pm	Ausgewählte Bindung Ag-Kof	[Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung Ag-Kof	[Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄) Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung Ag-Kof	[Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃) Bindungslänge / pm
Ag1-N14	217,99(2)	Ag1-N24	215,3(5)	Ag1-N14	220,6(5)	Ag1-N24	219,0(7)
Ag1-O12	263,43(4)	Ag1-N14	215,8(5)	Ag1-N24	220,9(5)	Ag1-N14	220,2(7)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion		Kürzester Abstand Ag-Anion		Kürzester Abstand Ag-Anion		Kürzester Abstand Ag-Anion	
Ag1-O13	216,54(2)	Ag1-F3	324,3(4)	Ag1-O03	266(4)	Ag1-O01	268(1)
Ag1-O14	256,93(3)						

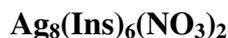
Tabelle 5.8.2: Ag(Kof)(Tfa), [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂ : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	Ag(Kof)(Tfa)	[Ag(Kof) ₂] ₂ (SiF ₆)(EtOH) ₂
Summenformel	C ₁₀ H ₁₀ Ag ₁ F ₃ N ₄ O ₄	C ₃₆ H ₅₂ Ag ₂ F ₆ N ₁₆ O ₁₀ Si ₁
Molmasse / g / mol	415,09	1226,34
a / pm	1191,7 (2)	1380,7(1)
b / pm	3224,5 (5)	959,7(1)
c / pm	1444,4 (2)	2104,0(2)
Winkel α β γ / °	90 90 90	β = 124,706(6)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	5550 (1)	2291,8(4)
Formeleinheiten	16	2
Kristallsystem	orthorhombisch	monoklin
Raumgruppe	Fdd2 (Nr.43)	P2/c (Nr.13)
Kristallform	Prisma	Quader
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-II
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200°, Δ φ = 2°	0° ≤ ω ≤ 180°, φ = 0° 0° ≤ ω ≤ 142°, φ = 90° Δω = 2°
Anzahl der Bilder	100	161
Belichtungszeit / min	5	5
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,5929 / 0,7465	0,6851 / 0,8816
Messbereich 2θ / °	3,8-56,3	1,91-54,78
Indexbereich h _{min} / max	-15 / 15	-17 / 17
k _{min} / max	-42 / 41	-12 / 12
l _{min} / max	-17 / 19	-27 / 27
F(000)	3264,0	1243,7
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,51	0,98
Dichte Dx / g / cm ³	1,987	1,777
R _{int}	0,0466	0,0589
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	12597	31404
Unabhängige Reflexe	3223	5138
Beobachtete Reflexe	2649	2804
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0460 / 0,0575	0,0794 / 0,1214
wR ₂ (beob. / alle)	0,1108 / 0,1169	0,2452 / 0,2703
S (alle)	1,056	1,132
Δρ _{min} /max / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-0,631 / 0,590	-2,624 / 1,311
Anzahl Parameter	202	326
Wichtung a / b	0,072 / 3,6145	0,1391 / 2,1336

Tabelle 5.8.3: [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄), [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃): Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](ClO ₄)	[Ag(Kof) ₂ (H ₂ O)](CF ₃ SO ₃)
Summenformel	C ₁₆ H ₂₂ AgClN ₈ O ₉	C ₁₇ H ₂₂ AgF ₃ N ₈ O ₈ S ₁
Molmasse / g / mol	613,72	663,34
a / pm	877,9(2)	1598,1(3)
b / pm	957,3(2)	894,5(1)
c / pm	1503,0(3)	1783,7(4)
Winkel α β γ / °	101,56(2) 100,17(2) 110,95(2)	β = 106,61(2)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	1112,4(4)	2443,4(7)
Formeleinheiten	2	4
Kristallsystem	triklin	monoklin
Raumgruppe	P1	P2 ₁ /c
Kristallform	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDSI	IPDSI
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200°, Δ φ = 2°	0° ≤ φ ≤ 200°, Δ φ = 2°
Anzahl der Bilder	100	100
Belichtungszeit / min	5	10
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,7890 / 0,8945	0,3882 / 0,5271
Messbereich 2θ / °	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-11 / 11	-21 / 21
k _{min} / max	-11 / 11	-10 / 10
l _{min} / max	-19 / 19	-23 / 23
F(000)	616,0	1328
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,09	0,99
Dichte Dx / g / cm ³	1,826	1,798
R _{int}	0,0481	0,1383
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	7094	23041
Unabhängige Reflexe	3580	5613
Beobachtete Reflexe	2367	1442
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0506 / 0,0792	0,0539 / 0,2049
wR ₂ (beob. / alle)	0,1390 / 0,1546	0,1069 / 0,1452
S (alle)	1,164	0,700
Δρ _{min/max} / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-0,616 / 0,932	-0,452 / 0,582
Anzahl Parameter	317	344
Wichtung a / b	0,1048 / 0	0,0520 / 0

5.9 Eine Verbindung mit Isonicotinsäure (Ins):



5.9.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ wird durch Umsetzung von Silbernitrat mit Isonicotinamid und Neodym(III)-nitrat-hexahydrat gewonnen. Dazu wird ein Autoklav mit 0,44 g (1 mmol) Nd(III)-nitrat-hexahydrat, 0,17 g (1 mmol) Silbernitrat und 0,12 g (1 mmol) Isonicotinamid befüllt und in einen Trockenschrank gestellt, wobei folgendes Temperaturprogramm durchlaufen wird:

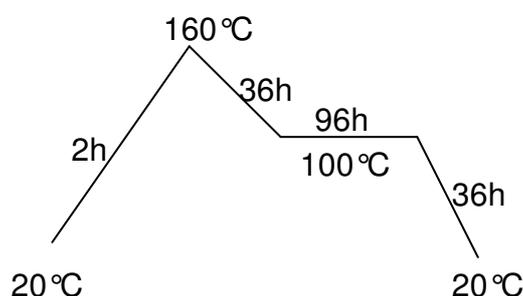


Abbildung 5.9.1: Temperaturprogramm der Synthese von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$.

Kristalle der Zusammensetzung $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ kristallisieren in farblosen Nadeln. Wie die Zugabe von Neodym(III)-nitrat-hexahydrat zeigt, war die Synthese von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ nicht beabsichtigt. Es stand die Synthese eines bimetallischen Komplexes im Vordergrund, was allerdings nicht realisiert werden konnte. Das Produkt wurde durch Einkristall- und Röntgenpulverdiffraktometrie sowie durch IR-Spektroskopie analysiert. Erst nach Fertigstellung dieser Arbeit wurde festgestellt, dass sich unter den hydrothermalen Synthesebedingungen das Edukt Isonicotinamid in das Isonicotinat-Anion umgewandelt hat. Die hier dargestellte Verbindung besitzt daher vermutlich nicht die Zusammensetzung $\text{Ag}_8(\text{Ina})_6(\text{NO}_3)_2$, sondern $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$. Für diese Annahme spricht die μ_2 -verbrückende Wirkung des Liganden, als auch die Zusammensetzung der Verbindung. $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ ist allerdings eine bekannte Verbindung, die bereits 2005 von *Xie* und *Bie* dargestellt wurde [84].

5.9.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ ⁵

$\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ kristallisiert in der triklinen Raumgruppe P1 (Nr. 2) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Kristallstruktur enthält acht kristallographisch unterscheidbare Silberlagen, wobei drei unterschiedliche Koordinationssphären (2+1, 3+2, 6) der Silberionen beobachtet werden, sowie sechs kristallographisch unterschiedliche Isonicotinatliganden. Von den acht kristallographisch unterschiedlichen Silberlagen sind vier Silberionen von 2+1 Liganden koordiniert, zwei Silberionen weisen die Koordinationszahl 3+2 auf, während zwei Silberionen sechsfach koordiniert werden. Die Silberionen, die eine 2+1-Koordination aufweisen (Ag1, Ag3, Ag4, Ag6), werden von drei Isonicotinatliganden koordiniert, allerdings in unterschiedlicher Weise (Abbildung 5.9.2). Ag1 wird von einem Ringstickstoffdonoratom (Ag1-N11 = 214(1) pm), sowie von zwei Sauerstoffdonoratom der Carboxylatgruppe (Ag1-O61 = 257(1) pm / Ag1-O222 = 213(1) pm) koordiniert. Ag3, Ag4 und Ag6 hingegen werden von einem Ringstickstoffdonoratom (Ag3-N31 = 220(1) pm / Ag4-N21 = 215(1) pm / Ag6-N41 = 218(1) pm) und zwei Carboxylatsauerstoffatomen zweier unterschiedlicher Liganden (Ag3-O942 = 213(1) pm, Ag3-O62 = 252(1) pm / Ag4-O012 = 214,3(9) pm, Ag4-O952 = 257(1) pm / Ag6-O32 = 212,8(8) pm, Ag6-O51 = 256(1) pm) koordiniert.

Die Tatsache, dass es in den Koordinationssphären von Ag1, Ag3, Ag4 und Ag6 jeweils zwei kürzere und einen langen Abstand gibt, unterstützt die Behauptung einer 2+1 Koordination, wobei die beiden kürzeren Abstände in Bereichen liegen, die für eine Zweier-Koordinationssphäre typisch sind. Die Koordinationszahl zwei würde aber eine lineare Koordination bedingen; die Winkel zwischen den beiden Ligandatom und Silber betragen aber nicht 180°, sondern liegen in einem Bereich von 164,0(4)-168,9(4)°, was für eine weitere Koordinationsstelle spricht.

Zwei Silberionen (Ag5, Ag7) der asymmetrischen Einheit weisen die Koordinationszahl 3+2 auf, wobei die Koordination durch zwei unterschiedliche Isonicotinatliganden und zwei Nitrationen erfolgt (Abbildung 5.9.3). Jedes Nitration ist η^1 -gebunden mit Ag-O-Abständen von 265(1)-270(1) pm (Ag5-O1 = 268(1) pm, Ag5-O5 = 270(1) pm, Ag7-O2). Des Weiteren koordiniert ein Isonicotinatligand η^1 mit seinem Ringstickstoffatom und Ag-N-Abständen von 214(1) bzw. 215(1) pm, während der zweite Isonicotinatligand mit seinen O-Donoratomen der Carboxylatfunktion η^2 -koordinierend wirkt (Ag5-O61 = 245(1) pm, Ag5-O62 = 238,2(9) pm).

⁵ Diese Verbindung wurde bereits 2005 von Xie und Bie erstmals dargestellt [84].

pm, Ag7–O51 = 240,1(9) pm, Ag7–O952 = 241(1) pm). Da die Nitrationen eher schwach gebunden sind, was die weiten Ag-O-Abstände belegen, wird diese Koordinationssphäre als 3+2-Koordination beschrieben.

Neben diesen beiden erläuterten Koordinationssphären weist $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ auch die Koordinationszahl 6 (Ag2 und Ag8) auf (Abbildung 5.9.4). Dabei koordinieren vier Isonicotinatliganden η^1 , ein Nitrat koordiniert η^2 . Das Nitration koordiniert eher schwach mit Ag-O-Abständen von 277(1)-283(2) pm. Vielleicht könnte es sinnvoll sein, diese komplizierte Koordination aufgrund der großen Abstandsbandbreite als 2+2+2 zu diskutieren.

Betrachtet man nur das Koordinationsverhalten der Isonicotinatliganden, so fällt auf, dass es in der Struktur zwei unterschiedliche Koordinationsmoden gibt: μ_3 und μ_6 (Abbildung 5.9.5). Die Kristallstruktur besteht aus Schichten in der ac-Ebene, die entlang der Flächendiagonalen gegeneinander verschoben sind, um eine möglichst große Raumausnutzung zu erreichen (Abbildung 5.9.6). Innerhalb dieser Schichten verlaufen Ag^+ - NO_3^- -Ketten mit Ag-O-Abständen von 264,50(3)-283,37(4) pm, wobei parallel verlaufende Ketten gegenläufig sind (Abbildung 5.9.7).

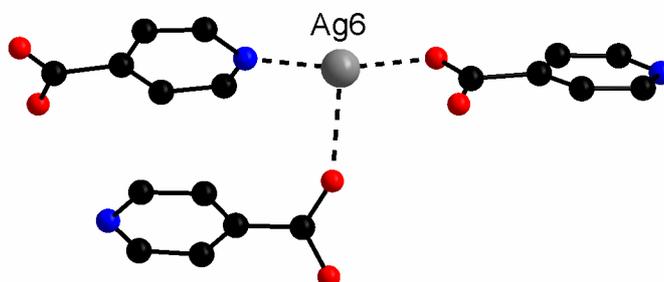


Abbildung 5.9.2: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Ein Beispiel für die Koordinationszahl 2+1 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

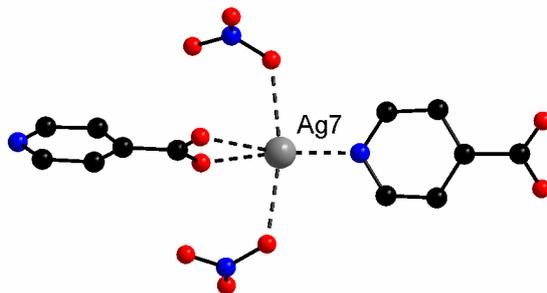


Abbildung 5.9.3: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Ein Beispiel für die Koordinationszahl 3+2 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

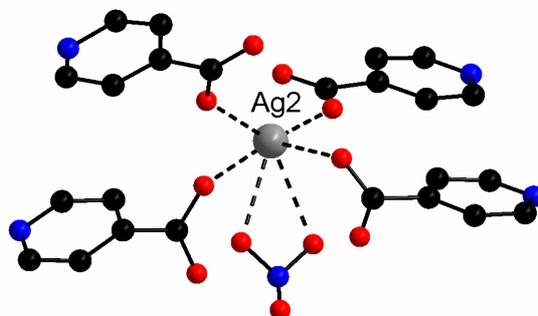


Abbildung 5.9.4: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Ein Beispiel für die Koordinationszahl 6 bzw. 2+2+2 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

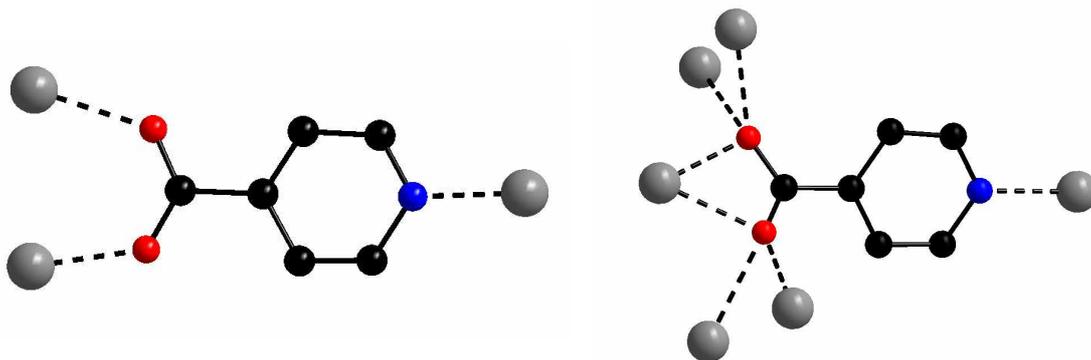


Abbildung 5.9.5: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Vergleich der Koordinationsmoden μ_3 und μ_6 (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

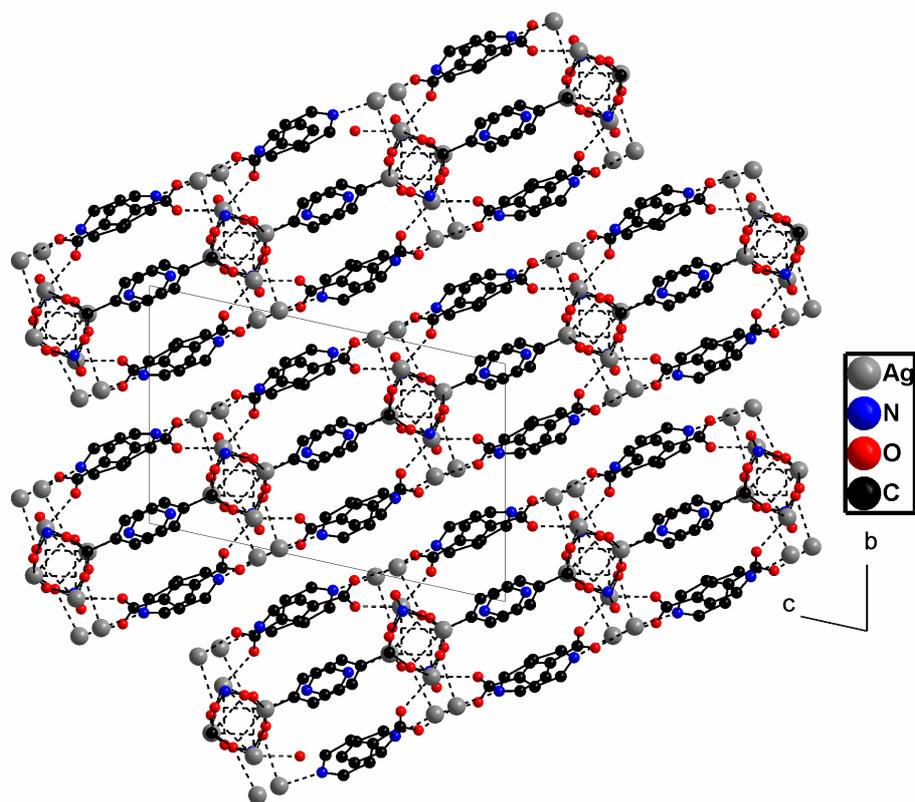


Abbildung 5.9.6: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Darstellung der Elementarzelle entlang [100] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

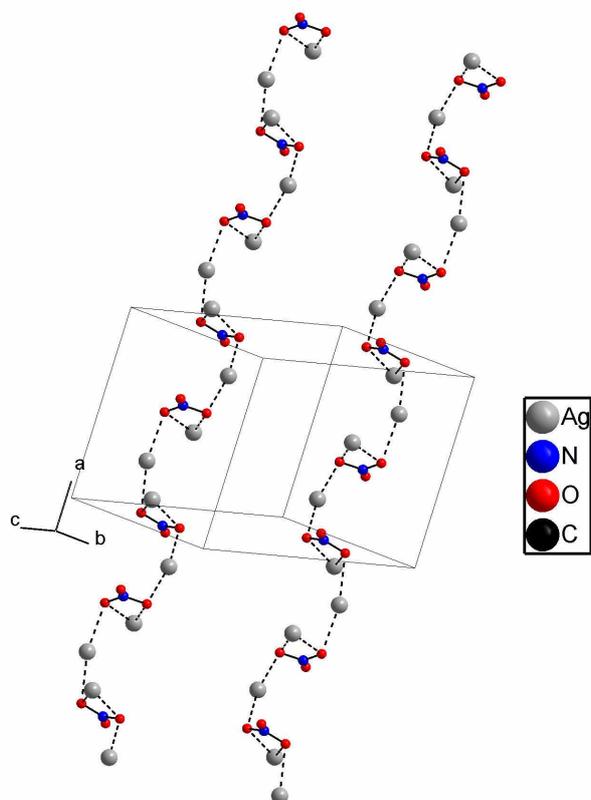


Abbildung 5.9.7: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Darstellung gegenläufiger Silbernitratketten, die entlang [100] verlaufen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 5.9.1: Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$.

Ausgewählte Bindung Ag-Ins	$\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ Bindungslänge / pm
Ag1-N11	214(1)
Ag1-O222	213(1)
Ag1-O61	257(1)
Ag2-O952	258(1)
Ag2-O62	267(1)
Ag2-O42	227,9(9)
Ag2-O12	227(1)
Ag3-N31	220(1)
Ag3-O942	213(1)
Ag3-O62	252(1)
Ag4-O012	214,3(9)
Ag4-N21	215(1)
Ag4-O952	257(1)
Ag5-N51	214(1)
Ag5-O61	245(1)
Ag5-O62	238,2(9)
Ag6-N41	218(1)
Ag6-O32	212,8(8)
Ag6-O51	256(1)
Ag7-N61	215(1)
Ag7-O952	241(1)
Ag7-O51	240,1(9)
Ag8-O22	225(1)
Ag8-O51	264(1)
Ag8-O61	259(1)
Ag8-O932	226(1)
Ausgewählte Abstände Ag-Nitrat	$\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ Bindungslänge / pm
Ag2-O1	280(2)
Ag2-O2	277(1)
Ag5-O1	268(1)
Ag5-O5	270(1)
Ag7-O2	269(1)
Ag7-O4	265(1)
Ag8-O4	283(2)
Ag8-O5	281(2)

5.9.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$

In Abbildung 5.9.8 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung gegenübergestellt. Da Lage und Intensitäten der Reflexe übereinstimmen, kann von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

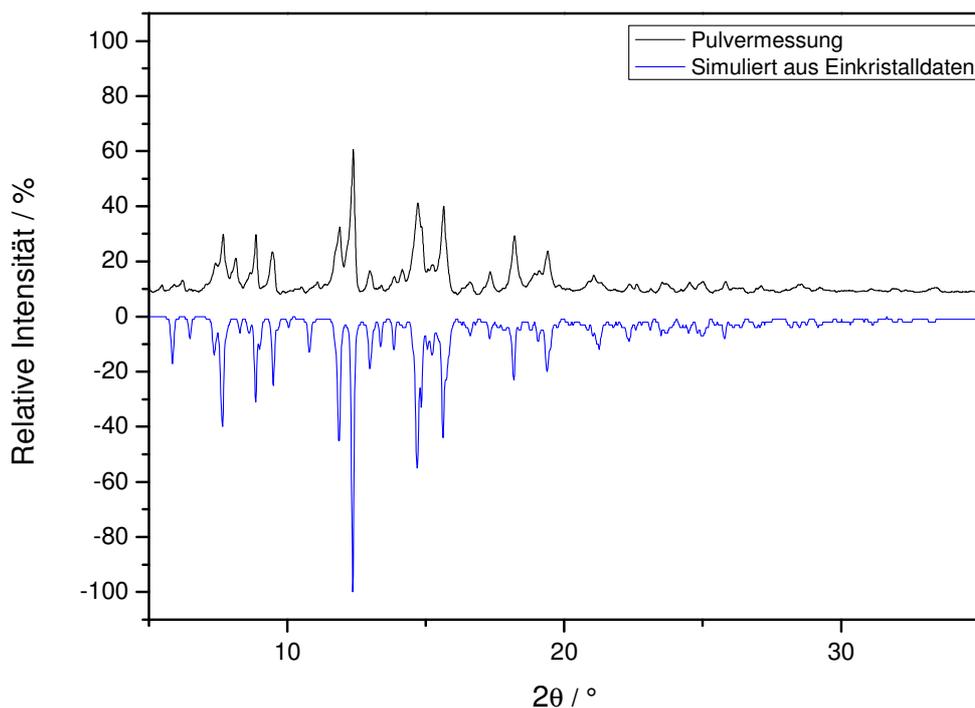
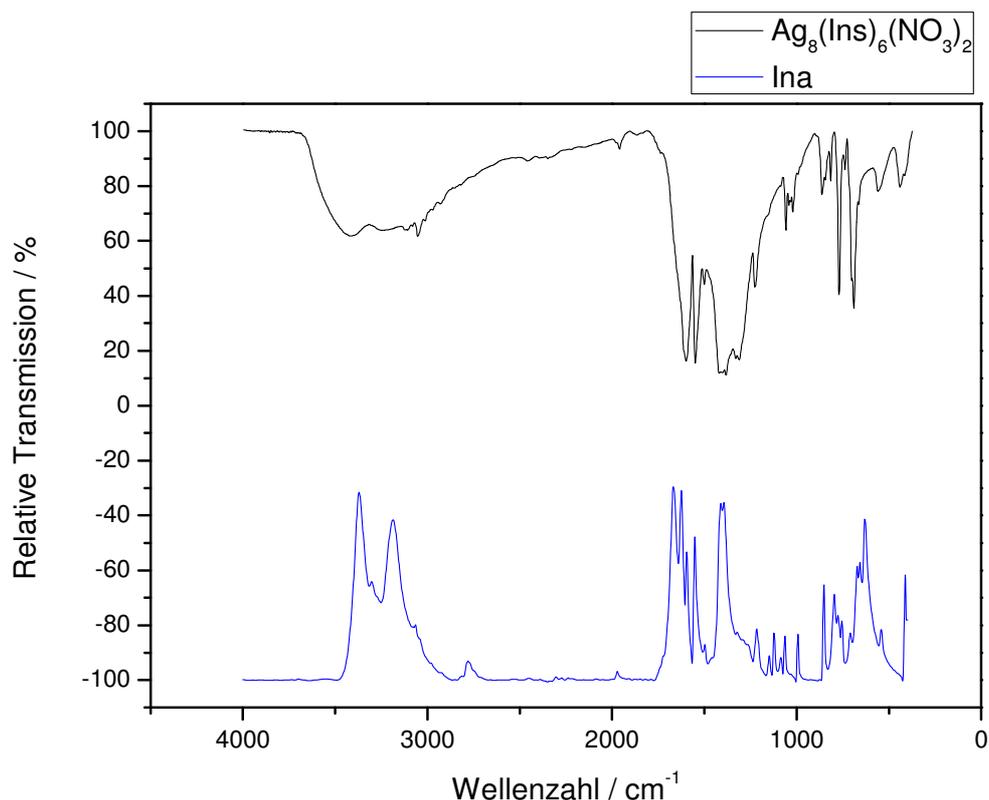


Abbildung 5.9.8: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung.

5.9.4 MIR-Spektroskopie an $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$

Zur weiteren Unterstützung des Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$ und Ina aufgenommen und einander gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt keine eindeutigen N-H Banden, die dem Liganden Ina zugeordnet werden können, allerdings die typischen Nitratbanden. Des Weiteren ist die Carbonylschwingungsbande im IR-Spektrum der Probe im Vergleich zum Liganden zu niedrigen Wellenzahlen verschoben, was ein Indiz für die Koordination der Carbonylgruppe ist.


 Abbildung 5.9.9: MIR-Spektrum von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$.

IR (KBr, cm^{-1}): 3413,1(m), 3238,4(m), 3112,4(m), 3045,2(m), 2982,2(w), 2923,5(w), 2451,1(w), 1964,3(w), 1603,5(s), 1556,2(s), 1504,7(m), 1417,4(s), 1388,7(s), 1331,5(s), 1305,7(s), 1224,1(m), 1056,6(m), 1023,6(m), 864,7(m), 817,5(m), 771,7(s), 691,5(s), 565,5(m), 446,7(m).

 Tabelle 5.9.2 Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums von $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (O-H)	$\approx 3413,1$
ν (Aryl-H)	$\approx 3112,4; 3045,2$
ν (C=O)	$\approx 1603,5$
ν (C=C)	$\approx 1556,2; 1504,7$
ν (N=O)	$\approx 1417,4; 1388,7; 1331,5; 864,7$
γ (C-H)	$\approx 817,5; 771,7$

Tabelle 5.9.3: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$
Summenformel	$\text{C}_{36}\text{H}_{24}\text{Ag}_8\text{N}_8\text{O}_{18}$
Molmasse / g / mol	1719,59
Gitterparameter a / pm	1098,2(2)
Gitterparameter b / pm	1161,9(2)
Gitterparameter c / pm	1736,1(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	75,82(1), 80,96(1), 76,40(1)
Zellvolumen / 10^6 pm^3	2075,9(5)
Formeleinheiten	2
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P1 (Nr.2)
Kristallform	Säule
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-II
Messgeometrie	$0^\circ \leq \omega \leq 180^\circ, \varphi = 0^\circ$ $0^\circ \leq \omega \leq 88^\circ, \varphi = 90^\circ$ $\Delta\omega = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	134
Belichtungszeit / min	5
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\min / \max}$	0,2268 / 0,5096
Messbereich $2\theta / ^\circ$	1,91-54,78
Indexbereich $h_{\min / \max}$	-14 / 14
$k_{\min / \max}$	-14 / 14
$l_{\min / \max}$	-20 / 20
F(000)	1644,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	3,77
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,751
R_{int}	0,0498
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	23873
Unabhängige Reflexe	9090
Beobachtete Reflexe	6254
σ -Schranke	[$I > 2 \sigma(I)$]
R_1 (beob. / alle)	0,0927 / 0,1168
wR_2 (beob. / alle)	0,2489 / 0,2610
S (alle)	1,073
$\Delta\rho_{\min/\max} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-1,387 / 7,743
Anzahl Parameter	636
Wichtung a / b	0,1419 / 32,332795

5.10 Verbindungen mit Cytosin (Cyt):



5.10.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$ wird durch Lösen von 0,55 g (5 mmol) Cytosin und 0,97 g (5 mmol) Silbertetrafluoroborat in 60 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von zwei Wochen konnten durch isothermes Verdampfen aus der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Aufgrund der offensichtlichen Phasenunreinheit des Ansatzes konnte das Produkt jedoch weiter analysiert werden.

5.10.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$

$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Analog zu $[\text{Ag}(\text{Kof})_2]_2(\text{SiF}_6)(\text{EtOH})_2$ ist das hervorstechende Motiv dieser Kristallstruktur die $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]^+$ -Einheit, die entweder in dieser Form, oder in Form von $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]^+(\text{EtOH})$ -Einheiten auftaucht. Dies deutet bereits auf die Koordinationsumgebung der Silberionen hin. Es sind zwei kristallographisch unterschiedliche Silberlagen, Ag1 und Ag2, vorhanden. Ag1 ist zweifach von Cytosinliganden mit Abständen von 212,55(4) und 213,72(5) pm koordiniert, was typische Abstände für die Koordinationszahl 2 sind (Abbildung 5.10.1). Der Winkel zwischen diesen beiden Cytosinliganden und Ag1 beträgt allerdings nicht 180° , sondern $158,63(1)^\circ$. Diese Verzerrung der linearen Struktur deutet auf den Einfluss weiterer Moleküle oder Ionen als Liganden hin. In diesem Fall ist das Tetrafluoroboratanion für diese Verzerrung verantwortlich. Allerdings kann nicht von einer Koordination des Anions ausgegangen werden, da der kürzeste Abstand zwischen Ag^+ und dem Tetrafluoroboratanion 284,97(5) pm beträgt, was für eine Koordination zu groß ist.

Im Gegensatz dazu weist Ag2 eine Koordinationszahl von 2+1 auf (Abbildung 5.10.1). Neben zwei Cytosinliganden mit Ag-N-Abständen von 214,83(4) und 218,67(6) pm wird das Silberion durch ein Ethanolmolekül koordiniert, allerdings in einem weiten Abstand von 259,10(5) pm. Auch der Winkel zwischen den beiden Cytosinliganden und Ag2 deutet mit $151,58(1)^\circ$ auf eine Koordination des Lösemittelmoleküls hin. Die $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]^+$ -Einheiten stapeln sich entlang [001] und alternieren entlang [010], wobei dazwischen die Tetrafluoroborationen angeordnet sind. Innerhalb dieser einzelnen Stapel folgen immer auf

zwei $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]^+$ -Einheiten zwei $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]^+(\text{EtOH})$ -Einheiten, wobei sich die Lösemittelmoleküle immer transständig zueinander anordnen (Abbildung 5.10.3). Des Weiteren scheinen auch hier π - π -Wechselwirkungen eine Rolle zu spielen. Der kürzeste Abstand zweier Ringsysteme zueinander beträgt 339(2) pm und liegt damit im typischen Abstandsbereich für supramolekulare Wechselwirkungen [83].

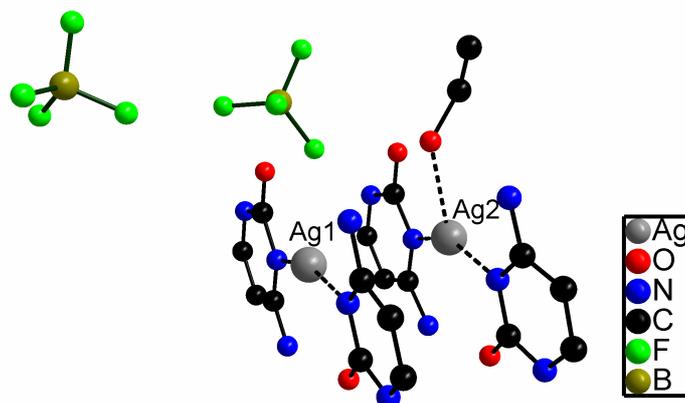


Abbildung 5.10.1: $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$: Darstellung der Koordinationsumgebung der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

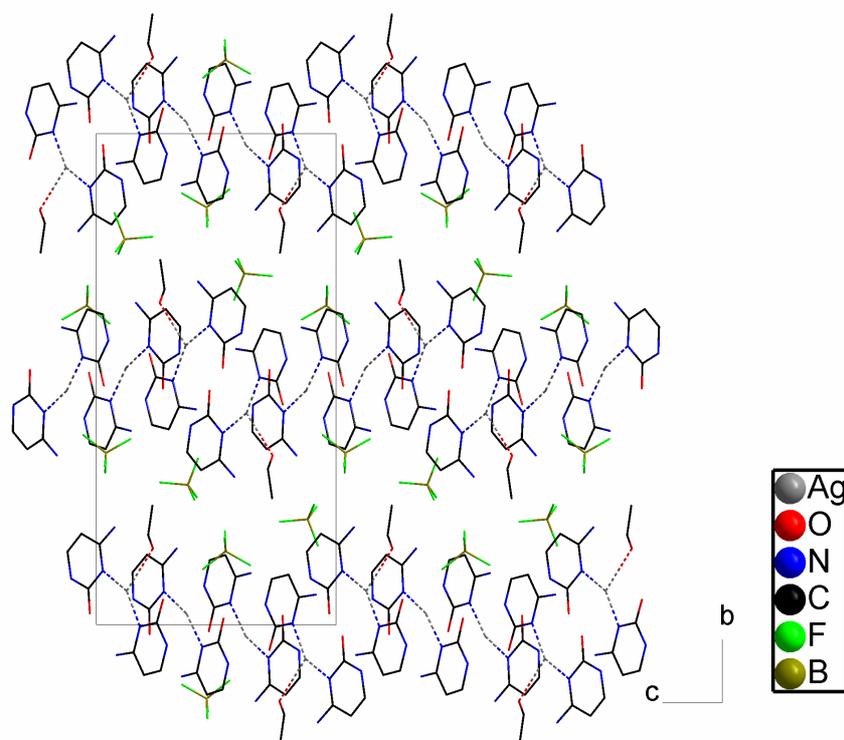


Abbildung 5.10.2: $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

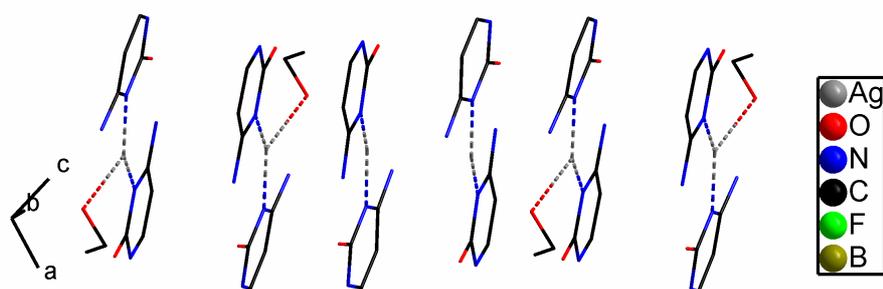


Abbildung 5.10.3: $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$: Ausschnitt aus einer Stapelabfolge (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 5.10.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$ Bindungslänge / pm
Ag-Cyt	
Ag1-N13	212,55(4)
Ag1-N23	213,72(5)
Ag2-N33	218,67(6)
Ag2-N43	214,83(4)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F12	284,97(5)

Tabelle 5.10.2: $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$
Summenformel	$\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{Ag}_2\text{B}_2\text{F}_8\text{N}_{32}\text{O}_5$
Molmasse / g / mol	879,86
a / pm	1012,8(5)
b / pm	2434,3(5)
c / pm	1246,8(5)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 108,482(5)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	2915(2)
Formeleinheiten	4
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$ (Nr.14)
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	170
Messgerät	IPDS-II
Messgeometrie	$0^\circ \leq \omega \leq 180^\circ, \varphi = 0^\circ$ $0^\circ \leq \omega \leq 48^\circ, \varphi = 90^\circ$ $\Delta\omega = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	114
Belichtungszeit / min	8
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,7904 / 0,8843
Messbereich $2\theta / ^\circ$	1,91-54,78
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-12 / 12
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-30 / 31
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-16 / 16
F(000)	1736,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	1,45
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,005
R_{int}	0,1202
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	22237
Unabhängige Reflexe	6339
Beobachtete Reflexe	2108
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0366 / 0,1522
wR_2 (beob. / alle)	0,0401 / 0,0548
S (alle)	0,558
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e}\cdot\text{pm}^{-3}$	-0,899 / 0,545
Anzahl Parameter	431
Wichtung a / b	0/0

6. Silberkomplexe mit unterschiedlich großen Kronenethern und deren Auswirkungen auf die Molekülstruktur

6.1 Verbindungen mit 15-Krone-5 (15K5):



6.1.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

Sowohl $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ als auch $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ werden durch Lösen von 0,11 g (0,5 mmol) 15K5 und 0,17 g (0,5 mmol) Silberhexafluoroantimonat bzw. 0,12 g (0,5 mmol) Silberhexafluorophosphat in 40 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen aus den beiden Lösungen für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Die beiden Produkte wurden desweiteren mittels IR-Spektroskopie und Pulverdiffraktometrie analysiert.

6.1.2 Beschreibung der Kristallstrukturen von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)^6$ (I) und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ (II)

$[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ kristallisieren monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle. Die Kristallstrukturen bestehen aus sandwichartigen $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$ -Einheiten, die sich entlang $[001]$ stapeln (Abbildungen 6.1.1 und 6.1.4). Innerhalb dieser Sandwiche ist Ag^+ siebenfach koordiniert und zwar durch fünf Sauerstoffatome des einen Kronenethers [$I = \text{Ag}-\text{O} = 249,8(9)-266,1(4)$ pm, $II = \text{Ag}-\text{O} = 250,2(9)-268,3(4)$ pm], durch ein Sauerstoffatom des anderen Kronenethers [$I = \text{Ag1}-\text{O25} = 273,6(7)$ pm, $II = \text{Ag1}-\text{O25} = 277,7(7)$ pm] und durch ein Wassermolekül [$I = \text{Ag1}-\text{O1} = 236,4(4)$ pm, $II = \text{Ag1}-\text{O1} = 236,3(4)$ pm]. Die langen Ag-O-Abstände resultieren aus der schwachen Donoraktivität, die die harten Ether-Sauerstoffatome gegenüber den weichen Ag^+ -Ionen aufweisen [21]. 15-Krone-5-Komplexe mit harten Na^+ -Ionen zeigen hingegen deutlich kürzere Na-O Abstände, die zwischen 214 und 256 pm variieren [85].

Die Sandwichbildung ist ein für Silberkomplexe mit 15-Krone-5 typisches Verhalten. 1:2-Strukturen treten bevorzugt auf, wenn Q ($\varnothing_{\text{Kronenether}} / \varnothing_{\text{Ag}^+}$) Werte deutlich unter 1 annimmt.

⁶Aufgrund der Isotypie von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ wird $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ als I und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ als II bezeichnet.

Alle Liganden, die einen kleineren Durchmesser als das Ag^+ -Ion haben, sind in der Lage, Komplexe der Zusammensetzung Ligand zu Kation 2:1 zu bilden [16]. Das Ag^+ -Ion ist mit einem Ionendurchmesser von 252 pm etwas zu groß für den Hohlraum von 15-Krone-5, der zwischen 170 und 220 pm liegt [19]. Allerdings hat der zweite Kronenether nur geringe Möglichkeiten, mit dem bereits durch den ersten Kronenether komplexierten Ion in Wechselwirkung zu treten, da der Ionendurchmesser von Ag^+ nicht deutlich größer ist als der Hohlraum von 15-Krone-5. Die Bildung des 1:2-Komplexes ist aber gegenüber dem 1:1-Komplex durch einen Entropieeffekt begünstigt, da die Koordination des zweiten Kronenethers zur Freisetzung an das Silberion gebundener Solvensmoleküle führt [16]. Legt man innerhalb dieser sandwichartigen Einheiten in jedem der beiden Kronenether eine Ausgleichsebene durch die Sauerstoffatome, so sieht man, dass die Silberionen 106 pm (I) bzw. 102 pm (II) oberhalb der Ebene des stärker koordinierenden Kronenethers sitzen. Bestimmt man den Winkel zwischen diesen beiden Ebenen, so erkennt man, dass die beiden Kronenether in einem Winkel von $46,6(1)^\circ$ (I) / $47,5(1)^\circ$ (II) zueinander geneigt sind (Abbildung 6.1.2). Dies ist durch die Koordination des Wassermoleküls an das Silberion bedingt. Der Sandwich ist gezwungen, sich zu der Seite zu öffnen, von der das Wassermolekül koordiniert. Das als Anion in dieser Struktur fungierende Hexafluoroantimonat (I) / Hexafluorophosphat (II) koordiniert erwartungsgemäß nicht an das Silberkation. Der kürzeste Silber-Fluor-Abstand liegt bei 582,3(7) pm (I) / 589,1(7) pm (II), was sehr weit entfernt ist. Die Koordinationssphäre des Silberkations ist bereits durch die beiden Kronenether und das Wassermolekül gesättigt. Des Weiteren wird die Ladung des Silberkations durch die großen, sperrigen Liganden effizient abgeschirmt.

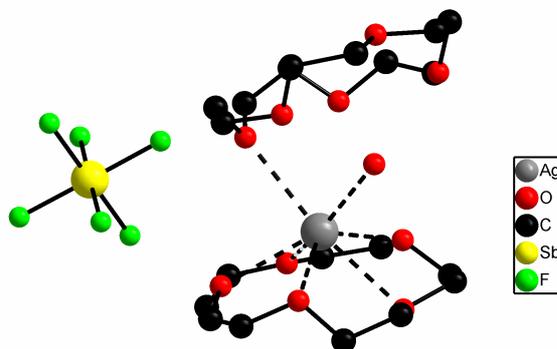


Abbildung 6.1.1: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)^7$: Darstellung der Koordinationssphäre des Silberions (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

⁷ Aufgrund der Isotypie von I und II werden an dieser Stelle nur Bilder von I gezeigt.

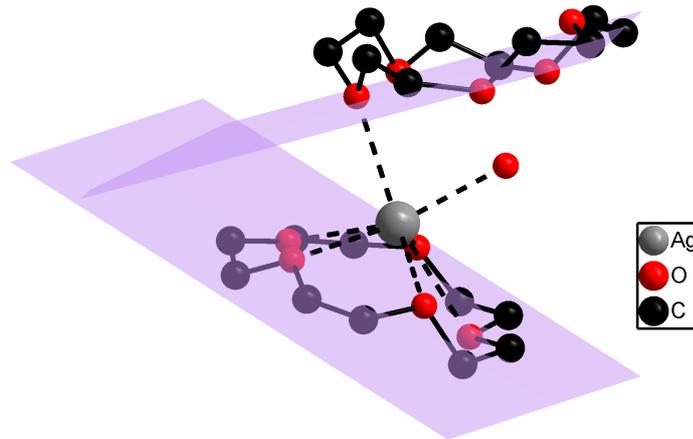


Abbildung 6.1.2: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Darstellung der Koordinationssphäre des Silberions inklusive Ausgleichsebenen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

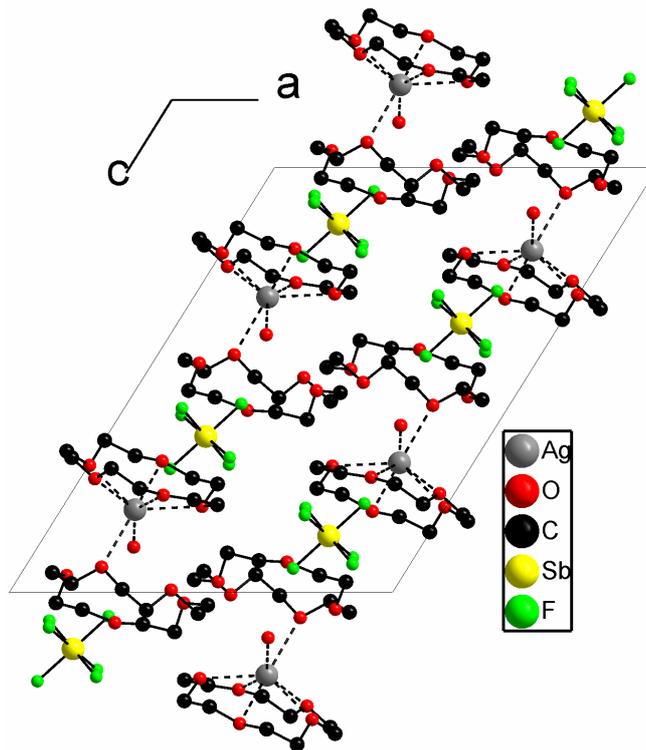


Abbildung 6.1.3: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

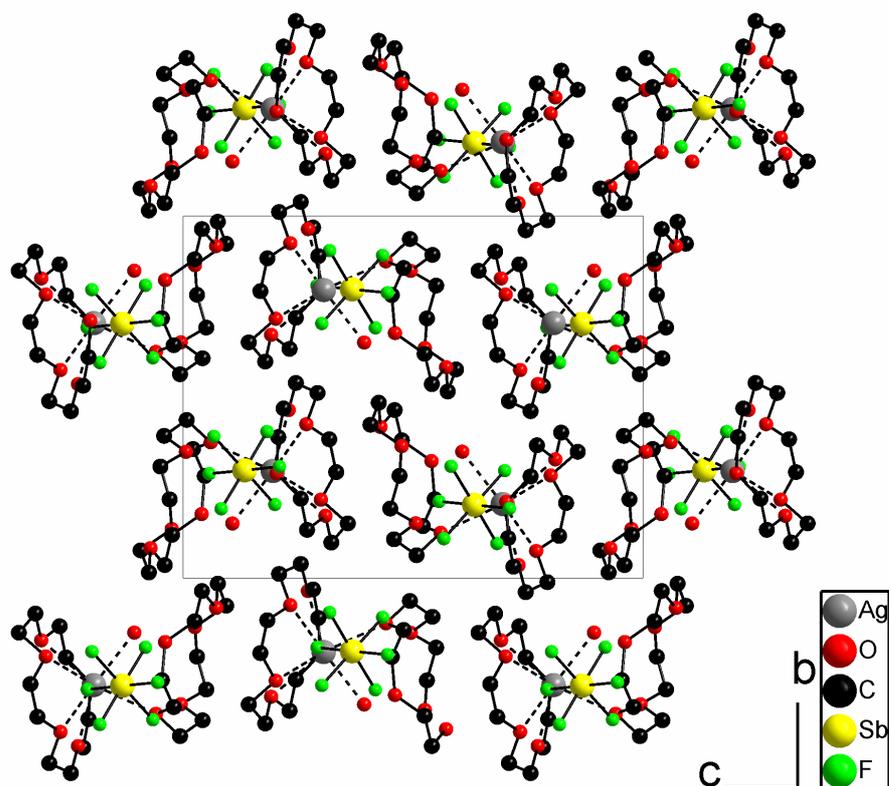


Abbildung 6.1.4: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 6.1.1: Ausgewählte Bindungslängen in I und II.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ Bindungslänge / pm	$[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ Bindungslänge / pm
Ag-15K5		
Ag1-O14	249,8(9)	264,4(4)
Ag1-O13	253,7(6)	255,1(6)
Ag1-O15	255,6(6)	268,3(4)
Ag1-O11	262,4(5)	254,8(5)
Ag1-O12	266,1(4)	250,2(9)
Ag1-O25	273,6(7)	277,7(7)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion		
Ag1-F5	582,3(7)	589,1(7)

6.1.3 Röntgenpulverdiffraktometrie an $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$

In Abbildung 6.1.5 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung gegenübergestellt. Da Lage und Intensitäten der Hauptreflexe übereinstimmen, kann von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt ausgegangen werden.

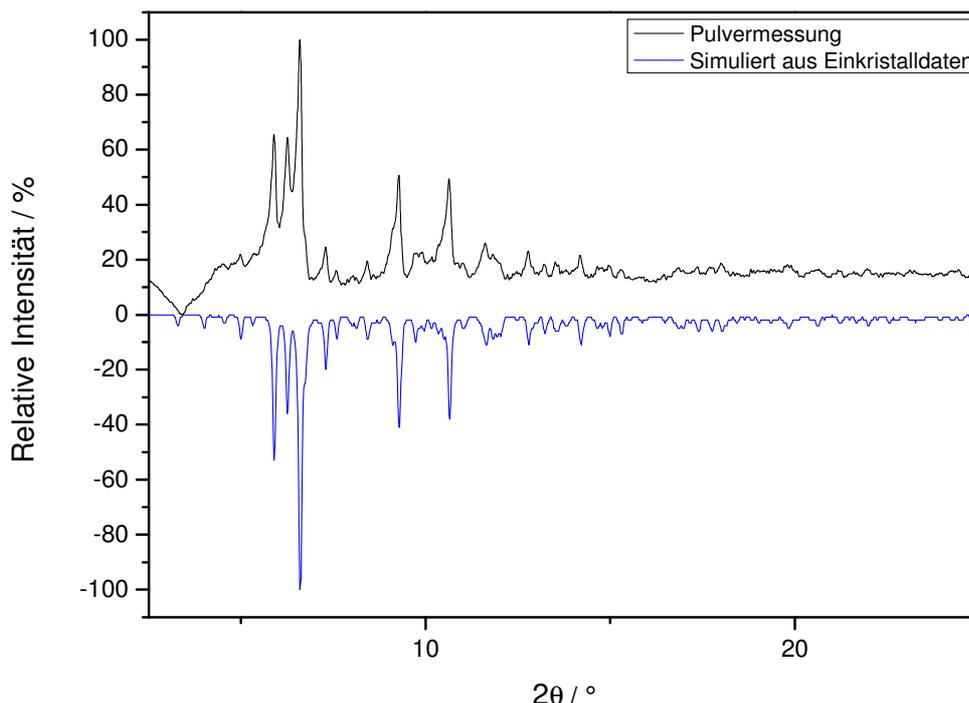


Abbildung 6.1.5: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung.

6.1.4 MIR-Spektroskopie an $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und 15K5 aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Kronenether 15-Krone-5 zugeordnet werden können, als auch die typische Sb-F-Schwingungsbande. Dies kann als weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell gedeutet werden.

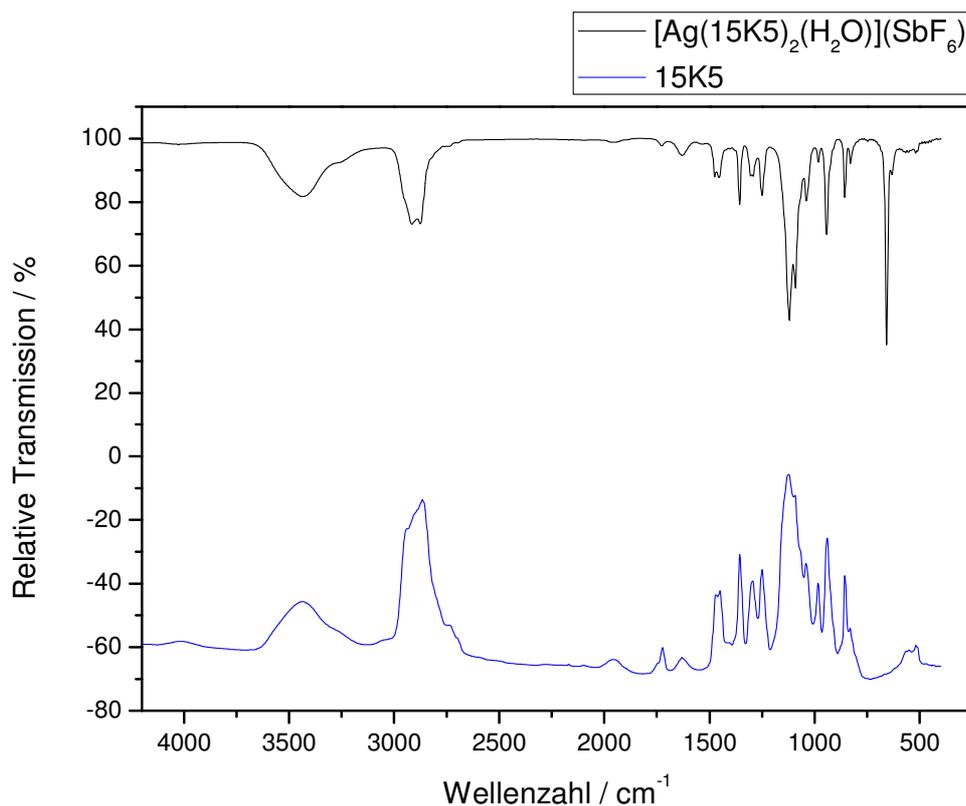


Abbildung 6.1.6: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und 15K5.

IR (KBr, cm^{-1}): 3440,5(s), 2921,7(s), 2877,3(s), 1724,1(w), 1631,5(w), 1477,2(m), 1448,3(m), 1357,7(m), 1299,8(m), 1253,5(m), 1128,2(s), 1087,7(s), 1041,4(m), 979,7(w), 941,1(s), 854,3(m), 825,4(w), 657,6(s).

Tabelle 6.1.2: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (OH)	$\approx 3440,5$
ν (CH)	$\approx 2921,7; 2877,3$
ν (C-O-C)	$\approx 1128,2; 1087,7$
ν (Sb-F)	$\approx 657,6$

6.1.5 DTA/TG-Messung an $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$

Diese Messung wurde durchgeführt um zu überprüfen, ob es möglich ist, das Kristallwasser aus der Probe auszutreiben, ohne den Komplex zu zerstören. Die DTA/TG-Daten zeigen, dass dies nicht möglich ist.

Abbildung 6.1.7 zeigt die Auftragung der DTA-Daten und der prozentualen Masse gegen die Temperatur. Es sind drei endotherme Peaks bei 143°C , 225°C und bei 248°C zu erkennen. Der zweite Peak bei 248°C geht mit einem Massenverlust einher und ist eindeutig der Zersetzung der Probe zuzuschreiben. Die ersten beiden Peaks bei 143°C und 225°C sind schwierig zu deuten. Da sie endothermer Natur sind und kein Massenverlust stattfindet, könnte es sich bei einem dieser beiden Peaks um den Schmelzpunkt der Substanz handeln. Desweiteren könnte eine Phasenumwandlung stattfinden. Dies gilt es in weiteren Untersuchungen zu überprüfen.

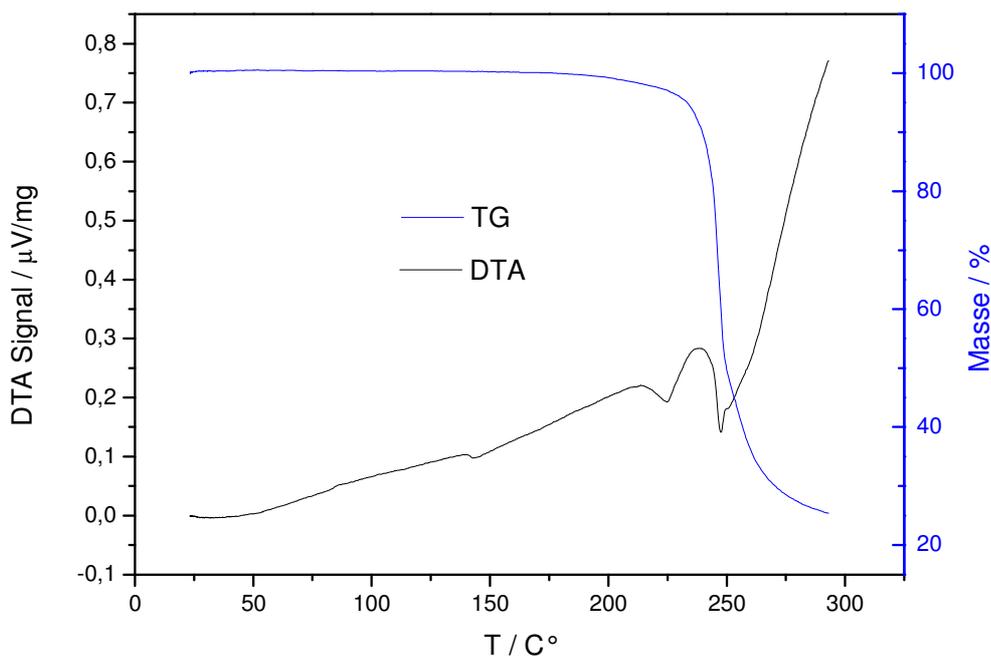


Abbildung 6.1.7: DTA-Signal und prozentuale Masse aufgetragen gegen die Temperatur.

6.1.6 Röntgenpulverdiffraktometrie an $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$

In Abbildung 6.1.8 ist das gemessene dem aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramm von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung gegenübergestellt. Lage und Intensitäten der Hauptreflexe können zwar zugeordnet werden, allerdings kann aufgrund vieler, intensiver Fremdreflexe nicht von einem röntgenographisch phasenreinen Produkt gesprochen werden.

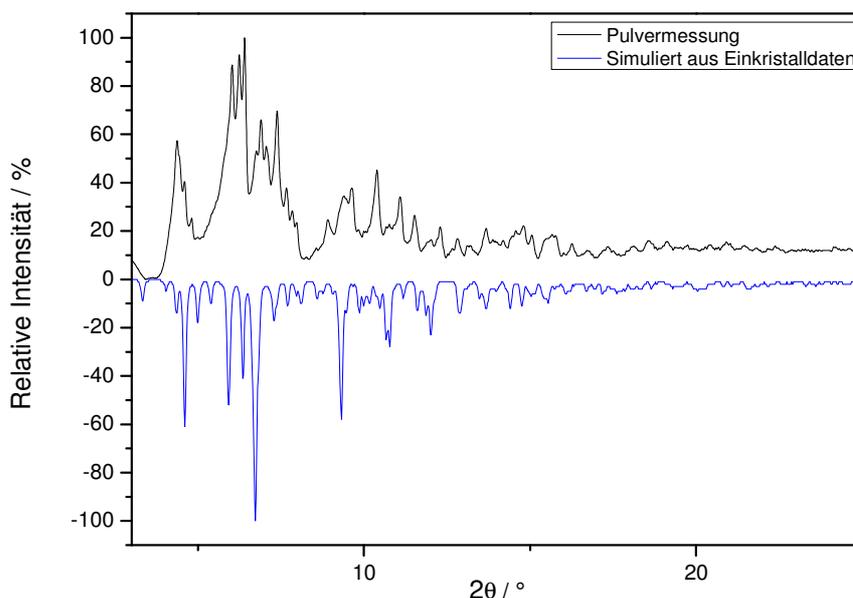


Abbildung 6.1.8: Gegenüberstellung des gemessenen und aus Einkristalldaten berechneten Pulverdiffraktogramms von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ unter Verwendung von MoK_α -Strahlung.

6.1.7 MIR-Spektroskopie an $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und 15K5 aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Kronenether 15-Krone-5 zugeordnet werden können, als auch die typischen P-F Schwingungsbanden. Dies kann als weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell gedeutet werden.

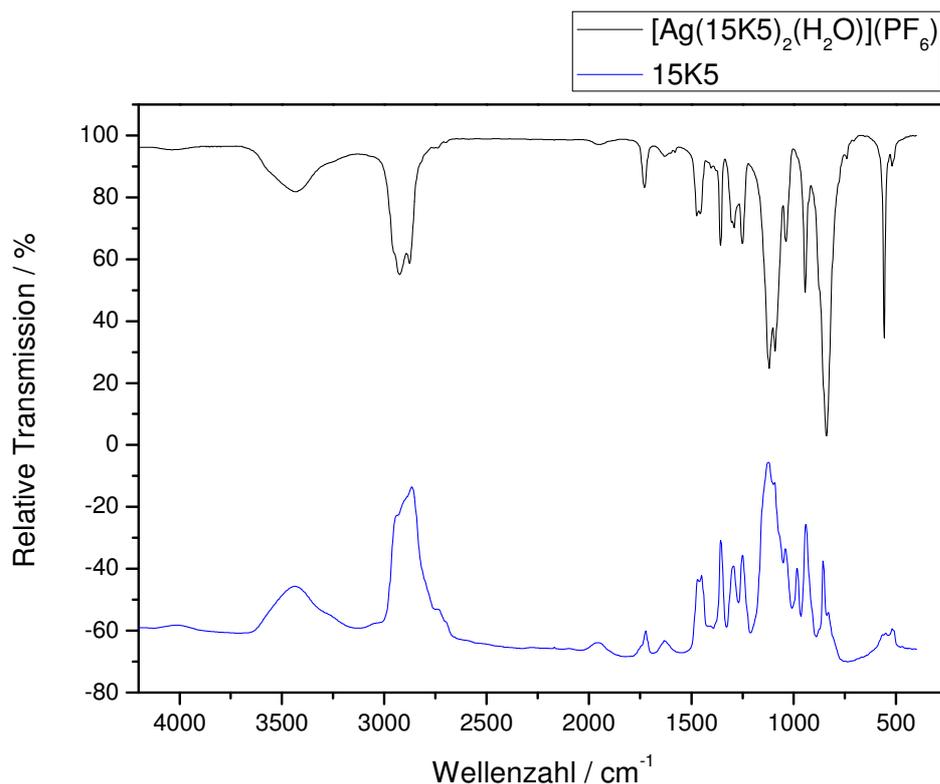


Abbildung 6.1.9: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und 15K5.

IR (KBr, cm^{-1}): 3442,4(m), 2923,6(s), 2875,4(s), 1722,2(m), 1477,2(m), 1448,3(m), 1359,6(m), 1292,1(m), 1257,4(m), 1114,7(s), 1087,7(s), 1039,5(m), 946,9(s), 842,8(s), 559,3(s), 518,8(w).

Tabelle 6.1.3: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$: Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums.

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm^{-1}
ν (OH)	~ 3442,4
ν (CH)	~ 2923,6; 2875,4
ν (C-O-C)	~ 1114,7; 1087,7
ν (P-F)	~ 842,8; 559,3

6.1.8 Vergleich der MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$

In Abbildung 6.1.10 sind die MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ gegeneinander aufgetragen. Sie unterscheiden sich lediglich in den unterschiedlichen Schwingungsbanden der Co-Liganden Hexafluorophosphat und Hexafluoroantimonat.

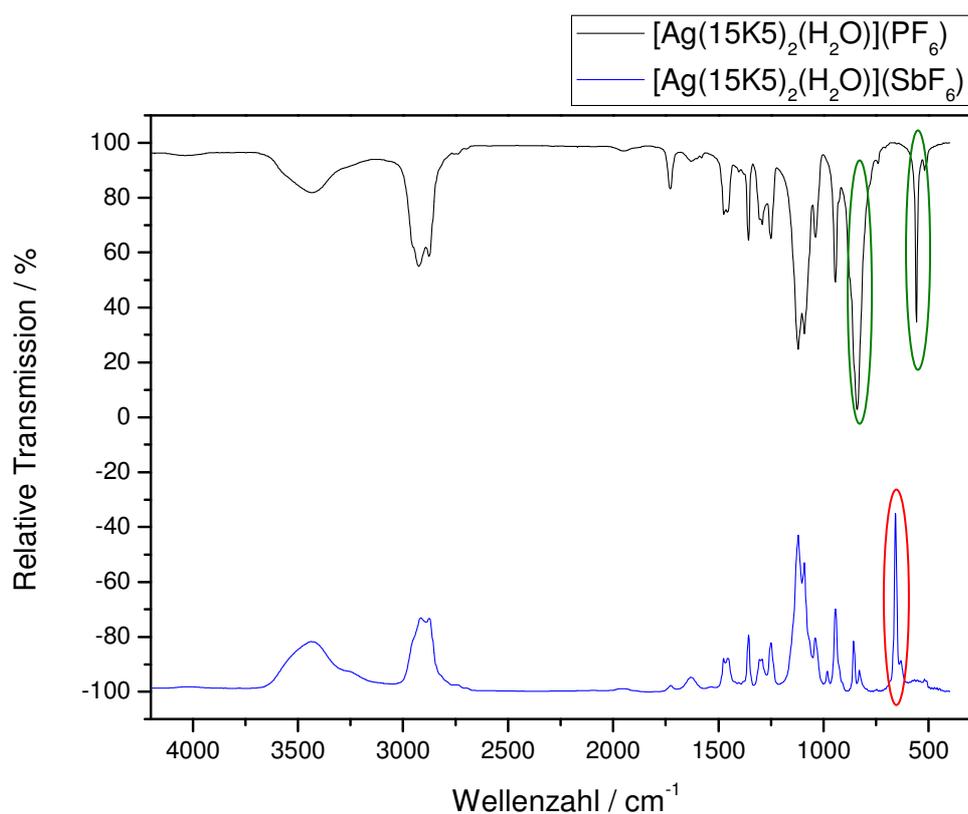


Abbildung 6.1.10: Gegenüberstellung der MIR-Spektren⁸ von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$.

⁸ ν (P-F) = grün markiert
 ν (Sb-F) = rot markiert

Tabelle 6.1.4: [Ag(15K5)₂(H₂O)](PF₆) und [Ag(15K5)₂(H₂O)](SbF₆): Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](SbF ₆)	[Ag(15K5) ₂ (H ₂ O)](PF ₆)
Summenformel	C ₂₀ H ₄₂ Ag ₁ F ₆ O ₁₁ Sb ₁	C ₂₀ H ₄₂ Ag ₁ F ₆ O ₁₁ P ₁
Molmasse / g / mol	802,14	711,04
a / pm	1448,6(2)	1422,8(2)
b / pm	1298,5(1)	1281,1(1)
c / pm	1909,8(3)	1898,0(4)
Winkel α β γ / °	β=121,67(1)	β=120,88(1)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	3057,5(7)	2969,1(8)
Formeleinheiten	4	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)	P2 ₁ /c (Nr.14)
Kristallform	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200°, Δ φ = 2°	0° ≤ φ ≤ 200°, Δ φ = 2°
Anzahl der Bilder	100	100
Belichtungszeit / min	4	10
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,7146 / 0,8522	0,8376 / 0,9127
Messbereich 2θ / °	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-19 / 19	-18 / 18
k _{min} / max	-17 / 17	-15 / 16
l _{min} / max	-25 / 25	-25 / 24
F(000)	1600,0	1463,9
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,61	0,82
Dichte Dx / g / cm ³	1,738	1,591
R _{int}	0,0483	0,0601
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	28691	27905
Unabhängige Reflexe	7370	7012
Beobachtete Reflexe	3768	2829
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0426 / 0,0915	0,0495 / 0,1286
wR ₂ (beob. / alle)	0,1051 / 0,1218	0,1134 / 0,1409
S (alle)	0,908	0,811
Δρ _{min/max} / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-0,547 / 0,868	-0,408 / 0,395
Anzahl Parameter	348	353
Wichtung a / b	0,066 / 0	0,0731 / 0

6.2 Verbindungen mit Benzo-15-Krone-5 (B15K5):



6.2.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ wird durch Lösen von 0,13 g (0,5 mmol) B15K5 und 0,097 g (0,5 mmol) Silbertetrafluoroborat in 40 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen aus der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Weitere Analytik war nicht möglich, da das Produkt nicht phasenrein erhalten werden konnte.

6.2.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$

$[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Das bestimmende Strukturmotiv in dieser Kristallstruktur sind $[\text{Ag}_2(\text{B15K5})_2]^{2+}$ -Dimere, die entlang [010] eine Stapelfolge bilden (Abbildung 6.2.2 und 6.2.3). Entlang [001] verläuft, wie aus dem Raumgruppensymbol ersichtlich, eine Gleitspiegelebene, so dass entlang [001] das nächstfolgende Dimer relativ zum Vorherigen um die Hälfte des Translationsvektors verschoben und gespiegelt ist.

Innerhalb dieser Dimere besteht die Koordinationssphäre der Silberionen aus den fünf Sauerstoffatomen des Kronenethers mit Ag-O-Abständen von 241,2(6)-261,5(4) pm, sowie aus einer η^2 -Koordination des Benzolrings des nächsten Kronenethers mit Ag-C-Abständen von 248,1(7) und 250,3(7) pm.

Wie die Strukturen von $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{PF}_6)$ zeigen, ist die Sandwichbildung ein hervorstechendes Merkmal aller zyklischen Liganden, die einen kleineren Durchmesser als das Ag^+ -Ion aufweisen [16]. Obwohl Benzo-15-Krone-5 einen ähnlichen Durchmesser wie 15-Krone-5 aufweist, bildet Benzo-15-Krone-5 keine 1:2-Sandwichstruktur aus, sondern eine 1:1-Struktur (Abbildung 6.2.1). Dies wird in diesem Fall durch die Koordination der Benzolringe ermöglicht. Dementsprechend spielt für die Ausbildung einer bestimmten Struktur nicht nur das Verhältnis der Ionengröße zum Durchmesser des Ligandenhohlraums eine entscheidende Rolle (Q ist auch kleiner 1), sondern ebenfalls ankondensierte Gruppen. Aufgrund des größeren Durchmessers des Silberions im Vergleich zu Benzo-15-Krone-5 liegt das Silberion nicht im Hohlraum des Kronenethers,

sondern 107 pm oberhalb einer Ausgleichsebene, die durch die Kronenethersauerstoffatome verläuft.

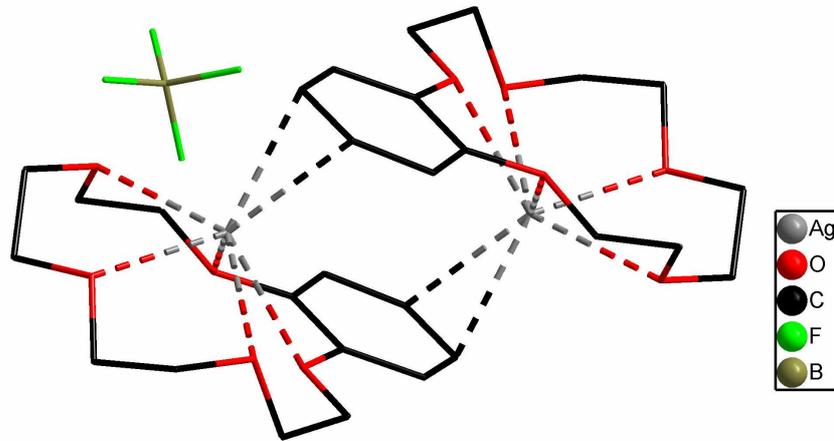


Abbildung 6.2.1: $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

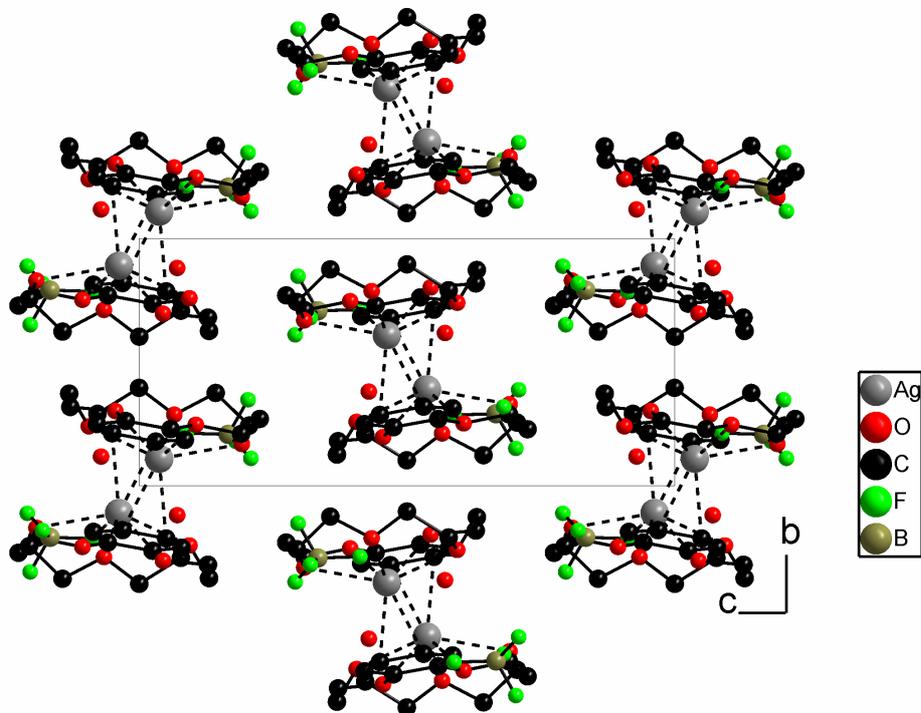


Abbildung 6.2.2: $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

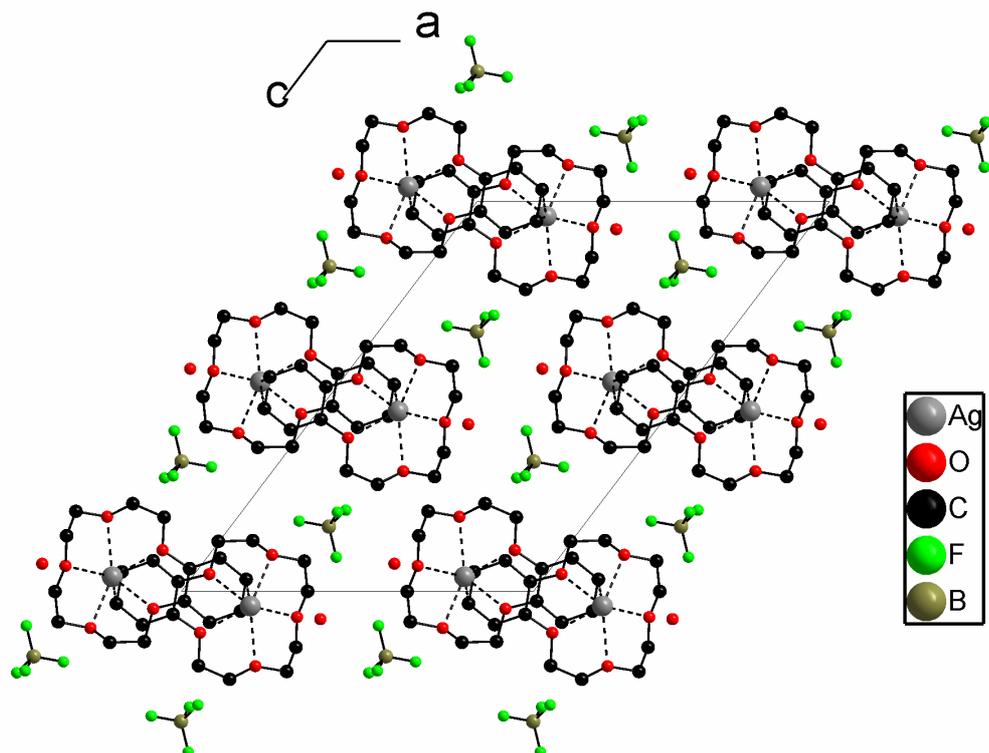


Abbildung 6.2.3: $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 6.2.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{B15K5})](\text{BF}_4)(\text{H}_2\text{O})$ Bindungslänge / pm
Ag-B15K5	
Ag1-O13	241,2(6)
Ag1-O12	253,5(6)
Ag1-O14	257,0(4)
Ag1-O15	258,2(6)
Ag1-O11	261,5(4)
Ag1-O1	342(2)
Ag1-C24	248,1(7)
Ag1-C14	250,3(7)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F1	466(2)

Tabelle 6.2.2: [Ag(B15K5)](BF₄)(H₂O): Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(B15K5)](BF ₄)(H ₂ O)
Summenformel	C ₁₄ H ₂₂ Ag ₁ B ₁ F ₄ O ₆
Molmasse / g / mol	480,98
a / pm	1455,4(5)
b / pm	764,2(1)
c / pm	2040,7(9)
Winkel α β γ / °	$\beta = 126,81(3)$
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	1817(1)
Formeleinheiten	4
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200°, $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100
Belichtungszeit / min	9
Absorptionskorrektur	numerisch
T _{min} / max	0,7976 / 0,8640
Messbereich 2 θ / °	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-19/19
k _{min} / max	-9/8
l _{min} / max	-26/26
F(000)	960,0
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,18
Dichte Dx / g / cm ³	1,751
R _{int}	0,0764
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	16712
Unabhängige Reflexe	4076
Beobachtete Reflexe	1865
σ -Schranke	[I > 2 σ (I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0464/0,1178
wR ₂ (beob. / alle)	0,1026/0,1257
S (alle)	0,846
$\Delta\rho_{\min/\max}$ / 10 ⁶ e ⁻ pm ⁻³	-0,701 / 0,733
Anzahl Parameter	236
Wichtung a / b	0,0637/0

6.3 Verbindungen mit 18-Krone-6 (18K6):

[Ag(18K6)(SbF₆)]

6.3.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

[Ag(18K6)(SbF₆)] wird durch Lösen von 0,13 g (0,5 mmol) 18K6 und 0,17 g (0,5 mmol) Silberhexafluoroantimonat in 40 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen aus der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Da das Produkt nicht phasenrein dargestellt werden konnte, waren weitere Analysen nicht möglich.

6.3.2 Beschreibung der Kristallstruktur von [Ag(18K6)(SbF₆)]

[Ag(18K6)SbF₆] kristallisiert triklin in der Raumgruppe P1 (Nr. 2) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Das vorherrschende Motiv sind [Ag₂(18K6)₂(SbF₆)₂]-Dimere, die entlang [100] gestapelt werden. Diese Stapelfolge alterniert entlang [001], damit die bestmögliche Raumausnutzung erreicht wird (Abbildung 6.3.2). Innerhalb der [Ag₂(18K6)₂(SbF₆)₂]-Dimere sind die Silberionen von fünf Sauerstoffatomen des Kronenethers koordiniert, in dessen Hohlraum sie sich befinden, sowie von einem Sauerstoffatom des nachfolgenden Kronenethers und einem Fluoratom des Hexafluoroantimonats (Abbildung 6.3.1).

Silber(I)-Ionen sind mit einem Ionendurchmesser von 252 pm etwas zu klein, um den Hohlraum von 18-Krone-6 mit 260-320 pm perfekt auszufüllen ($Q = 1,03-1,27$), was dazu führt, dass sich eine Ecke des Kronenethers aus einer Ausgleichsebene durch die Kronenethersauerstoffatome hinausdreht. Das Kronenethersauerstoffatom dieser Ecke koordiniert durch diese Anordnung bereits an das nächstfolgende Silberion mit einem Ag-O-Abstand von 253,4(3) pm. Hierbei handelt es sich um den kürzesten Ag-O-Abstand in dieser Kristallstruktur; die Ag-O-Abstände innerhalb eines Kronenethers variieren zwischen 264,9(4) und 284,8(4) pm.

Überraschend ist in dieser Struktur die Koordination des Hexafluoroantimonats an Ag⁺ mit einem Ag-F-Abstand von 244,1(5) pm. Als schwach koordinierendes Anion findet man selten eine Koordination des Hexafluoroantimonats an Ag⁺. In der Literatur finden sich nur zwei Strukturen, die von einer solchen Koordination berichten (C₄₁H₄₂AgCl₂F₆Sb)(CH₂Cl₂) [41] und [Ag₂(SbF₆)₂(C₅₂H₅₂)](C₇H₈)(CH₂Cl₂) [42]. Die Ag-F-Abstände sind in diesen beiden Strukturen mit 267(1) sowie 254,5(4) pm deutlich länger als in [Ag(18K6)(SbF₆)] mit

244,1(5) pm. Die größeren Abstände in diesen beiden Strukturen kommen aber vermutlich durch die sterische Hinderung der großen, sperrigen Liganden zustande, was in $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ nicht der Fall ist. Auffällig ist, dass in den beiden aus der Literatur zitierten Verbindungen, nur schwach koordinative Ag-C-Bindungen vorliegen, was natürlich die Koordination eines schwach koordinierenden Anions begünstigt. Ebenso verhält es sich in $[\text{Ag}(\text{18K6})\text{SbF}_6]$, wobei hier nicht schwache Ag-C-Bindungen vorliegen, sondern schwache Ag-O-Bindungen, wie die Bindungslängen von 264,9(4)-284,8(4) pm beweisen.

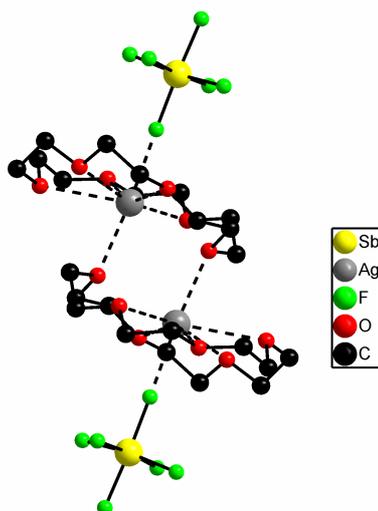


Abbildung 6.3.1: $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

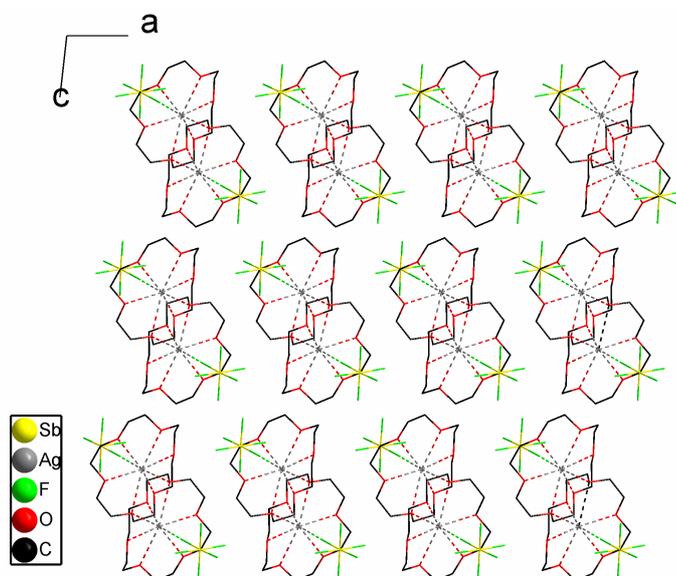


Abbildung 6.3.2: $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

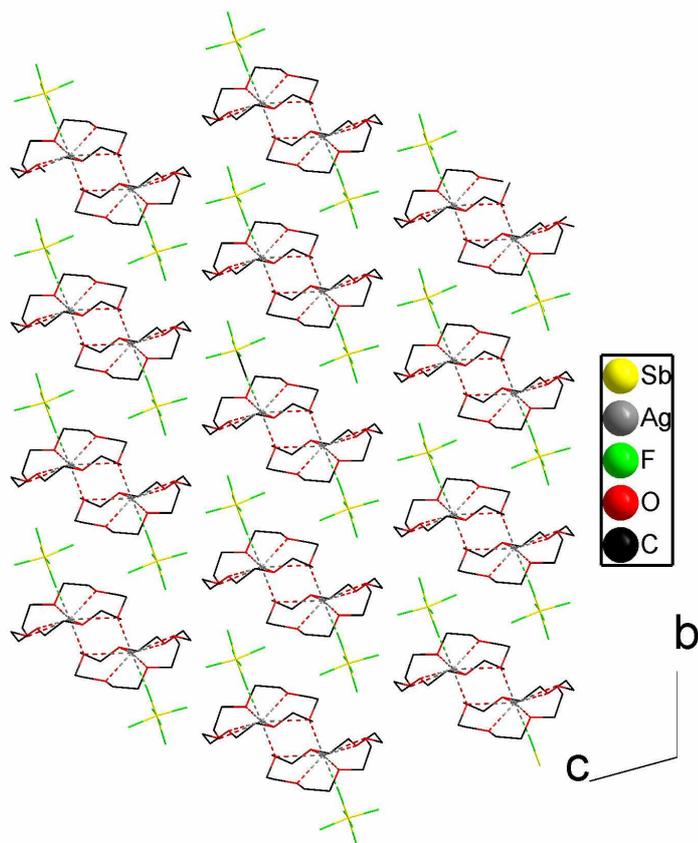


Abbildung 6.3.3: $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 6.3.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ Bindungslänge / pm
Ag-18K6	
Ag1-O11	253,4(3)
Ag1-O16	264,9(4)
Ag1-O13	269,8(5)
Ag1-O12	270,4(4)
Ag1-O15	271,5(5)
Ag1-O14	284,8(4)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F11	244,1(5)

Tabelle 6.3.2: [Ag(18K6)(SbF₆)] : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(18K6)(SbF ₆)]
Summenformel	C ₁₂ H ₂₄ Ag ₁ F ₆ O ₆ Sb ₁
Molmasse / g / mol	607,75
a / pm	931,2(2)
b / pm	967,1(2)
c / pm	1172,3(2)
Winkel α β γ / °	104,16(3) / 91,52(3) / 107,95(3)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	967,9(3)
Formeleinheiten	2
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P1 (Nr.2)
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 250°, $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	125
Belichtungszeit / min	5
Absorptionskorrektur	numerisch
T _{min} / max	0,7330 / 0,8288
Messbereich 2 θ / °	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-12 / 12
k _{min} / max	-12 / 12
l _{min} / max	-15 / 15
F(000)	592,0
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	2,49
Dichte Dx / g / cm ³	2,085
R _{int}	0,0396
Strukturlösung/verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	11722
Unabhängige Reflexe	4351
Beobachtete Reflexe	2507
σ -Schranke	[I > 2 σ (I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0372 / 0,0795
wR ₂ (beob. / alle)	0,0821 / 0,0931
S (alle)	0,849
$\Delta\rho_{\min/\max}$ / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-0,698 / 0,708
Anzahl Parameter	236
Wichtung a / b	0,0529 / 0

6.4 Verbindungen mit Benzo-18-Krone-6 (B18K6):

[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) und [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄)

6.4.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) wird durch Lösen von 0,08 g (0,25 mmol) B18K6, 0,07 g (0,25 mmol) 18K6 sowie 0,17 g (0,5 mmol) Silberhexafluoroantimonat in 40 ml Ethanol synthetisiert, während [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄) durch das Lösen von 0,16 g (0,5 mmol) B18K6, 0,22 g (0,5 mmol) Nd(NO₃)₃·6H₂O sowie 0,1 g (0,5 mmol) AgClO₄ in 40 ml Ethanol dargestellt wird. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen der beiden Lösungen für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblos Kristalle erhalten werden. Die Strukturlösung von [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) konnte durch MIR-spektroskopische Untersuchungen weiter gestützt werden, wohingegen [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄) nicht weiter analysiert werden konnte, da es nicht phasenrein dargestellt werden konnte.

6.4.2 Beschreibung der Kristallstruktur von [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆)

[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) kristallisiert monoklin in der Raumgruppe P2₁/c (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Als Strukturmotiv treten auch in dieser Struktur Dimere auf. In diesem Fall handelt es sich um [Ag₂(B18K6)₂(EtOH)₂]²⁺-Einheiten, die entlang [010] das Grundmotiv der 2₁-Schraubenachse bilden. Jede dimere Einheit ist von sechs Hexafluorophosphatanionen umgeben und umgekehrt ist jedes Hexafluorophosphatanion von drei [Ag₂(B18K6)₂(EtOH)₂]²⁺-Einheiten umgeben.

Die Silberionen weisen eine Koordinationszahl von acht auf, wobei sich die Koordinationssphäre aus fünf Sauerstoffatomen des Kronenethers, einer η²-Koordination des Benzolrings sowie einem Ethanolmolekül zusammensetzt (Abbildung 6.4.1). Die Ag-O-Abstände innerhalb des Kronenethers variieren in einem Bereich von 266,1(7)-271,5(7) pm, wohingegen der Abstand zum Ethanolmolekül mit 242(1) pm wesentlich geringer ist. Durch die η²-Koordination des Benzolrings an das Silberion werden Ag-C-Abstände zwischen 263(1) und 282(1) pm realisiert. Benzo-18-Krone-6 ist genauso wie 18-Krone-6 mit einem Hohlraumdurchmesser von 260-320 pm etwas zu groß für Silber(I)-Ionen, was in dieser Verbindung ebenso wie in [Ag(18K6)(SbF₆)] zu einer Verdrehung einer Kronenetherecke aus einer Ausgleichsebene durch die Kronenethersauerstoffatome führt.

Im Gegensatz zu $[\text{Ag}(\text{18K6})(\text{SbF}_6)]$ werden die dimeren Einheiten nicht durch Ag-O-, sondern durch Ag-C-Kontakte realisiert. Die Hexafluorosphophatanionen koordinieren erwartungsgemäß nicht an die Silberionen, wobei der kürzeste Ag-F-Abstand bei 475(1) pm liegt.

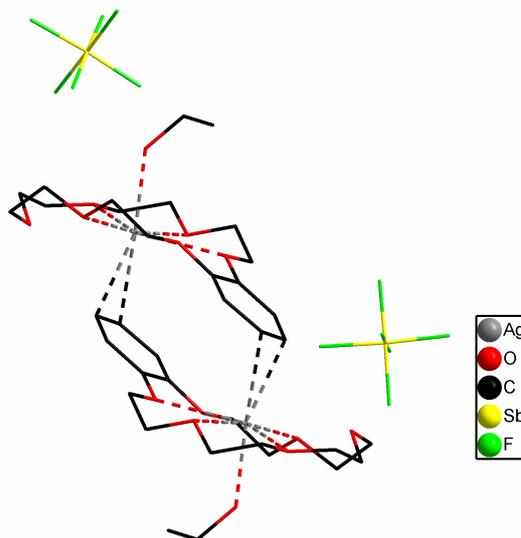


Abbildung 6.4.1: $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

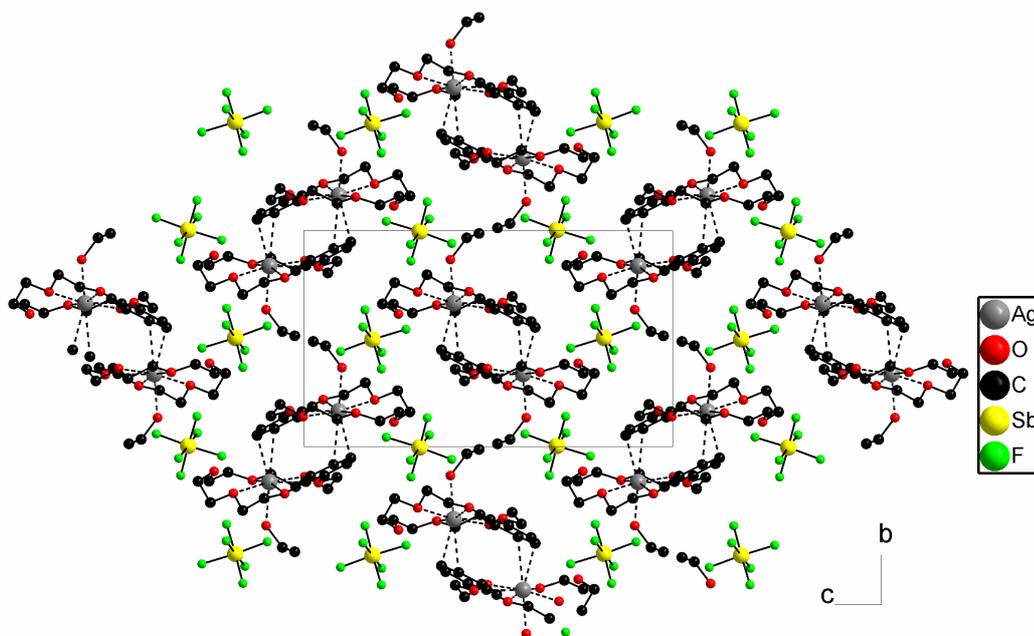


Abbildung 6.4.2: $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

6.4.3 MIR-Spektroskopie an $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$

Zur weiteren Unterstützung des, aus der Röntgeneinkristalldiffraktometrie erhaltenen, Strukturmodells wurden MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ und B18K6 aufgenommen und gegenübergestellt. Das MIR-Spektrum der Probe zeigt sowohl Banden, die dem Kronenether Benzo-18-Krone-6 zugeordnet werden können, als auch die typische Sb-F-Schwingungsbande. Dies kann als weiterer Beleg für ein korrektes Strukturmodell gedeutet werden.

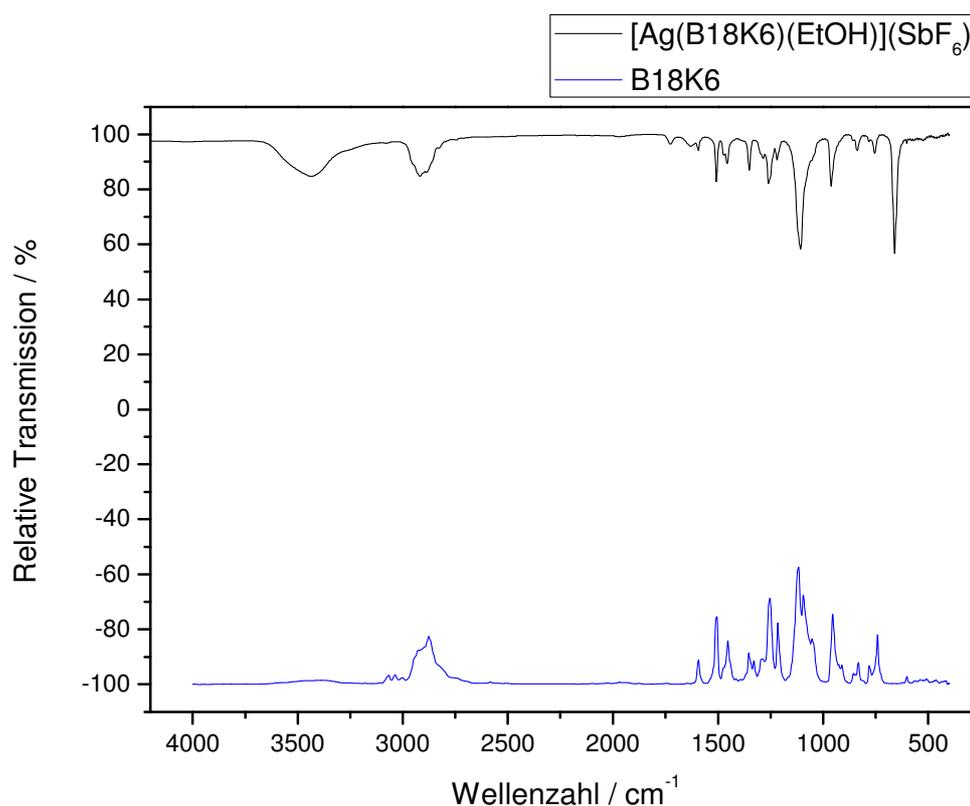


Abbildung 6.4.3: Gegenüberstellung der MIR-Spektren von $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ und B18K6.

IR (KBr, cm^{-1}): 3434,7(s), 2915,9(s), 2890,8(s), 1737,6(w), 1619,9(w), 1592,9(w), 1511,9(s), 1457,9(m), 1351,9(m), 1261,2(s), 1216,9(m), 1110,8(s), 960,4(s), 838,9(m), 757,9(m), 661,5(s).

Tabelle 6.4.1: [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆): Übersicht über die charakteristischen Banden des IR-Spektrums

Valenz(ν)-und Deformations(δ)- schwingungen	Infrarotbanden in Wellenzahlen / cm ⁻¹
ν (OH)	$\approx 3434,7$
ν (CH)	$\approx 2915,9; 2890,8$
ν (C-O-C)	$\approx 1110,8; 960,4$
ν (Sb-F)	$\approx 661,5$

6.4.4 Beschreibung der Kristallstruktur von [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄)

Anders als [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) kristallisiert [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄) nicht monoklin, sondern triklin in der Raumgruppe P1 (Nr. 2) mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Wie nicht anders zu erwarten, treten auch in dieser Struktur Dimere der Zusammensetzung [Ag₂(B18K6)₂(H₂O)₂]²⁺, auf. Entlang [100] liegen die [Ag(B18K6)(H₂O)]²⁺-Dimere deckungsgleich hintereinander gestapelt, während die Dimere entlang [001] invers alternieren, was auf Inversionszentren zurückzuführen ist (Abbildung 6.4.5).

Die Koordinationssphäre der Silberionen setzt sich aus sechs Sauerstoffatomen des Kronenethers, in dessen Hohlraum sich das Silberion befindet, zusammen, wobei sich die Ag-O-Abstände im Bereich von 259,0(3)-282,6(2) pm bewegen. Die Koordinationssphäre wird des Weiteren durch eine Koordination eines Sauerstoffatoms des nächsten Kronenethers (Ag1-O14⁺ = 252,0(3) pm), sowie durch ein Wassermolekül (Ag1-O1 = 237,1(3) pm) komplettiert. Die mit 252,0(3)-282,6(2) pm vergleichsweise langen Ag-O-Abstände innerhalb des Kronenethers sowie die Verdrehung einer Kronenetherecke aus einer Ausgleichsebene durch die Kronenethersauerstoffatome hinaus, sind auf den für das Silberkation etwas zu großen Hohlraum von Benzo-18-Krone-6 zurückzuführen. Überraschenderweise werden die dimeren Einheiten nicht wie bei [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) durch Ag-C-Kontakte, sondern wie bei [Ag(18K6)](SbF₆) über Ag-O-Kontakte realisiert. Auch in dieser Struktur koordinieren die Gegenanionen erwartungsgemäß nicht; der kürzeste Ag-O(Perchlorat)-Abstand liegt bei 448(4) pm.

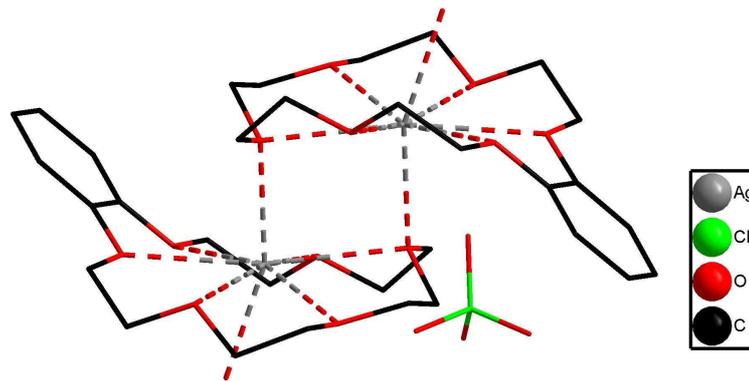


Abbildung 6.4.4: $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

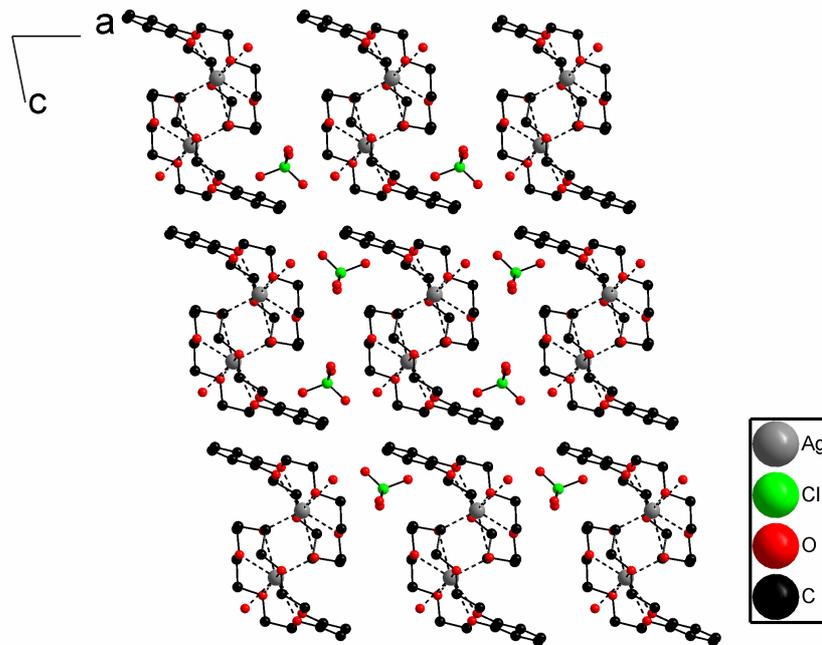


Abbildung 6.4.5: $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

6.4.5 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Obwohl $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ und $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ triklin in der Raumgruppe $P1$ kristallisieren, weisen beide Strukturen einige Gemeinsamkeiten auf, während gleichzeitig überraschende Unterschiede zu beobachten sind.

Beide Strukturen weisen $[\text{Ag}_2(\text{B18K6})_2(\text{Lösungsmittel})_2]^{2+}$ -Dimere auf, wobei die Ag-O-Abstände innerhalb der Kronenether deutlich länger sind als die Abstände zu den Lösungsmittelmolekülen. Auch die Verdrehung einer Kronenetherecke ist in beiden Strukturen zu beobachten. $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ zeigt ein, im Gegensatz zu $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ bezogen auf die Dimerenverknüpfung, untypisches Verhalten. Die Verknüpfung erfolgt nicht durch Ag-C-Kontakte, sondern wie bei $[\text{Ag}(\text{18K6})](\text{SbF}_6)$ über Ag-O-Kontakte. $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ verhält sich dementsprechend analog zu Kronenetherverbindungen, die keinen Benzolring ankondensiert haben.

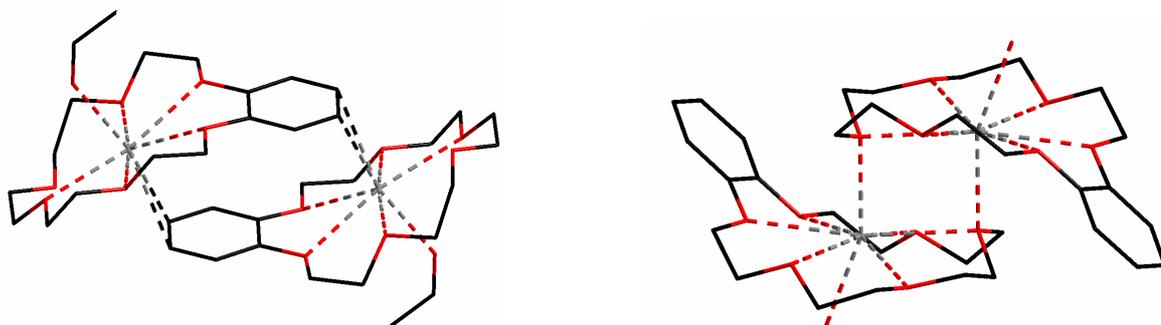


Abbildung 6.4.6: Vergleich der Verknüpfungsmuster von $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$.

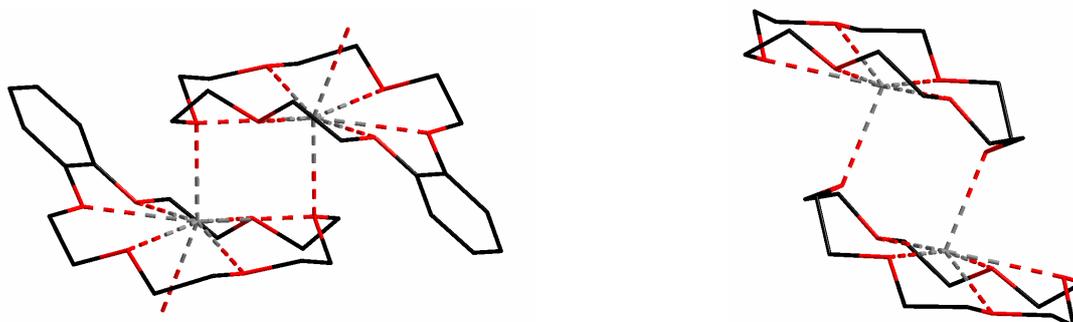


Abbildung 6.4.7: Vergleich der Verknüpfungsmuster von $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Ag}(\text{18K6})](\text{SbF}_6)$.

Tabelle 6.4.2: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$ und $[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$.

Ausgewählte Bindung Ag-B18K6	$[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{EtOH})](\text{SbF}_6)$ Bindungslänge / pm	Ausgewählte Bindung Ag-B18K6	$[\text{Ag}(\text{B18K6})(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$ Bindungslänge / pm
Ag1-O15	263,2(7)	Ag1-O14	252,0(3)
Ag1-O11	266,1(7)	Ag1-O13	259,0(3)
Ag1-O13	271(1)	Ag1-O15	270,9(2)
Ag1-O12	271,5(7)	Ag1-O11	275,3(2)
Ag1-O16	272,0(8)	Ag1-O14	278,5(2)
Ag1-O14	301(1)	Ag1-O12	282,6(2)
Ag1-C115	263(1)	Ag1-O16	282,6(3)
Ag1-C114	282(1)		
Ausgewählte Bindung Ag-Lösemittel		Ausgewählte Bindung Ag-Lösemittel	
Ag1-O1	242(1)	Ag1-O1	237,1(3)
Ausgewählte Bindung Ag-Anion		Ausgewählte Bindung Ag-Anion	
Ag1-F2	475(1)	Ag1-O04	448(4)

Tabelle 6.4.3 [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆) und [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄) : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF ₆)	[Ag(B18K6)(H ₂ O)](ClO ₄)
Summenformel	C ₁₈ H ₃₀ Ag ₁ F ₆ O ₇ Sb ₁	C ₁₆ H ₂₆ Ag ₁ Cl ₁ O ₁₁
Molmasse / g / mol	702,04	535,67
a / pm	1129,3(1)	947,3(1)
b / pm	1136,5(1)	958,1(1)
c / pm	2100,4(2)	1207,0(2)
Winkel α β γ / °	$\beta = 113,738(9)$	77,44(2) 76,71(2) 77,06(2)
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	2467,6(4)	1023,0(3)
Formeleinheiten	4	2
Kristallsystem	monoklin	triklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c	P1
Kristallform	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	farblos	farblos
Messtemperatur / K	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200° $\Delta \varphi = 2^\circ$	0° ≤ φ ≤ 200° $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	100
Belichtungszeit / min	5	5
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
T _{min} / max	0,5076 / 0,7948	0,6195 / 0,8498
Messbereich 2 θ / °	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-14 / 14	-11 / 11
k _{min} / max	-15 / 15	-12 / 12
l _{min} / max	-25 / 25	-16 / 15
F(000)	1379,9	544,0
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	1,97	1,17
Dichte Dx / g / cm ³	1,887	1,739
R _{int}	0,1334	0,0886
Strukturlösung/verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	20710	12290
Unabhängige Reflexe	5581	4552
Beobachtete Reflexe	2898	3907
σ -Schranke	[I > 2 σ (I)]	[I > 2 σ (I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,0767 / 0,1202	0,0453 / 0,0520
wR ₂ (beob. / alle)	0,1945 / 0,2317	0,1170 / 0,1218
S (alle)	0,898	1,072
$\Delta\rho_{\min/\max}$ / 10 ⁶ e ⁻ pm ⁻³	-1,335 / 1,421	-0,873 / 0,690
Anzahl Parameter	300	263
Wichtung a / b	0,1436 / 0	30,0501 / 0,5891

6.5 Verbindungen mit Dibenzo-18-Krone-6 (DB18K6):



6.5.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$ wird durch Lösen von 0,09 g (0,25 mmol) DB18K6, sowie 0,17 g (0,5 mmol) Silberhexafluoroantimonat in 40 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Das Strukturmodell konnte nicht durch weitere Analysemöglichkeiten gestützt werden, da die Substanz nicht phasenrein dargestellt werden konnte.

6.5.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$

$[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Auch in dieser Struktur finden sich die für Silberkronenetherkomplexe mit schwach koordinierenden Anionen typischen Dimere der Zusammensetzung $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})]^{2+}$. Entlang [010] erstrecken sich sowohl Anionen- als auch Kationenstränge, die entlang [001] alternieren. In diesen Anionensträngen sind die entlang [010] aufeinanderfolgenden Hexafluorophosphationen um $90,8(4)^\circ$ gegeneinander verdreht (Abbildung 6.5.2). In den Kationensträngen hingegen folgen die komplexen Kationen deckungsgleich aufeinander. Auch in dieser Struktur wird die Koordinationssphäre der Silberionen aus sechs Sauerstoffatomen des Kronenethers, in dessen Hohlraum sich das Silberion befindet, gebildet, wobei sich die Ag-O-Abstände im Bereich von 264,04(4)-283,94(4) pm bewegen. Die Koordinationssphäre wird desweiteren durch eine η^2 -Koordination des Benzolrings des nächsten Kronenethers (Ag-C = 255,08(5)-269,05(6) pm), sowie durch ein Wasser bzw. Ethanolmolekül (Ag-O = 233,38(5)-250,68(5) pm) komplettiert.

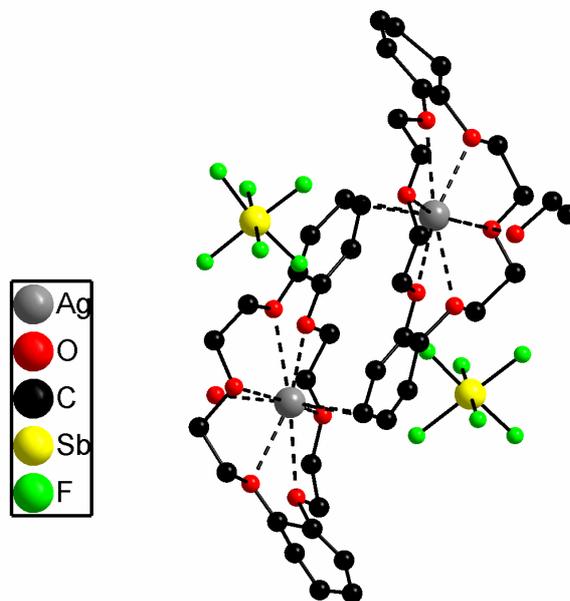


Abbildung 6.5.1: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Darstellung der Koordinationssphäre der Silberionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

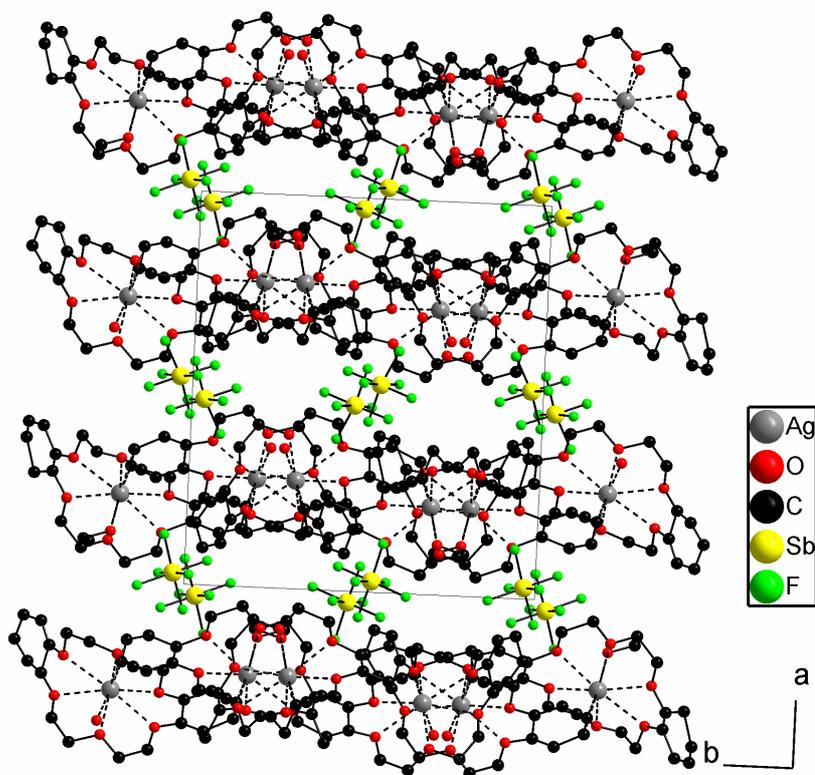


Abbildung 6.5.2: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Darstellung der Elementarzelle entlang $[100]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 6.5.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$ Bindungslänge / pm
Ag-DB18K6	
Ag2-O26	264,04(4)
Ag1-O15	265,16(6)
Ag2-O24	266,98(4)
Ag2-O23	269,63(4)
Ag1-O12	270,34(6)
Ag1-O16	271,26(4)
Ag1-O11	271,88(4)
Ag2-O22	275,30(7)
Ag1-O13	276,25(4)
Ag2-O21	280,76(4)
Ag2-O25	281,38(2)
Ag1-O14	283,94(4)
Ag2-C118	255,08(5)
Ag1-C28	262,83(6)
Ag2-C119	266,66(6)
Ag1-C29	269,05(6)
Ausgewählte Bindung	
Ag-Lösemittel	
Ag1-O1	233,38(5)
Ag2-O2	250,68(5)
Ausgewählte Bindung	
Ag-Anion	
Ag1-F2	454(4)

Tabelle 6.5.2: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$
Summenformel	$\text{C}_{42}\text{H}_{56}\text{Ag}_2\text{F}_{12}\text{O}_{14}\text{Sb}_2$
Molmasse / g / mol	1471,68
a / pm	1845,8(4)
b / pm	1617,7(3)
c / pm	1827,1(4)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 94,49(2)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	5439(2)
Formeleinheiten	4
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$ (Nr.14)
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100
Belichtungszeit / min	5
Absorptionskorrektur	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,0002 / 0,0035
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-24 / 24
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-21 / 21
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-24 / 24
F(000)	2895,8
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	1,79
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	1,797
R_{int}	0,1092
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	51209
Unabhängige Reflexe	13106
Beobachtete Reflexe	4124
σ -Schranke	$[I > 2 \sigma(I)]$
R_1 (beob. / alle)	0,0902 / 0,2217
wR_2 (beob. / alle)	0,2993 / 0,3423
S (alle)	1,130
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,853 / 1,502
Anzahl Parameter	650
Wichtung a / b	0,1148 / 34,994408

7. Bimetallische Silber-Seltenerdmetall-Komplexe

7.1 Verbindungen mit Kryptofix-222 (Krypt222):



7.1.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

$[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ wird durch Lösen von 0,19 g (0,5 mmol) Kryptofix-222, 0,085 g (0,5 mmol) Silbernitrat sowie 0,23 g (0,5 mmol) Gadoliniumnitrat-pentahydrat in 40 ml Ethanol synthetisiert. Innerhalb von wenigen Tagen konnten durch isothermes Verdampfen aus der Lösung für eine Einkristalluntersuchung geeignete farblose Kristalle erhalten werden. Die Substanz konnte nicht phasenrein synthetisiert werden, so dass keine weiteren Analysen durchgeführt werden konnten.

7.1.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$

$[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe Pbcn (Nr. 60) mit acht Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die Kristallstruktur setzt sich aus dem komplexen Kation $[\text{Ag}(\text{Krypt222})]^+$ und dem komplexen Anion $[\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$ zusammen (Abbildung 7.1.1). Die komplexen Anionen besetzen in der Elementarzelle die Ecken, Kanten und Flächen, wobei die Gd-Kationen ein entlang [001] verdoppeltes, flächenzentriertes Gitter bilden (Abbildung 7.1.2).

Die beiden kristallographisch unterschiedlichen Gadoliniumionen liegen auf speziellen Lagen (Gd1: 4c, 0, y, 1/4; Gd2: 4a, 0, 0, 1/2). Sie weisen eine Koordinationszahl von zehn auf, die durch die η^2 -Koordination von vier Nitrationen sowie die Koordination von zwei Wassermolekülen zustande kommt. Die Gadoliniumkationen zeigen ein für Seltenerdmetall-Kationen typisches Verhalten. Im Gegensatz zu Ag(I) bevorzugen SE(III)-Kationen harte Donoratome wie O und F. Die Koordinationszahlen in Seltenerdmetall-Komplexen werden nur dadurch bestimmt, wie viele Liganden um das Zentralmetall angeordnet werden können. In den meisten aller bisher bekannten Seltenerdmetall-Komplexe findet man Koordinationszahlen von acht und neun [86]. Im Gegensatz zu Übergangsmetallkomplexen spielen bei Seltenerdmetallkomplexen Ligandenfeldeffekte praktisch keine Rolle, da die f-Orbitale als „innere Orbitale“ nicht direkt an der Bindung teilnehmen [86].

Die großen anisotropen Auslenkungsellipsoide der Atome N4, O12 und O14 sind auf eine Fehlordnung der Nitrationen im komplexen Anion $[\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$ zurückzuführen.

Innerhalb des Anionenteilgitters (bestehend aus $[\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$, die Ecken, Kanten und Flächen der Elementarzelle besetzen) werden die großen komplexen Kationen eingefügt. Die Kationen bilden Stränge entlang $[001]$, die entlang $[100]$ um $1/3$ des Translationsvektors gegeneinander verschoben sind. Die Silberkationen werden von den Kryptanden käfigartig umschlossen, wodurch eine Koordinationszahl von acht erreicht wird. Die Ag-O-Abstände sind allerdings mit $270(2)$ - $350(8)$ pm sehr groß, wohingegen die Ag-N-Abstände mit $231(3)$ - $237(3)$ pm im typischen Bereich für koordinative Bindungen liegen, so dass es schwierig ist eine effektive Koordinationszahl zu diskutieren. Die signifikant kürzeren Ag-N-Abstände im Vergleich zu den Ag-O-Abständen sind durch das HSAB-Prinzip [57,58] zu erklären. Das weiche Ag(I)-Ion bildet stabilere Komplexe mit N-Donorliganden als mit O-Donoren, was zu kürzeren Ag-N-Abständen führt.

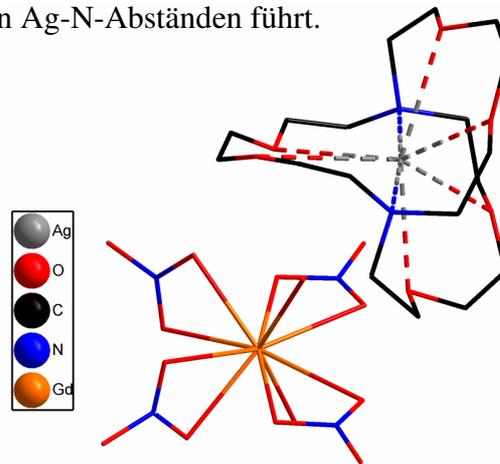


Abbildung 7.1.1: $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$: Darstellung der komplexen Kationen und Anionen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

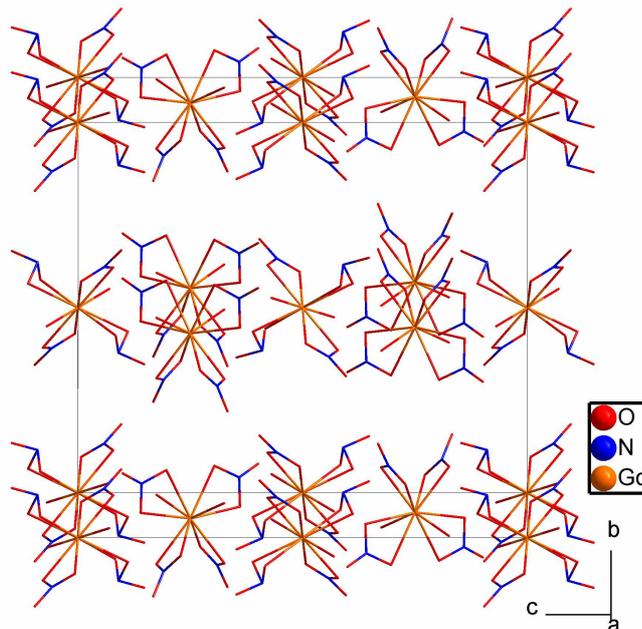


Abbildung 7.1.2: $[\text{Ag}(\text{Krypt}222)][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$: Darstellung der Anionenpackung (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

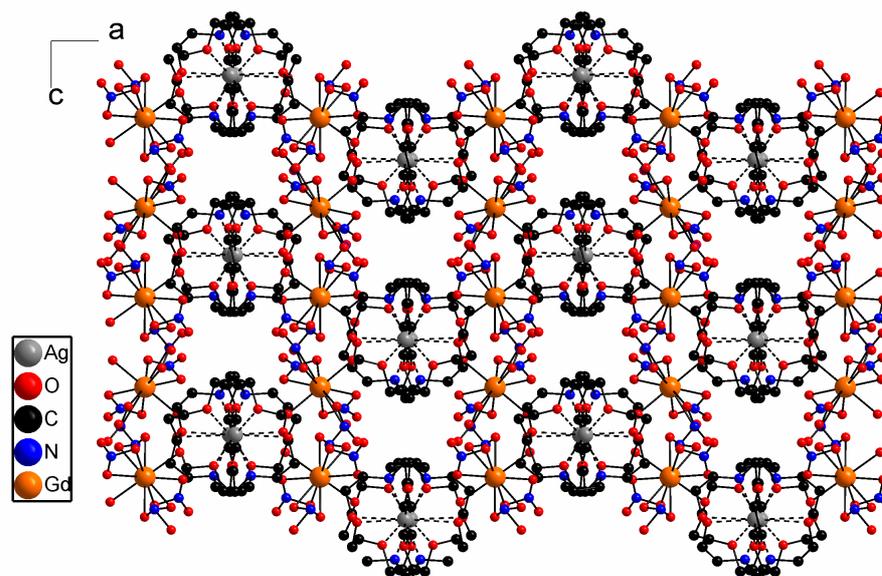


Abbildung 7.1.3: $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$: Darstellung der Kristallstruktur entlang $[010]$ (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Tabelle 7.1.1: Ausgewählte Abstände in $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$.

Ausgewählte Bindung	$[\text{Ag}(\text{Krypt222})]^+$ Bindungslänge / pm
Ag1-N12	231(3)
Ag1-N11	237(3)
Ag1-O116	270(2)
Ag1-O123	272(3)
Ag1-O113	282(2)
Ag1-O126	292(2)
Ag1-O136	301(2)
Ag1-O133	350(8)
Ausgewählte Bindung	$[\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$ Bindungslänge / pm
Gd2-O8	236(3)
Gd2-O12	237(15)
Gd2-O13	239(5)
Gd1-O4	240(3)
Gd2-O11	241(3)
Gd2-O9	243(3)
Gd1-O5	243(3)
Gd1-O6	247(3)
Gd1-O1	251(4)
Gd1-O2	260(3)

Tabelle 7.1.2: [Ag(Krypt 222)] [Gd(NO₃)₄(H₂O)₂] : Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	[Ag(Krypt222)][Gd(NO ₃) ₄ (H ₂ O) ₂]
Summenformel	C ₁₈ H ₄₀ Ag ₁ Gd ₁ N ₆ O ₂₀
Molmasse / g / mol	925,31
a / pm	1856,2(3)
b / pm	1820,8(2)
c / pm	1931,9(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	90 90 90
Zellvolumen / 10 ⁶ pm ³	6529(1)
Formeleinheiten	8
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	Pbcn (Nr.60)
Kristallform	Polyeder
Kristallfarbe	farblos
Messtemperatur / K	293
Messgerät	IPDS-I
Messgeometrie	0° ≤ φ ≤ 200° Δ φ = 2°
Anzahl der Bilder	100
Belichtungszeit / min	15
Absorptionskorrektur	numerisch
T _{min} / max	0,5843 / 0,7512
Messbereich 2θ / °	3,8-56,3
Indexbereich h _{min} / max	-24 / 24
k _{min} / max	-24 / 23
l _{min} / max	-23 / 23
F(000)	3655,2
Absorptionskoeffizient / mm ⁻¹	2,70
Dichte Dx / g / cm ³	1,874
R _{int}	0,4899
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	60642
Unabhängige Reflexe	7547
Beobachtete Reflexe	1667
σ-Schranke	[I > 2 σ(I)]
R ₁ (beob. / alle)	0,1454 / 0,3546
wR ₂ (beob. / alle)	0,2583 / 0,3171
S (alle)	0,971
Δρ _{min/max} / 10 ⁶ e·pm ⁻³	-1,293 / 1,465
Anzahl Parameter	418
Wichtung a / b	0,0742 / 0

7.2 Verbindungen mit 4-Aminobenzamid (Aba):

$\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ (SE = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y)

7.2.1 Darstellung, Eigenschaften und Analyse

Die Synthese dieser Verbindungen kann auf zwei unterschiedlichen Wegen erfolgen. Eine Möglichkeit ist das Lösen von 0,5 mmol des entsprechenden Seltenerdtrinitrates $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_x$, 0,068 g (0,5 mmol) 4-Aminobenzamid sowie 0,085 g (0,5 mmol) Silbernitrat bzw. 0,11 g (0,5 mmol) Silbertrifluoracetat in 60 ml Ethanol. Die zweite Möglichkeit ist das Lösen von 0,5 mmol elementarem Seltenerdmetall in wenig Eisessig. Zu dieser Lösung werden sowohl 0,068 g (0,5 mmol) 4-Aminobenzamid als auch 0,085 g (0,5 mmol) Silbernitrat gegeben. Durch isothermes Verdampfen entstehen Kristalle der Zusammensetzung $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$. Weitere analytische Methoden erwiesen sich als schwierig, da es beschwerlich war, das gewünschte Produkt phasenrein zu erhalten. Als Nebenprodukt konnte oft die Phase $\text{Ag}(\text{Aba})\text{NO}_3$ beobachtet werden. Allein an der violetten Verbindung $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ konnten UV/VIS- und Lumineszenzmessungen durchgeführt werden; eine Lumineszenz konnte allerdings nicht beobachtet werden.

7.2.2 Beschreibung der Kristallstruktur von $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$

$\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe C2/c (Nr. 15) mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Die SE^{3+} -Ionen sind durch vier 4-Aminobenzamidliganden und zwei Nitrationen, von denen eines fehlgeordnet ist, achtfach koordiniert. Die 4-Aminobenzamidliganden binden jeweils über den Sauerstoff der Amidfunktion. Die Nitrationen binden hingegen jeweils zweifach an die SE^{3+} -Ionen, was ein für Seltenerd-kationen häufig beobachtetes Verhalten ist [84]. Diese $[\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_2]^+$ -Einheiten sind zweifach über Ag^+ -Ionen mit den nächsten $[\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_2]^+$ -Einheiten verbrückt, so dass entlang [111] Stränge verlaufen, die auf Lücke gepackt sind (Abbildungen 7.2.2 und 7.2.3). Dementsprechend sind die Silberkationen zweifach, mit Ag-N-Abständen zwischen 216,9 und 218,5 pm, durch die Aminofunktionen zweier 4-Aminobenzamidliganden koordiniert. Die Ag-N-Abstände liegen im erwarteten Bereich für linear koordinierte Silberkationen. Wie nach dem HSAB-Prinzip [57,58] nicht anders zu erwarten, bevorzugen die Seltenerd-kationen die harten O-Donoratome, während die weichen Silberkationen weichere N-Donoratome favorisieren.

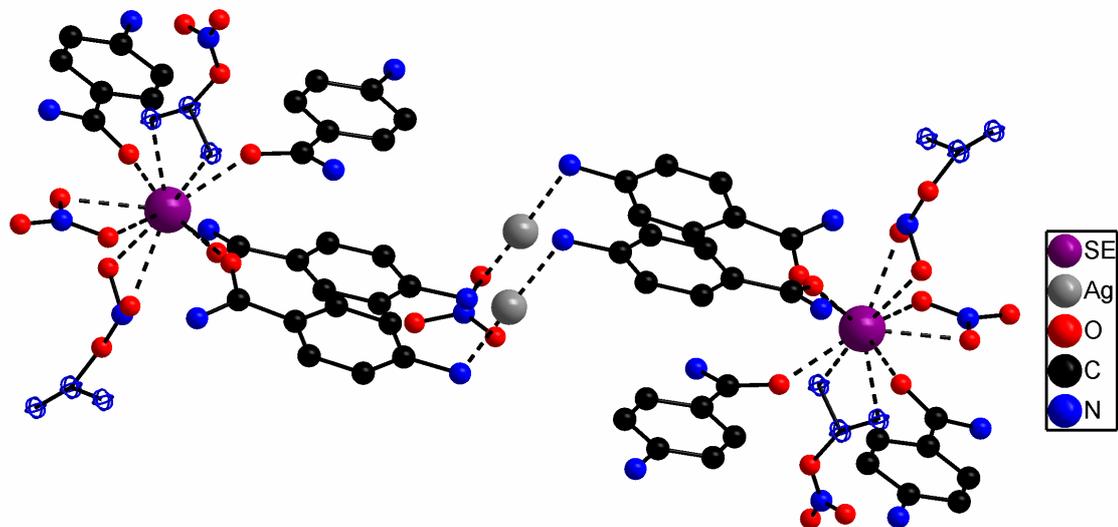


Abbildung 7.2.1: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Darstellung der Koordinationsumgebungen der Silber- und Seltenerdmetallkationen (ohne Darstellung der Wasserstoffatome) (Die Fehlordnung der Nitrate wird durch farblose Ellipsoide dargestellt).

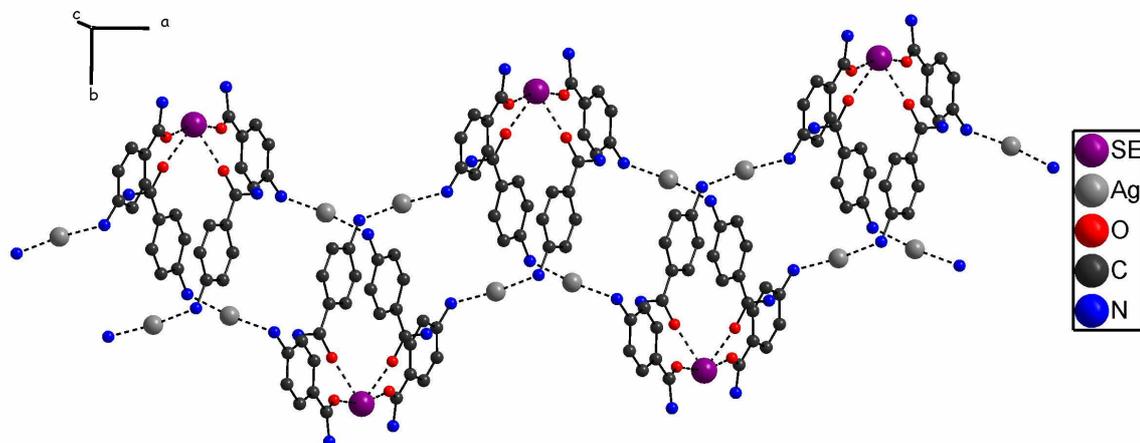


Abbildung 7.2.2: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Darstellung eines polymeren Stranges (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).⁹

⁹ Der Übersichtlichkeit halber werden die Nitrationen nicht dargestellt.

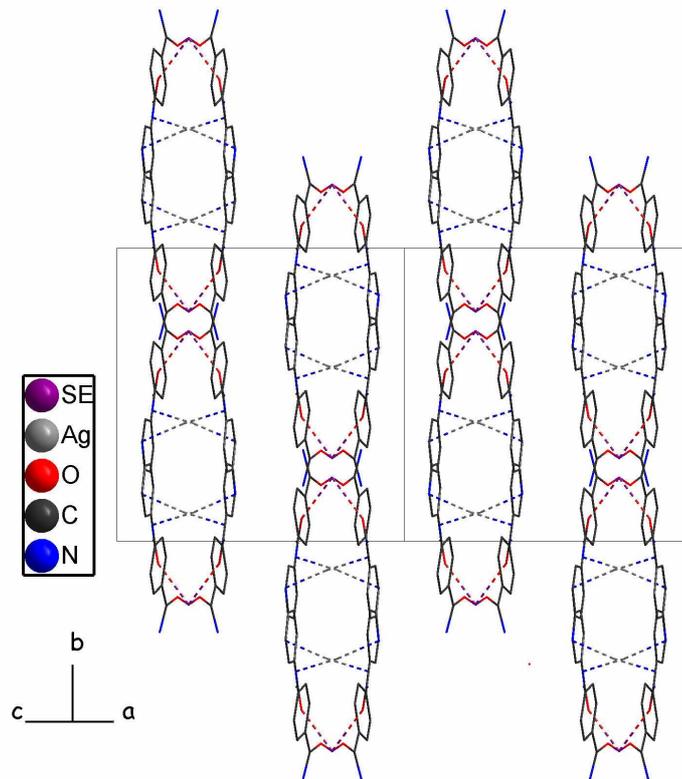


Abbildung 7.2.3: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Lage der polymeren Stränge in der Elementarzelle (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

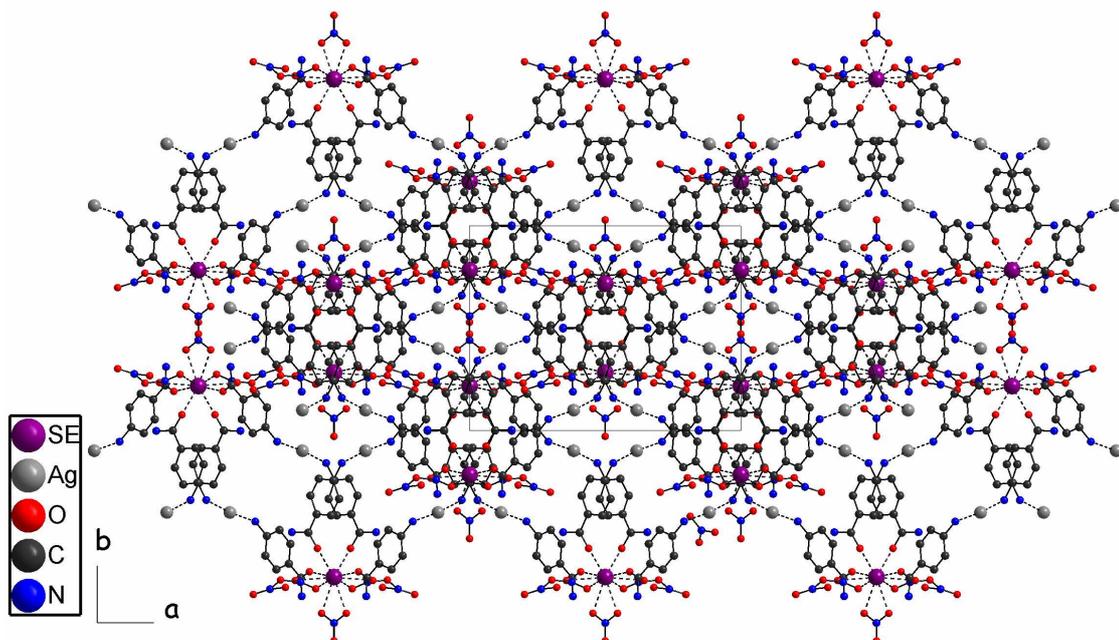


Abbildung 7.2.4: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Darstellung der Elementarzelle entlang [001] (ohne Darstellung der Wasserstoffatome).

Der Lanthanidenkontraktion entsprechend würde man in $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ vom Lanthan zum Yttrium eine Abnahme des Elementarzellvolumens sowie eine Abnahme der Seltenerdmetall-Sauerstoff-Abstände erwarten. Überraschenderweise nehmen die Volumina vom Lanthan zum Yttrium nicht stetig ab, wie eine graphische Auftragung der Volumina gegen den Ionenradius zeigt. Die gemittelten Seltenerdmetall-Sauerstoff Abstände nehmen hingegen stetig ab (Abbildung 7.2.5).

Tabelle 7.2.1: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Übersicht über Volumina und Seltenerdmetall-Sauerstoff-Abstände.

SE	V / 10⁶pm³	Ø SE-O / pm	Ø Ag-N / pm
La	4124,3(9)	256,0	217,9
Ce	4124,8(8)	252,1	217,7
Nd	4079(1)	250,4	217,9
Sm	4085,6(9)	248,0	218
Gd	4020,1(8)	246,1	216,9
Tb	4045,8(8)	244,3	217,5
Dy	4060(1)	243,6	217,8
Y	4031,6(9)	243,4	218,5

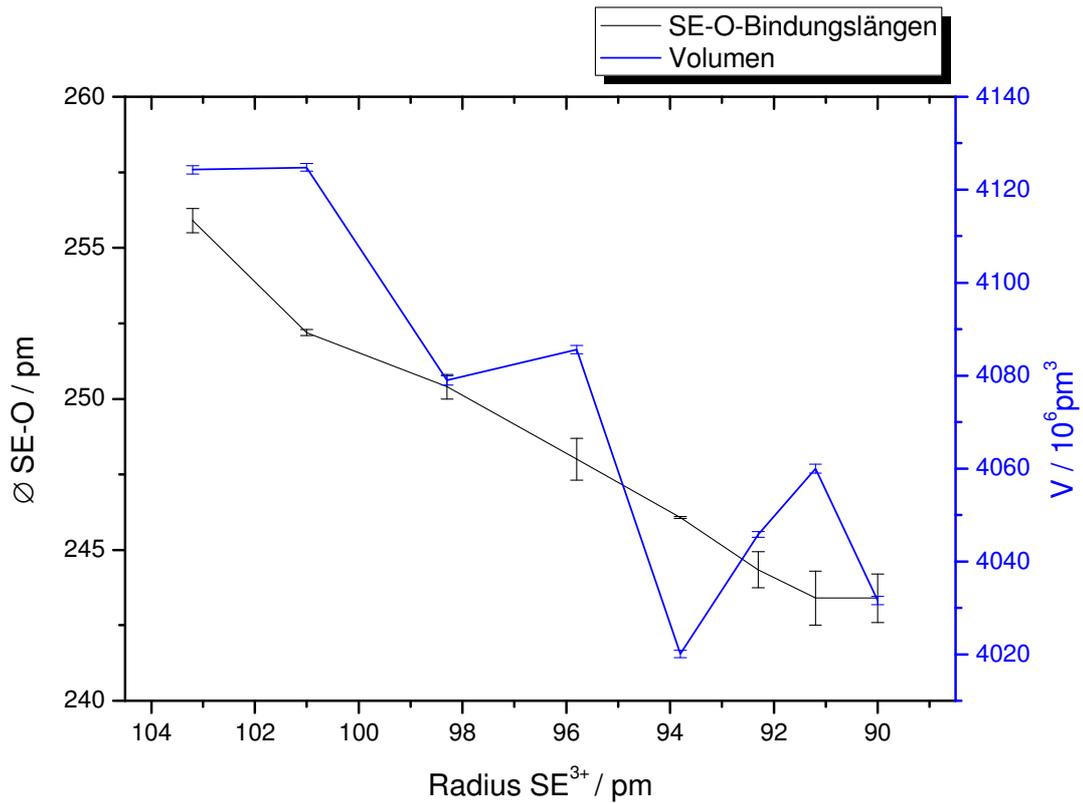


Abbildung 7.2.5: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Elementarzellvolumen und SE-O Abstände aufgetragen gegen den Seltenerdmetallradius.

Tabelle 7.2.2: Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{La}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung	$\text{Ag}_2\text{La}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
La-O	
La1-O21	243,9(4)
La1-O11	244,3(5)
La1-O7	249(1)
La1-O5	268,6(3)
La1-O6	274(1)

Tabelle 7.2.3 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Ce}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung	$\text{Ag}_2\text{Ce}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Ce-O	
Ce1-O21	241,2(6)
Ce1-O11	241,4(8)
Ce1-O7	245(1)
Ce1-O5	267,7(4)
Ce1-O6	267(1)

Tabelle 7.2.4 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Pr}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Pr-O	$\text{Ag}_2\text{Pr}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Pr1-O21	238,3(5)
Pr1-O11	240,4(6)
Pr1-O7	241(1)
Pr1-O5	265,5(4)
Pr1-O6	271(1)

Tabelle 7.2.5 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Nd-O	$\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Nd1-O21	237,5(5)
Nd1-O11	238,6(7)
Nd1-O7	244(1)
Nd1-O5	262,5(4)
Nd1-O6	270(1)

Tabelle 7.2.6 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Sm}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Sm-O	$\text{Ag}_2\text{Sm}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Sm1-O21	234,9(5)
Sm1-O11	235,6(6)
Sm1-O7	241(1)
Sm1-O5	260,8(4)
Sm1-O6	268(1)

Tabelle 7.2.7 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Gd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Gd-O	$\text{Ag}_2\text{Gd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Gd1-O21	232,4(5)
Gd1-O11	233,7(6)
Gd1-O7	238(1)
Gd1-O5	258,2(4)
Gd1-O6	269(1)

Tabelle 7.2.8 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Tb}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Tb-O	$\text{Ag}_2\text{Tb}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Tb1-O21	231,1(5)
Tb1-O11	231,4(6)
Tb1-O7	236(1)
Tb1-O5	258,2(4)
Tb1-O6	265(1)

Tabelle 7.2.9 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Dy}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Dy-O	$\text{Ag}_2\text{Dy}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Dy1-O21	229,9(3)
Dy1-O11	230,1(5)
Dy1-O7	234,2(9)
Dy1-O5	256,8(4)
Dy1-O6	267(1)

Tabelle 7.2.10 Ausgewählte Abstände in $\text{Ag}_2\text{Y}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$.

Ausgewählte Bindung Y-O	$\text{Ag}_2\text{Y}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ Bindungslänge / pm
Y1-O21	228,4(4)
Y1-O11	228,9(6)
Y1-O7	230(2)
Y1-O5	255,7(4)
Y1-O6	274(2)

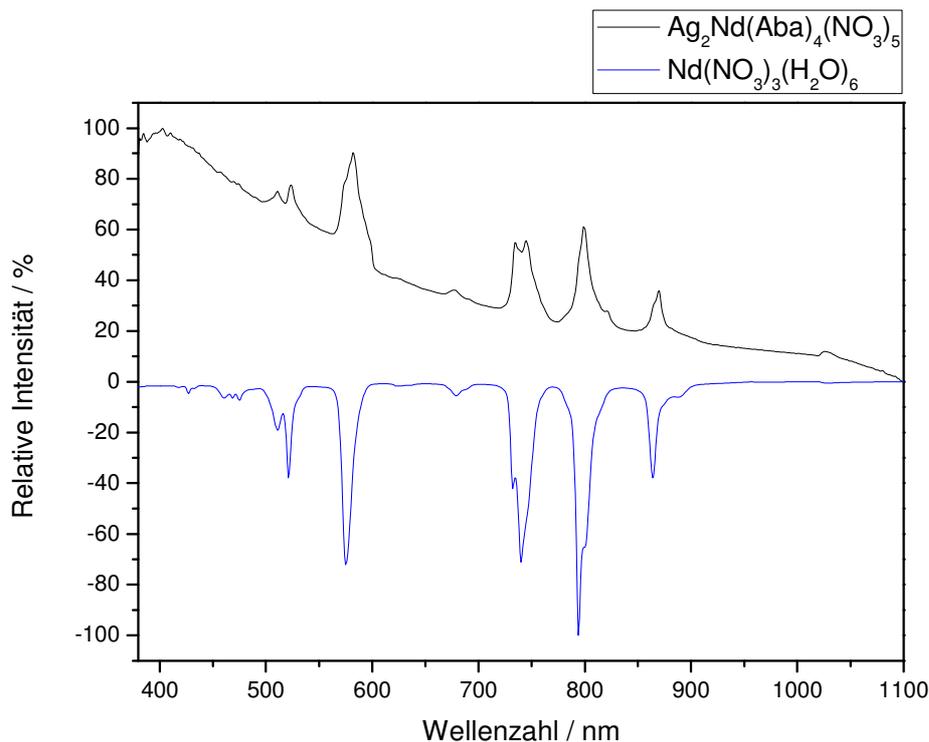
7.2.3 UV/VIS-Spektroskopie an $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ 

Abbildung 7.2.6: Gegenüberstellung der UV/VIS-Spektren von $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ und $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$.

Die violette Farbe dreiwertiger Neodymverbindungen beruht grundsätzlich auf zwei Absorptionsbanden im sichtbaren Bereich des Spektrums.

- ${}^4\text{I}_{9/2} \longrightarrow {}^2\text{G}_{7/2}, {}^4\text{G}_{5/2}$ (ca. 575 nm)
- ${}^4\text{I}_{9/2} \longrightarrow {}^4\text{G}_{7/2}$ (ca. 521 nm)

Die Absorptionsbande im gelben Bereich (ca. 575 nm) führt zu einer blau-violetten Farbe, während die Bande bei ca. 521 nm im grünen Bereich zu einer roten Farbe führt [87].

$\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ zeigt ebenfalls beide Banden, wobei der Übergang ${}^4\text{I}_{9/2} \longrightarrow {}^2\text{G}_{7/2}, {}^4\text{G}_{5/2}$ bei 585 nm und der Übergang ${}^4\text{I}_{9/2} \longrightarrow {}^4\text{G}_{7/2}$ bei 524 nm auftritt, die Absorptionsbande im grünen Bereich ist jedoch deutlich intensitätsschwächer als diejenige im gelben Bereich. Im Vergleich mit dem UV/VIS-Spektrum von $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ fällt bei $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ eine Verschiebung der Bande bei 575 nm zu 585 nm auf. $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ absorbiert dementsprechend längerwellige Strahlung. Dies wird auch als bathochromer Effekt bezeichnet, der allgemein durch elektronenliefernde Gruppen wie Amine oder Benzolringe hervorgerufen wird [79]. Dementsprechend kann die Verschiebung der Bande auf die Anwesenheit von 4-Aminobenzamid zurückgeführt werden.

Tabelle 7.2.11: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ mit SE = La, Ce, Pr: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2\text{La}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Ce}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Pr}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$
Summenformel	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{LaN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{CeN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{PrN}_{13}\text{O}_{19}$
Molmasse / g / mol	1209,32	1210,53	1211,32
a / pm	1860,9(3)	1868,1(2)	1858,7(3)
b / pm	1389,2(1)	1386,6(2)	1385,2(2)
c / pm	1630,7(2)	1627,4(2)	1624,6(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 101,95(1)$	$\beta = 101,89(1)$	$\beta = 102,26(2)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	4124,3(9)	4124,8(8)	4087,1(9)
Formeleinheiten	4	4	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)
Kristallform	Polyeder	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	farblos	farblos	grün
Messtemperatur / K	293	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	100	100
Belichtungszeit / min	4	5	5
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch	numerisch
$T_{\text{min}} / T_{\text{max}}$	0,6613 / 0,7675	0,1801 / 0,7165	0,6813 / 0,7672
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / h_{\text{max}}$	-24 / 24	-24 / 24	-24 / 24
$k_{\text{min}} / k_{\text{max}}$	-18 / 18	-18 / 18	-18 / 18
$l_{\text{min}} / l_{\text{max}}$	-21 / 21	-21 / 21	-21 / 21
F(000)	2376,0	2380,0	2384,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	2,05	2,12	2,22
Dichte D_x / g / cm^3	1,948	1,949	1,969
R_{int}	0,0438	0,2120	0,0772
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	19039	19248	18939
Unabhängige Reflexe	4578	4620	4794
Beobachtete Reflexe	3473	3457	2767
σ -Schranke	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]
R_1 (beob. / alle)	0,0403 / 0,0578	0,0639 / 0,0870	0,0457 / 0,0933
wR_2 (beob. / alle)	0,1024 / 0,1086	0,1531 / 0,1695	0,0977 / 0,1081
S (alle)	1,006	1,054	0,862
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,794 / 1,074	-1,875 / 1,711	-0,496 / 1,301
Anzahl Parameter	315	314	315
Wichtung a / b	0,0687 / 0	0,0688 / 0	0,0566 / 0

Tabelle 7.2.12: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ mit SE = Nd, Sm, Gd: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Sm}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Gd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$
Summenformel	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{NdN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{SmN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{GdN}_{13}\text{O}_{19}$
Molmasse / g / mol	1214,65	1220,76	1227,66
a / pm	1855,6(3)	1857,5(2)	1842,1(2)
b / pm	1385,4(3)	1384,4(1)	1381,5(2)
c / pm	1624,7(2)	1628,0(2)	1619,7(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 102,42(2)$	$\beta = 102,61(2)$	$\beta = 102,75(1)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	4079(1)	4085,6(9)	4020,1(8)
Formeleinheiten	4	4	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)
Kristallform	Polyeder	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	violett	gelb	orange
Messtemperatur / K	293	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	100	100
Belichtungszeit / min	4	4	6
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch	numerisch
$T_{\text{min}} / \text{max}$	0,3602 / 0,5689	0,6272 / 0,7349	0,2024 / 0,4739
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / \text{max}$	-24 / 24	-24 / 23	-24 / 24
$k_{\text{min}} / \text{max}$	-18 / 18	-18 / 18	-18 / 18
$l_{\text{min}} / \text{max}$	-21 / 21	-21 / 21	-21 / 21
F(000)	2388,0	2396,0	2404,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	2,30	2,46	2,69
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	1,978	1,985	2,028
R_{int}	0,1617	0,0510	0,1145
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	19019	19063	18757
Unabhängige Reflexe	4900	4930	4835
Beobachtete Reflexe	3498	4237	3675
σ -Schranke	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]
R_1 (beob. / alle)	0,0553 / 0,0789	0,0476 / 0,0568	0,0520 / 0,0726
wR_2 (beob. / alle)	0,1409 / 0,1519	0,1262 / 0,1321	0,1239 / 0,1310
S (alle)	0,972	1,096	1,027
$\Delta\rho_{\text{min/max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-2,663 / 1,354	-1,530 / 1,591	-1,515 / 1,732
Anzahl Parameter	309	314	315
Wichtung a / b	0,0737 / 0	0,0700 / 19,2948	0,0647 / 0

Tabelle 7.2.13: $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ mit SE = Tb, Dy, Y: Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Verbindung	$\text{Ag}_2\text{Tb}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Dy}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$	$\text{Ag}_2\text{Y}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$
Summenformel	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{TbN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{DyN}_{13}\text{O}_{19}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{Ag}_2\text{YN}_{13}\text{O}_{19}$
Molmasse / g / mol	1229,33	1232,91	1159,32
a / pm	1855,9(3)	1865,0(3)	1855,8(3)
b / pm	1377,2(1)	1374,7(3)	1373,4(2)
c / pm	1620,9(2)	1622,4(3)	1620,9(2)
Winkel $\alpha \beta \gamma / ^\circ$	$\beta = 102,42(1)$	$\beta = 102,57(2)$	$\beta = 102,61(2)$
Zellvolumen / 10^6 pm^3	4045,8(8)	4060(1)	4031,6(9)
Formeleinheiten	4	4	4
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)	C2/c (Nr.15)
Kristallform	Polyeder	Polyeder	Polyeder
Kristallfarbe	grün	rot	farblos
Messtemperatur / K	293	293	293
Messgerät	IPDS-I	IPDS-I	IPDS-I
Messgeometrie	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$	$0^\circ \leq \varphi \leq 200^\circ$ $\Delta \varphi = 2^\circ$
Anzahl der Bilder	100	100	100
Belichtungszeit / min	5	4	5
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch	numerisch
$T_{\text{min}} / T_{\text{max}}$	0,6972 / 0,7470	0,4299 / 0,8600	0,3154 / 0,4713
Messbereich $2\theta / ^\circ$	3,8-56,3	3,8-56,3	3,8-56,3
Indexbereich $h_{\text{min}} / h_{\text{max}}$	-24 / 24	-24 / 23	-24 / 24
$k_{\text{min}} / k_{\text{max}}$	-18 / 18	-18 / 18	-18 / 18
$l_{\text{min}} / l_{\text{max}}$	-21 / 21	-20 / 21	-20 / 20
F(000)	2408,0	2412,0	2304,0
Absorptionskoeffizient / mm^{-1}	2,78	2,87	2,48
Dichte $D_x / \text{g} / \text{cm}^3$	2,018	2,017	1,910
R_{int}	0,0298	0,0379	0,1491
Strukturlösung/-verfeinerung	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97	SIR-92 / SHELXL-97
Gemessene Reflexe	18621	18883	19033
Unabhängige Reflexe	4507	4858	4796
Beobachtete Reflexe	3683	4121	2698
σ -Schranke	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]	[$I > 2 \sigma(I)$]
R_1 (beob. / alle)	0,0400 / 0,0524	0,0401 / 0,0489	0,0570 / 0,1043
wR_2 (beob. / alle)	0,1078 / 0,1164	0,1118 / 0,1162	0,1396 / 0,1597
S (alle)	1,041	1,053	0,890
$\Delta\rho_{\text{min}/\text{max}} / 10^6 \text{ e} \cdot \text{pm}^{-3}$	-0,769 / 1,576	-1,055 / 1,762	-0,892 / 1,050
Anzahl Parameter	315	315	314
Wichtung a / b	0,0753 / 5,9817	0,0780 / 6,0425	0,0792 / 0

8. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit konnten insgesamt 17 neue Silber(I)-Verbindungen mit N-Donorliganden, sieben neue Silber(I)-Verbindungen mit Kronenethern sowie zehn neue bimetallische Silber(I)-Seltenerdmetallkomplexe synthetisiert werden. Eine Zusammenfassung aller dargestellten Verbindungen findet sich in Kapitel 8.1.

Es konnte gezeigt werden, dass Silber(I)-Verbindungen eine große Flexibilität hinsichtlich der auftretenden Koordinationszahlen aufweisen. Obwohl die Koordinationszahlen 2 und 4 dominieren, sind Koordinationszahlen bis 6 bekannt. Mit Kronenethern und Kryptanden können aufgrund ihrer Topologie auch höhere Koordinationszahlen erreicht werden, wobei hier eine Diskussion von Koordinationszahlen schwierig erscheint, da Ag^+ in Coronaten nur durch schwache Ion-Dipol-Wechselwirkungen gebunden ist. Häufig beobachtet man bei höheren Koordinationszahlen eine $2+x$ ($x=1-3$) Koordination, bei der zwei kurze und x lange koordinative Bindungen vorliegen.

Neben den Koordinationszahlen weisen auch die Koordinationsgeometrien eine große Variabilität auf. Sie reichen von Monomeren, Dimeren, Ketten und Schrauben über Stränge bis hin zu Schichten. Des Weiteren findet man sowohl 1D- als auch 2D-Koordinationspolymere, wohingegen 3D-Koordinationspolymere seltener sind.

Es konnte gezeigt werden, dass neben der Ligandentopologie die Stärke der Co-Liganden eine tragende Rolle bei der Strukturbildung einnimmt. Die Verwendung stark koordinierender Anionen wie Nitrat und Trifluoracetat führt zur Bildung von Strängen, Schichten sowie Ketten und kann zu einem nahen Zusammenrücken der Silberionen führen. Die Verwendung schwach koordinierender Anionen begünstigt dagegen die Bildung von Ketten und Monomeren. Aus den in dieser Arbeit gewonnen Erkenntnissen können die Co-Liganden nach ihrer Koordinationskraft folgendermaßen sortiert werden:



Ebenso scheinen supramolekulare Wechselwirkungen eine nicht minder wichtige Rolle bei der Strukturbildung einzunehmen, wie die Strukturen von $[\text{Ag}(\text{Tpt})(\text{Tfa})]_2(\text{H}_2\text{O})$, $\text{Ag}(\text{Kof})(\text{Tfa})$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{ClO}_4)$, $[\text{Ag}(\text{Kof})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{CF}_3\text{SO}_3)$ sowie $[\text{Ag}(\text{Cyt})_2]_2(\text{BF}_4)_2(\text{EtOH})$ belegen. Des Weiteren wurden Silber(I)-Kronenetherverbindungen mit unterschiedlich großen Kronenetherhohlräumen und teilweise ankondensierten

Benzolringen untersucht. Die synthetisierten Verbindungen können den bereits von *Pedersen* beschriebenen, 1:1- oder 1:2-Typen [39] zugeordnet werden. Die Verwendung des Kronenethers 15-Krone-5 führte zum 1:2-Strukturtyp, wohingegen mit Benzo-15-Krone-5 die Bildung von Dimeren des Typs 1:1 bevorzugt ist. Mit den Kronenethern 18-Krone-6, Benzo-18-Krone-6 sowie Dibenzo-18-Krone-6 konnte ebenfalls eine Bildung von Dimeren beobachtet werden, die dem Strukturtyp 1:1 zuzuordnen sind. Diese Dimere werden entweder durch eine η^2 -Koordination der Benzolringe oder eine Ag-O-Bindung zum nächsten Kronenether gebildet. Die η^2 -Koordination des Benzolrings sowie die Koordination von Lösemittelmolekülen scheinen Effekte zu sein, die auf die Verwendung schwach koordinierender Anionen zurückzuführen sind.

Im Rahmen dieser Arbeit konnten ebenso die bimetallichen Silber-Seltenerdmetall-Komplexe $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ (SE = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Y) und $[\text{Ag}(\text{Krypt222})][\text{Gd}(\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ dargestellt werden. In allen Verbindungen liegen sowohl die Silberkationen als auch die dreiwertigen Seltenerdmetall-Kationen in ihren typischen Koordinationspolyedern vor. Überraschenderweise nehmen die Elementarzellvolumina in $\text{Ag}_2\text{SE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$ vom Lanthan zum Yttrium nicht stetig ab, wie man es aufgrund der Lanthanidenkontraktion erwarten würde. Andererseits zeigt sich diese dennoch in der stetigen Abnahme der SE-O-Abstände.

Wie die große Flexibilität der Silber(I)-Koordinationsverbindungen zeigt, stellt die Silber(I)-Chemie, trotz der zahlreichen, bereits durchgeführten Arbeiten, ein für die Zukunft interessantes Betätigungsfeld dar. Eine Vorhersage über mögliche Koordinationszahlen und Koordinationsgeometrien gestaltet sich als schwierig und bedarf weiterer Untersuchungen. Eine Synthese von Silber(I)-Kronenetherverbindungen mit schwach koordinierenden Anionen unter inerten Bedingungen wäre für die Untersuchungen der in dieser Arbeit gezeigten Lösemiteleinflüsse wünschenswert.

Überraschenderweise sind neben einigen Silber(II)-Thiokronenetherverbindungen [9] keine weiteren Silber(II)-Kronenetherverbindungen bekannt. Die Synthese solcher Verbindungen mit vor allem schwach koordinierenden Liganden stellt ebenfalls ein für die Zukunft interessantes Untersuchungsgebiet dar.

Aufgrund vielseitiger Anwendungsmöglichkeiten bimetallicher Seltenerd-Silber-Verbindungen könnte zudem ein besonderes Augenmerk auf der Synthese neuer Verbindungen auf diesem Forschungsgebiet liegen.

8.1 Zusammenstellung der neuen Verbindungen

8.1.1 Silber(I)-Komplexe mit N-Donorliganden



$a = 1491,8(4) \text{ pm}$

$\beta = 108,00(3)^\circ$

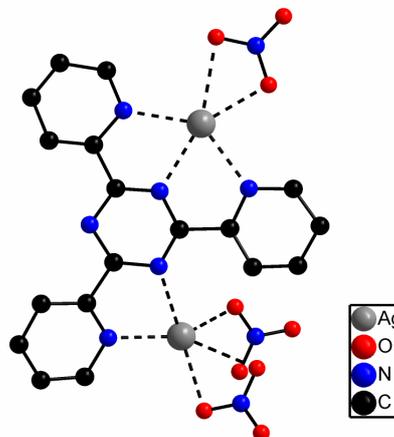
$b = 675,1(1) \text{ pm}$

$c = 2080,1(5) \text{ pm}$

$V = 1992,2(8) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 4$

$P2_1/c$ (Nr. 14)



$a = 1401,4(2) \text{ pm}$

$\beta = 105,7(2)^\circ$

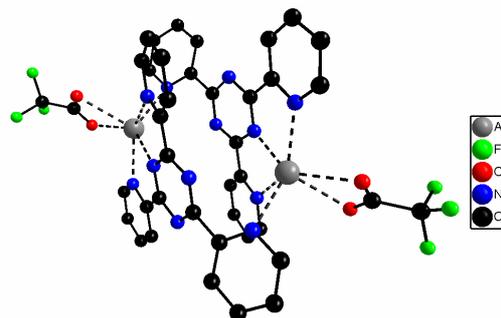
$b = 1082,9(1) \text{ pm}$

$c = 1355,8(2) \text{ pm}$

$V = 1980,1(5) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 2$

$P2/c$ (Nr. 13)



$a = 1285,0(3) \text{ pm}$

$\beta = 100,67(2)^\circ$

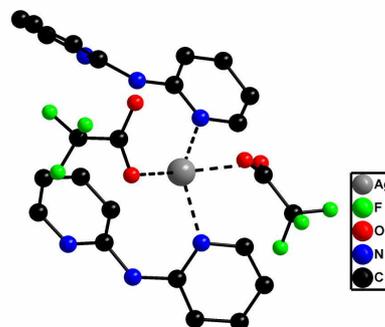
$b = 925,2(1) \text{ pm}$

$c = 2270,1(5) \text{ pm}$

$V = 2652,2(9) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 8$

$C2/c$ (Nr. 15)



Ag(Dpa)(PF₆)

a = 1552,6(4) pm

b = 1023,0(4) pm

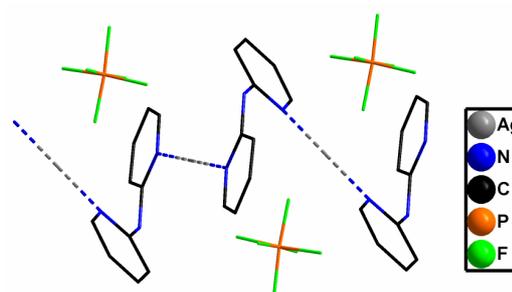
c = 853,2(2) pm

V = 1295,6(7) 10⁶ pm³

Z = 4

C2/c (Nr. 15)

$\beta = 107,04(2)^\circ$



Ag(Pip)(NO₃) (RT)

a = 868,3(1) pm

b = 868,1(2) pm

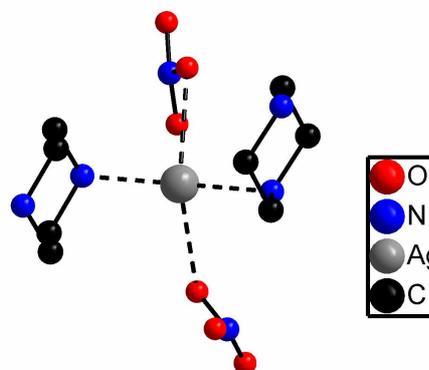
c = 1312,7(2) pm

V = 772,3(2) 10⁶ pm³

Z = 4

P2₁/c (Nr. 14)

$\beta = 128,700(1)^\circ$



Ag(Pip)(NO₃) (TT)

a = 863,0(1) pm

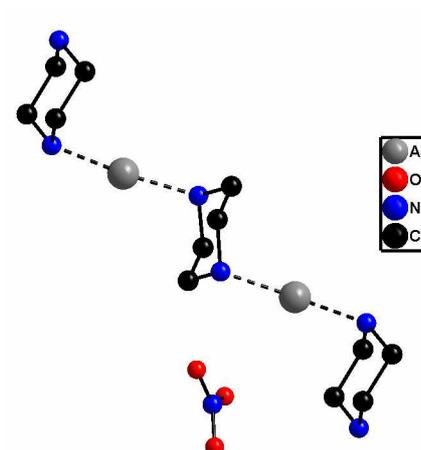
b = 1130,0(1) pm

c = 1542,7(3) pm

V = 1504,3(3) 10⁶ pm³

Z = 8

Pbca (Nr. 61)



[Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆)

a = 941,7(1) pm

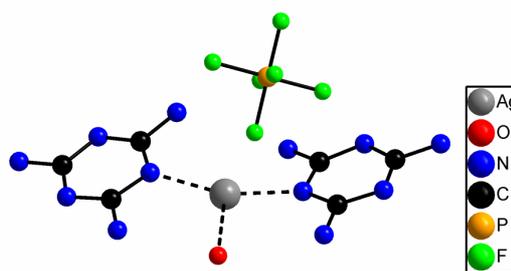
b = 2257,5(2) pm

c = 772,71(8) pm

V = 1642,7(3) 10⁶ pm³

Z = 4

Pbcn (Nr. 60)



Ag₂(Dpt)₃F₂

a = 1338,06(9) pm

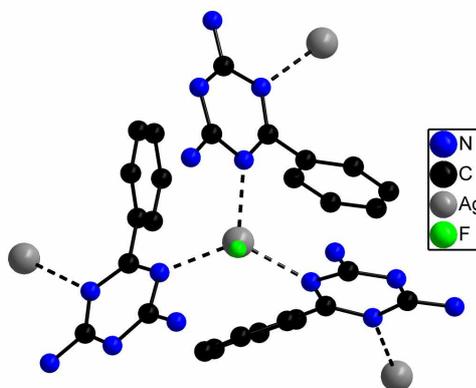
b = 1536,7(1) pm

c = 1765,0(1) pm

V = 3629,1(5) 10⁶ pm³

Z = 4

I2₁2₁2₁ (Nr. 24)



Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂

a = 1784,6(2) pm

b = 1220,2(1) pm

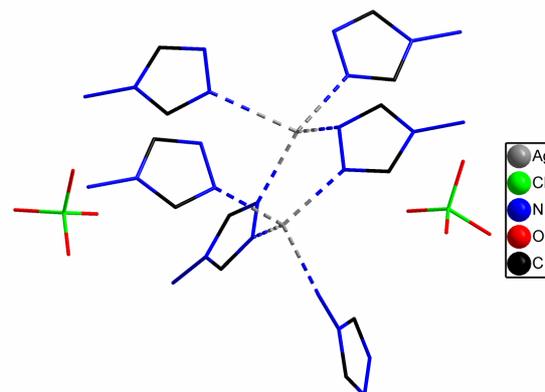
c = 1848,6(2) pm

V = 3813,4(7) 10⁶ pm³

Z = 8

P2₁/c (Nr. 14)

$\beta = 108,67(1)^\circ$



Ag(Aba)(Tfa)

$a = 491,13(8) \text{ pm}$

$b = 1159,9(1) \text{ pm}$

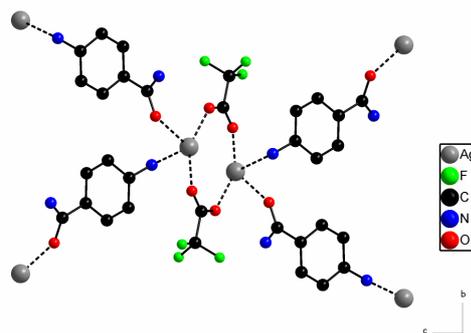
$c = 1959,1(3) \text{ pm}$

$V = 1112,8(3) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 4$

$P2_1/c$ (Nr. 14)

$\beta = 94,35(2)^\circ$



Ag(Aba)(NO₃)

$a = 989,6(1) \text{ pm}$

$b = 1230,6(1) \text{ pm}$

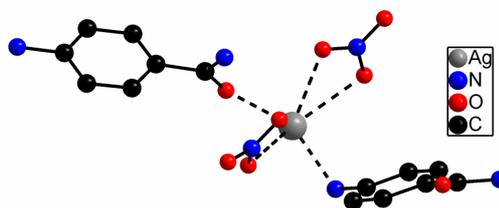
$c = 826,7(1) \text{ pm}$

$V = 931,1(2) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 4$

$P2_1/c$ (Nr. 14)

$\beta = 112,35(1)^\circ$



Ag₂(Aba)(NO₃)₂

$a = 1727,3(3) \text{ pm}$

$b = 1004,8(3) \text{ pm}$

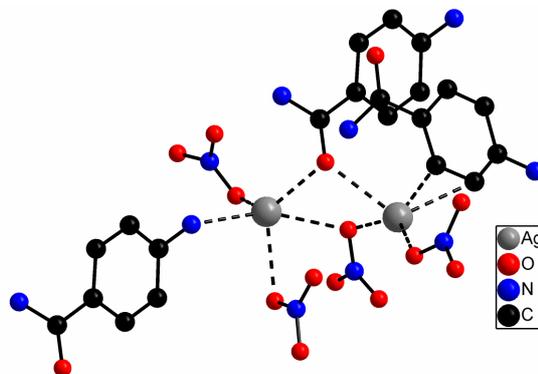
$c = 670,6(2) \text{ pm}$

$V = 1144,7(5) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 4$

Cc (Nr. 9)

$\beta = 100,40(1)^\circ$



Ag(Kof)(Tfa)

$a = 1191,7(2) \text{ pm}$

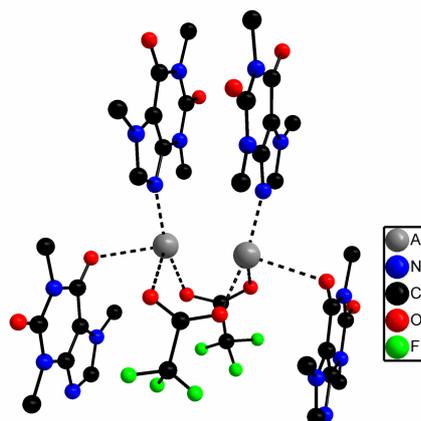
$b = 3224,5(5) \text{ pm}$

$c = 1444,4(2) \text{ pm}$

$V = 5550(1) 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 16$

Fdd2 (Nr. 43)



[Ag(Kof)₂](SiF₆)(EtOH)₂

$a = 1380,7(1) \text{ pm}$

$\beta = 124,706(6)^\circ$

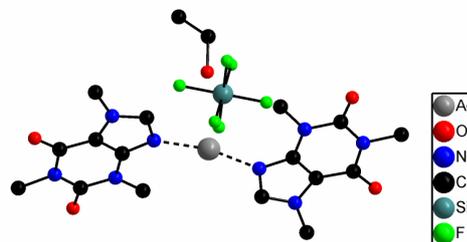
$b = 959,7(1) \text{ pm}$

$c = 2104,0(2) \text{ pm}$

$V = 2291,8(4) 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 2$

P2/c (Nr. 13)



[Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄)

$a = 875,6(5) \text{ pm}$

$\alpha = 101,71(8)^\circ$

$b = 957,6(5) \text{ pm}$

$\beta = 100,03(8)^\circ$

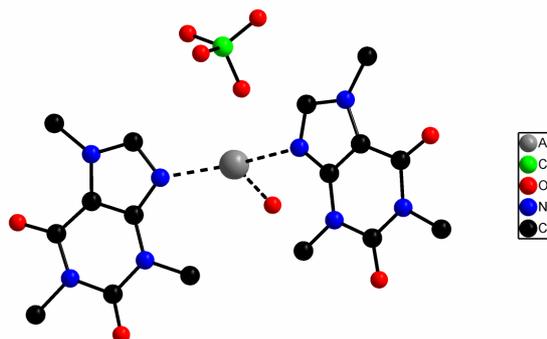
$c = 1507(1) \text{ pm}$

$\gamma = 110,87(6)^\circ$

$V = 1114(1) 10^6 \text{ pm}^3$

$Z = 2$

P1 (Nr. 2)



[Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃)

a = 1598,1(3) pm

β = 106,61(2)°

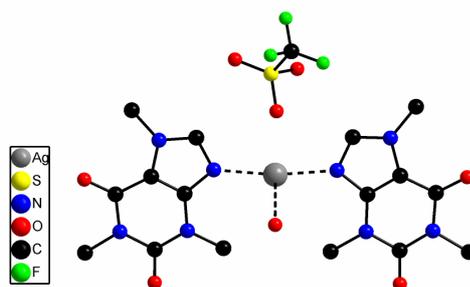
b = 894,5(1) pm

c = 1783,7(4) pm

V = 2443,4(7) 10⁶ pm³

Z = 4

P2₁/c (Nr. 14)



Ag₈(Ins)₆(NO₃)₂ [84]

a = 1098,2(2) pm

α = 75,82(1)°

b = 1161,9(2) pm

β = 80,96(1)°

c = 1736,1(2) pm

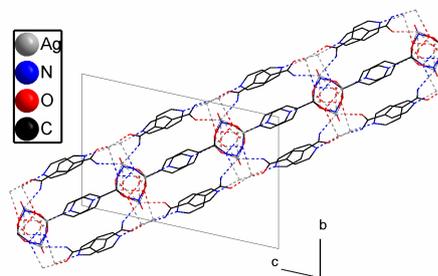
γ = 76,40(1)°

V = 2075,9(5) 10⁶ pm³

Z = 2

P1 (Nr. 2)

Verbindung ist bereits
bekannt.



[Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH)

a = 1012,8(5) pm

β = 108,482(5)°

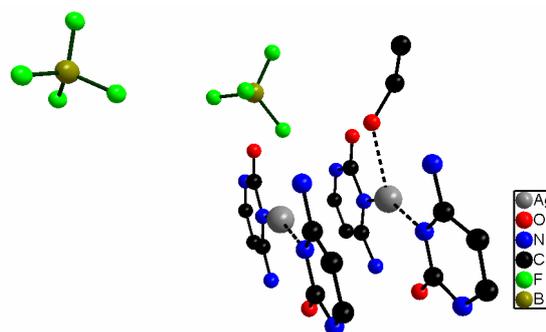
b = 2434,3(5) pm

c = 1246,8(5) pm

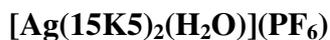
V = 2915(2) 10⁶ pm³

Z = 4

P2₁/c (Nr. 14)



8.1.2 Silber(I)-Komplexe mit Kronenethern



$$a = 1422,8(2) \text{ pm}$$

$$\beta = 120,88(1)^\circ$$

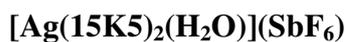
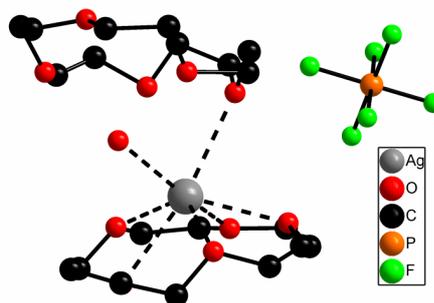
$$b = 1281,1(1) \text{ pm}$$

$$c = 1898,0(4) \text{ pm}$$

$$V = 2969,1(8) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$$

$$Z = 4$$

$$P2_1/c \text{ (Nr. 14)}$$



$$a = 1448,6(2) \text{ pm}$$

$$\beta = 121,67(1)^\circ$$

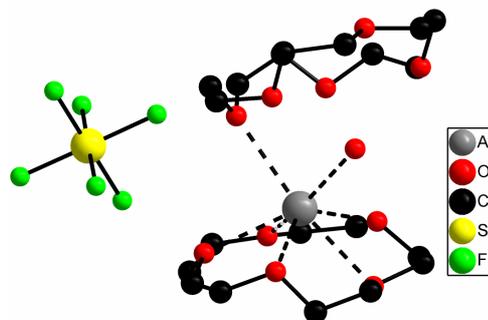
$$b = 1298,5(1) \text{ pm}$$

$$c = 1909,8(3) \text{ pm}$$

$$V = 1980,1(5) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$$

$$Z = 4$$

$$P2_1/c \text{ (Nr. 14)}$$



$$a = 1455,4(5) \text{ pm}$$

$$\beta = 126,81(3)^\circ$$

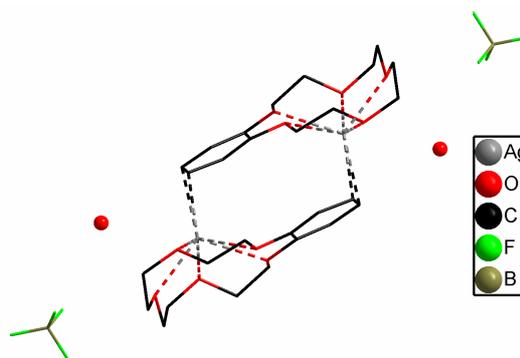
$$b = 764,2(1) \text{ pm}$$

$$c = 2040,7(9) \text{ pm}$$

$$V = 1817(1) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$$

$$Z = 4$$

$$P2_1/c \text{ (Nr. 14)}$$



[Ag(18K6)(SbF₆)]

a = 931,2(2) pm

b = 967,1(2) pm

c = 1172,3(2) pm

V = 967,9(3) · 10⁶ pm³

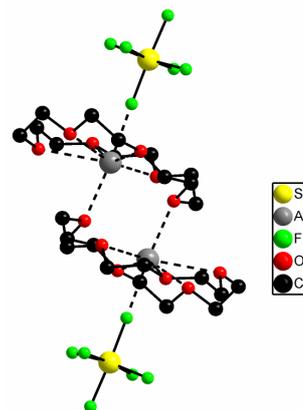
Z = 2

P1 (Nr. 2)

α = 104,16(3)°

β = 91,52°

γ = 107,95(3)°



[Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆)

a = 1129,3(1) pm

b = 1136,5(1) pm

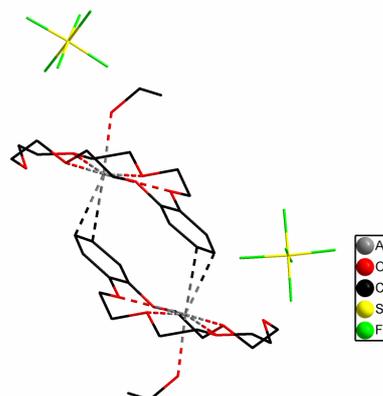
c = 2100,4(2) pm

V = 2467,6(4) · 10⁶ pm³

Z = 4

P2₁/c (Nr. 14)

β = 113,738(9)°



[Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄)

a = 947,3(1) pm

b = 958,1(1) pm

c = 1207,0(2) pm

V = 1023,0(3) · 10⁶ pm³

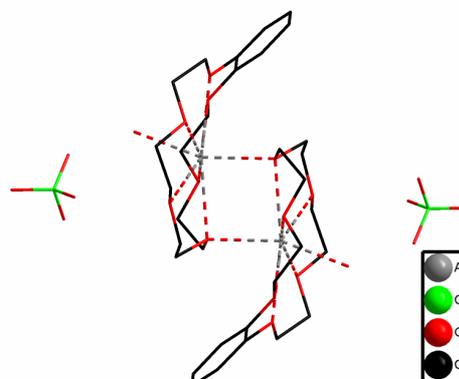
Z = 2

P1 (Nr. 2)

α = 77,44(2)°

β = 76,71(2)°

γ = 77,06(2)°





a = 1845,8(4) pm

β = 94,49(2)°

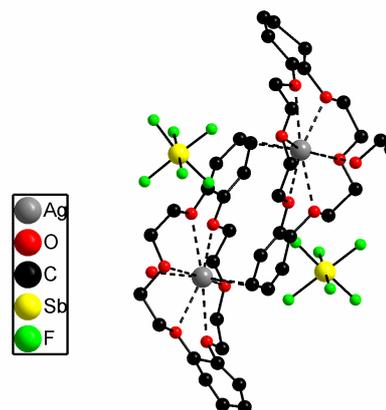
b = 1617,7(3) pm

c = 1827,1(4) pm

V = 5439(2) · 10⁶ pm³

Z = 4

P2₁/c (Nr. 14)



8.1.3 Bimetallische Silber(I)-Seltenerdmetall-Komplexe



a = 1856,2(3) pm

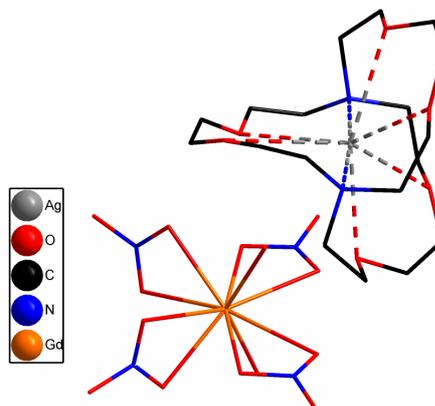
b = 1820,8(2) pm

c = 1931,9(2) pm

V = 6529(1) · 10⁶ pm³

Z = 8

Pbcn (Nr. 60)



a = 1860,9(3) pm

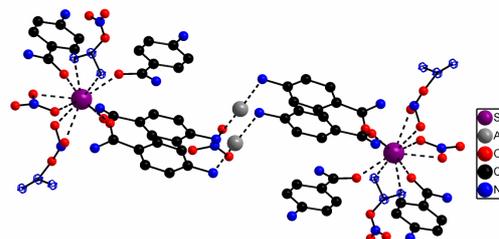
b = 1389,2(1) pm

c = 1630,7(2) pm

V = 4124,3(9) · 10⁶ pm³

Z = 4

C2/c (Nr. 15)



¹⁰ An dieser Stelle sind nur die Zelldaten für Ag₂La(Aba)₄(NO₃)₅ angegeben. Die Zelldaten der isotypen Verbindungen können dem Speziellen Teil entnommen werden.

9. Verzeichnisse

9.1 Verzeichnis verwendeter Geräte und Computerprogramme

Tabelle 9.1: Verzeichnis verwendeter Geräte und Computerprogramme.

Gerät	Verwendung
Imaging-Plate-Diffraction-System I (IPDS I) der Firma STOE & CIE	Einkristallröntgendiffraktometrie
Imaging-Plate-Diffraction-System II (IPDS II) der Firma STOE & CIE	Einkristallröntgendiffraktometrie
G670 der Firma Huber	Röntgenpulverdiffraktometrie
STADIP der Firma STOE & CIE	Röntgenpulverdiffraktometrie
IFS/66v/S der Firma Bruker	MIR-Spektroskopie
Alpha-T der Firma Bruker	MIR-Spektroskopie
U-2900 der Firma Hitachi	UV/VIS-Spektroskopie
STA 409 der Firma Netzsch	DTA/TG-Messungen
Programm	Verwendung
X-Red 1.22 [69]	Reduktion der aus dem Röntgenbeugungsexperiment erhaltenen Daten
X-Area Main Menu Version 1.16 [70]	Programm zur Steuerung von Diffraktometern sowie zur Integration und Zellbestimmung von Einkristalldaten.
X-Shape Version 1.06 [73]	numerische Absorptionskorrektur
SIR-92 [71]	Berechnung von Strukturvorschlägen aus Diffraktometerdaten unter Verwendung der Direkten Methoden
SHELXL-97 [88]	Verfeinerung der Strukturparameter durch Fourier- und Differenzfourier- Synthese, Methode der kleinsten Fehlerquadrat

Programm	Verwendung
Platon for Windows v 1.12 [89]	Überprüfung der Symmetrie der gewählten Raumgruppe
WinGX-Version 1.70.01 [72]	Windows-Benutzeroberfläche zur Kristallstrukturlösung mit integrierten Programmen (SIR-92, SHELXL-97 etc.)
DIAMOND V3.0a [90]	Programm zur Darstellung von Kristallstrukturen.
DIAMOND V2.1 [91]	Programm zur Darstellung von Kristallstrukturen.
ISIS/Draw V 2.5 [92]	Zeichenprogramm
ORIGIN 8 [77]	Visualisierungsprogramm zur Datenanalyse
CSD (Cambridge Structural Database System) [75]	Datenbank organischer und Metallorganischer Kristallstrukturen
WINXPOW, Version 2.22 [76]	Programm zur Auswertung von Pulverdiffraktogrammen
GSAS-General Structure Analysis System 2001 [78]	Rietveld-Verfeinerung

9.2 Literaturverzeichnis

- [1] A. Berners, Silber(I)-Komplexe mit N-Heterozyklen, **2003**, Schriftliche Hausarbeit im Rahmen der Ersten Staatsprüfung.
- [2] H.-R. Christen, G. Meyer, Allgemeine und Anorganische Chemie, Band II, **1995**, Salle + Sauerländer, Frankfurt am Main, Aarau, Salzburg.
- [3] A. F. Holleman, N. Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, **1995**, 101. Auflage, W. de Gruyter, Berlin.
- [4] Gmelins - Handbuch der Anorganischen Chemie, Silber Teil A, **1970**, 8 Auflage, Verlag Chemie, Weinheim.
- [5] M. Sehabi, Komplexe des einwertigen Silbers mit N-Heterozyklen und Anionen als Co-Liganden, **2006**, Dissertation Köln.
- [6] [www.chem.uni-potsdam.de / anorganik / Kapitel 29.pdf](http://www.chem.uni-potsdam.de/anorganik/Kapitel29.pdf)
- [7] Gmelins - Handbuch der Anorganischen Chemie, Silber Teil B6, **1975**, 8. Auflage, Springer - Verlag.
- [8] K. B. Mertes, *Inorg. Chem.*, **1978**, Vol. 17, No. 1.
- [9] M. Kampf, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **2004**, 630, 2669-2676.
- [10] M. L. Simms, J. L. Atwood, D. A. Zatko, *J. C. S. Chem. Comm.*, **1973**, 46-47.
- [11] J. R. Lotz, B. P. Block, W. C. Fernelius, *J. Phys. Chem.*, **1959**, 63(4), 541-544.
- [12] S. Ahrland, J. Chatt, N. R. Davies, A. A. Williams, *J. Chem. Soc.*, **1958**, 264-276.
- [13] E. Riedel: Moderne Anorganische Chemie, 3. Auflage, **2007**, de Gruyter, Berlin.
- [14] C. J. Pedersen, *J. Am. Chem. Soc.*, **1967**, 89, 7017-7036.
- [15] C. Link, Neue Polyiodid-Anionen mit komplexen einwertigen Krypt(2,2,2)-Kationen, **2007**, Schriftliche Hausarbeit im Rahmen der Ersten Staatsprüfung.
- [16] H.-J. Buschmann, *Chem. Ber.*, **1985**, 118, 4297-4302.
- [17] F. Vögtle, P. Neumann, *Chemiker Zeitung*, **1973**, 97, 600-610.
- [18] S. Staub, Entwicklung und Anwendung einer Ionenpaar-Chromatographie mit makrocyclischen Polyethern zur Analyse anionischer Spezies in aquatischen Kompartimenten, Dissertation 2002, Hamburg.
- [19] H. K. Frensdorff, *J. Am. Chem. Soc.*, **1971**, 93(3), 600-606.
- [20] www.chemie.uni-koeln.de/services/dissonline/date/dissertation/Norbert_Loew/html.
- [21] R. Leppkes, F. Vögtle, *Chem. Ber.*, **1983**, 116, 215-219.
- [22] G. Meyer, M. Sehabi, I. Pantenburg: Coordinative Flexibility of Monovalent Silver in $[\text{Ag}^{\text{I}} \leftarrow \text{L1}] \text{L2}$ Complexes, Design and Construction of Coordination Polymers, **2009**, Wiley.

- [23] I. Krossing, N. Trapp, *Nachrichten aus der Chemie*, **2009**, 57, 632-637.
- [24] I. Krossing, I. Raabe, *Angew. Chem.*, **2004**, 116, 2116.
- [25] D. Stasko, C. A. Reed, *J. Am. Chem. Soc.*, **2002**, 124, 7, 1148-1149.
- [26] C. A. Reed, *Acc. Chem. Res.*, **1998**, 31, 133-139.
- [27] J. Huheey, E. Keiter, R. Keiter, *Anorganische Chemie*, 3. Auflage, W. de Gruyter.
- [28] G.-C. Guo, T. C. W. Mak, *Angew. Chemie*, **1998**, 110, 22, 3296-3299.
- [29] M. A. Omary, T. R. Webb, Z. Assefa, *Inorg. Chem.*, **1998**, 37, 1380-1386.
- [30] B. Djordjević, Beiträge zur Polyaurylierung C-H-acider Verbindungen, **2004**,
Dissertation München.
- [31] C.-M. Che, M.-C. Tse, M. C. W. Chan, K.-K. Cheung, D.L. Philipps, K.-H. Leung,
J. Am. Chem. Soc., **2000**, 122, 2464-2468.
- [32] F. A. Cotton, X. Feng, M. Matusz, R. Poli, *J. Am. Chem. Soc.*, **1988**, 110, 7077-7083.
- [33] X.-M. Chen, T.C.W. Mak, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **1991**, 1219-1222.
- [34] H. Schmidbaur, *Chem. Soc. Rev.*, **1995**, 391-400.
- [35] P. Pyykkö, *Chem. Rev.*, **1988**, 88, 563-594.
- [36] N. Rösch, A. Görling, D.E. Ellis, H. Schmidbaur, *Angew. Chem.*, **1989**, 101, 1410-1412.
- [37] J. W. Steed, J. L. Atwood, *Supramolecular Chemistry*, **2000**, Wiley-VCH Verlag,
Weinheim.
- [38] C. A. Hunter, J. K. M. Sanders, *J. Am. Chem. Soc.*, **1990**, 112, 5525-5534.
- [39] C. J. Pedersen, *J. Am. Chem. Soc.*, **1970**, 92, 386-391.
- [40] C. Walbaum, Neue Poly(inter)halogenide mit Kronenether-stabilisierten Kationen,
2009, Dissertation Köln.
- [41] T. Nishinaga, T. Kawamura, *Chem. Comm.*, **1998**, 2263.
- [42] P. G. Jones, *Acta Cryst.*, **1996**, C52, 1380-1384.
- [43] M. Wen, *Inorganica Chimica Acta*, **2002**, 338, 111-118.
- [44] C. Klaphor, **2009**, Komplexierung von Silbersalzen mit Kronenethern, Schriftliche
Hausarbeit im Rahmen der Ersten Staatsprüfung.
- [45] K. Mölders, **2009**, Silber(I)-Kronenetherkomplexe, Schriftliche Hausarbeit im Rahmen
der Ersten Staatsprüfung.
- [46] L. Han, *Inorg. Chem. Comm.*, **2009**, 12, 385-387.
- [47] X. Gu, *Inorg. Chem.*, **2006**, 45, 9257-9261.
- [48] X. Gu, *Crystal Growth & Design*, **2006**, 6, 11, 2551-2557.
- [49] X. Gu, D. F. Xue, *CrystEng Comm.*, **2007**, 9, 471.
- [50] H. Deng, Y-H Li, Y. C. Qiu, Z. H. Liu, M. Zeller, *Inorg. Chem. Commun.*, **2008**, 151.

- [51] Y. G. Sun, X. M. Yan, F. Ding, E. J. Gao, W. Z. Zhang, F. Verpoort, *Inorg. Chem. Comm.*, **2008**, 11, 1117.
- [52] J. X. Mou, R. H. Zeng, Y. C. Qiu, W. G. Zang, H. Deng, M. Zelle, *Inorg. Chem. Comm.*, **2008**, 11, 1347.
- [53] Y. C. Qiu, H. G. Liu, Y. Ling, H. Deng, R. H. Zeng, G. Y. Zhou, M. Zeller, *Inorg. Chem. Comm.*, **2007**, 10, 1399.
- [54] Y.-K. He, Z.-B. Han, *Inorg. Chem. Comm.*, **2007**, 10, 1523-1526.
- [55] Q. Y. Lian, C.-D. Huang, R.-H. Zeng, Y.-C. Qiu, J.-X. Mou, H. Deng, M. Zeller, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **2009**, 635, 393-398.
- [56] N. Cesur, Komplexe des Mangans als potentielle Molekularmagnete, **2006**, Dissertation Köln.
- [57] R.G. Pearson, *J. Am. Chem. Soc.*, **1963**, 85, 3533.
- [58] R.G. Pearson, *J. Chem. Educ.*, **1987**, 64, 561.
- [59] P.A. Edwards, J.D. Corbett, *Inorg. Chem.*, **1977**, 16, 4, 903-907.
- [60] C.J. Pedersen, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **1988**, 27, 1021-1027.
- [61] C.J. Pedersen, *J. Am. Chem. Soc.*, **1967**, 89, 2495.
- [62] J.-C. Bünzli, D. Wessner, *Coord. Chem. Rev.*, **1984**, 60, 191.
- [63] A. Cassol, A. Seminara, G. De Paoli, *Inorg. Nucl. Chem. Lett.*, **1973**, 9, 1163.
- [64] F. Benetollo, *Inorg. Chim. Acta*, **1985**, 110, 7.
- [65] Y. Guangdi, *Inorg. Chim Acta*, **1987**, 131, 125.
- [66] J. Mao, *Polyhedron*, **1994**, 13, 319.
- [67] H. J. Schneider, A. Yatsimirsky, Principles and Methods in Supramolecular Chemistry, **2000**, Wiley.
- [68] W. Massa, Kristallstrukturbestimmung, **2005**, 4. Auflage, Teubner Verlag, Stuttgart.
- [69] STOE X-RED Vers. 1.22, Data Reduction for IPDS, **2001**, STOE & CIE, Darmstadt.
- [70] X-AREA Vers. 1.16, **2002**, STOE & CIE, Darmstadt.
- [71] A. Altomare, G. Cascarano, C. Giacovazzo, A. Guialardi, *J. Appl. Cryst.*, **1993**, 26, 343-350.
- [72] L. J. Farrugia, *J. Appl. Cryst.*, **1999**, 32, 837-838.
- [73] STOE X-SHAPE Vers. 1.06, **1999**, STOE & CIE Darmstadt.
- [74] I. Pantenburg, Über Polyiodid-Anionen mit komplexen Kronenether-Kationen, **2001**, Dissertation, Köln.
- [75] CSD: Cambridge Structural Database, ConQuest Version 1.11, **2009**.
- [76] WinXPOW, Version 2.22, **2007**, STOE & CIE GmbH, Darmstadt

-
- [77] Origin 8, OriginLab Corporation, Northhampton.
- [78] GSAS-General Structure Analysis System © 2001, Regents of the University of California.
- [79] M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, *Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie*, 7. Auflage, Thieme, Stuttgart.
- [80] J. Weidlein, U. Müller, K. Dehnicke, *Schwingungsspektroskopie*, **1982**, Thieme.
- [81] www.analytik.de
- [82] M. Munakata, L. P. Wu, *Inorg. Chem.*, **1999**, 38, 5674-5680.
- [83] C. A. Hunter, K. R. Lawson, J. Perkins, C. J. Urch, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, **2001**, 651-669.
- [84] F.- T. Xie, H.-Y. Bie, *J. Solid State Chem.*, **2005**, 178, 2858-2866.
- [85] P. D. Prince, J. W. Steed, *Supramolecular Chemistry*, **1998**, 10, 155-158.
- [86] S. Cotton, *Lanthanide and Actinide Chemistry*, **2006**, Wiley.
- [87] G. Meyer, *Chemie in unserer Zeit*, **2001**, 2, 121.
- [88] G. M. Sheldrick, SHELXL-97, A Program for Crystal Structure Refinement, **1997**, Universität Göttingen.
- [89] Platon for Windows Taskbar v1.12., University of Glasgow.
- [90] Diamond, Version 3.0 a, **2004**, Crystal Impact GbR, Bonn, Germany.
- [91] Diamond, Version 2.1 a, **1999**, Crystal Impact GbR, Bonn, Germany.
- [92] ISIS/Draw, Version 2.5, MDL Information Systems.

10. Anhang

10.1 Ag₂(Tpt)(NO₃)₂

Tabelle 10.1.1: Ag₂(Tpt)(NO₃)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,5309(1)	0,8525(3)	0,2999(1)	0,064(1)
Ag(2)	0,725(1)	0,6513(3)	0,1697(1)	0,072(1)
O(1)	0,1357(6)	0,444(2)	0,2613(5)	0,084(4)
O(2)	0,881(6)	0,296(2)	0,3328(5)	0,081(4)
O(3)	-0,0037(6)	0,341(3)	0,2367(5)	0,120(5)
O(4)	0,6146(6)	0,827(2)	0,4155(4)	0,084(4)
O(5)	0,7626(6)	0,820(2)	0,4699(5)	0,099(4)
O(6)	0,7175(7)	0,838(3)	0,3628(6)	0,112(4)
N(14)	0,2235(5)	0,830(2)	0,1708(4)	0,040(3)
N(4)	0,0722(7)	0,362(3)	0,2764(6)	0,068(4)
N(5)	0,6990(8)	0,836(2)	0,4159(6)	0,058(3)
N(11)	0,0692(7)	0,7380(2)	0,0639(5)	0,053(4)
N(12)	0,3132(6)	0,830(2)	0,0914(4)	0,040(3)
N(13)	0,3854(6)	0,866(2)	0,2081(4)	0,047(3)
N(15)	0,5594(5)	0,868(2)	0,1944(4)	0,046(3)
N(16)	0,3912(5)	0,862(2)	0,3376(4)	0,038(2)
C(109)	0,6456(7)	0,872(3)	0,1893(5)	0,045(4)
C(11)	-0,0147(8)	0,721(2)	0,0117(7)	0,053(4)
C(12)	-0,0220(9)	0,773(2)	-0,0531(6)	0,052(5)
C(13)	0,0549(9)	0,832(3)	-0,0675(6)	0,065(5)
C(14)	0,1425(8)	0,854(3)	-0,0161(6)	0,058(4)
C(15)	0,1440(7)	0,799(2)	0,0496(6)	0,039(4)
C(16)	0,3915(7)	0,846(2)	0,1463(6)	0,045(3)
C(17)	0,3029(6)	0,857(2)	0,2183(5)	0,034(3)
C(18)	0,2321(7)	0,820(2)	0,1080(6)	0,038(4)
C(110)	0,6618(7)	0,868(3)	0,1257(6)	0,056(4)
C(111)	0,5875(8)	0,849(3)	0,0686(6)	0,056(4)
C(112)	0,4946(7)	0,848(3)	0,0733(5)	0,047(3)
C(113)	0,4854(6)	0,852(3)	0,1353(5)	0,042(3)
C(114)	0,3904(8)	0,873(3)	0,4014(5)	0,054(4)
C(115)	0,3106(8)	0,896(2)	0,4221(5)	0,051(4)
C(116)	0,2249(8)	0,921(2)	0,3711(6)	0,054(5)
C(117)	0,2217(7)	0,913(2)	0,3055(5)	0,049(5)
C(118)	0,3052(7)	0,877(2)	0,2913(5)	0,038(3)

Tabelle 10.1.2: $\text{Ag}_2(\text{Tpt})(\text{NO}_3)_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,047(1)	0,092(1)	0,045(1)	0,001(1)	0,003(1)	0,001(1)
Ag(2)	0,063(1)	0,094(1)	0,058(1)	0,010(1)	0,017(1)	-0,010(1)
O(1)	0,055(6)	0,100(1)	0,092(8)	0,047(7)	0,015(5)	0,015(6)
O(2)	0,090(7)	0,080(1)	0,076(7)	0,018(7)	0,037(6)	0,019(6)
O(3)	0,053(5)	0,200(2)	0,095(8)	0,019(1)	0,002(5)	-0,004(9)
O(4)	0,035(5)	0,15(1)	0,060(6)	0,013(8)	0,006(4)	0,010(7)
O(5)	0,050(5)	0,14(1)	0,090(8)	0,013(9)	-0,007(5)	0,022(7)
O(6)	0,116(8)	0,15(1)	0,085(8)	-0,01(1)	0,054(7)	0,01(1)
N(14)	0,026(4)	0,064(9)	0,032(5)	0,000(6)	0,012(4)	0,007(6)
N(4)	0,041(6)	0,11(1)	0,064(8)	0,01(1)	0,029(6)	0,027(9)
N(5)	0,059(7)	0,06(1)	0,058(7)	-0,005(9)	0,017(6)	0,003(8)
N(11)	0,048(6)	0,06(1)	0,046(6)	-0,013(6)	0,002(5)	-0,004(5)
N(12)	0,036(5)	0,043(9)	0,040(5)	-0,003(6)	0,011(4)	-0,003(6)
N(13)	0,047(5)	0,050(9)	0,033(5)	0,001(7)	-0,003(4)	0,014(7)
N(15)	0,035(5)	0,063(9)	0,045(6)	0,011(7)	0,020(4)	0,010(6)
N(16)	0,044(5)	0,032(8)	0,037(5)	-0,005(6)	0,010(4)	-0,008(6)
C(109)	0,046(7)	0,05(1)	0,039(7)	-0,001(8)	0,008(5)	-0,006(8)
C(11)	0,042(7)	0,04(1)	0,08(1)	-0,016(8)	0,017(7)	-0,010(6)
C(12)	0,027(6)	0,08(1)	0,037(7)	-0,012(7)	-0,010(5)	0,017(6)
C(13)	0,080(9)	0,052(13)	0,039(7)	-0,008(9)	-0,017(7)	0,05(1)
C(14)	0,073(8)	0,06(1)	0,048(8)	-0,01(1)	0,027(6)	-0,01(1)
C(15)	0,025(6)	0,04(1)	0,045(7)	-0,008(7)	0,003(5)	0,004(6)
C(16)	0,041(6)	0,021(9)	0,060(8)	-0,020(9)	-0,003(5)	-0,012(7)
C(17)	0,016(5)	0,041(9)	0,045(6)	0,007(8)	0,011(4)	-0,007(7)
C(18)	0,034(6)	0,03(1)	0,046(7)	0,003(7)	0,009(5)	0,022(7)
C(110)	0,046(7)	0,07(1)	0,055(8)	0,01(1)	0,015(6)	-0,009(9)
C(111)	0,065(8)	0,03(1)	0,064(9)	0,01(1)	0,009(7)	0,015(9)
C(112)	0,049(7)	0,06(1)	0,033(6)	-0,004(9)	0,015(5)	-0,002(9)
C(113)	0,023(5)	0,05(1)	0,056(7)	0,004(9)	0,014(5)	0,002(7)
C(114)	0,084(8)	0,06(1)	0,021(6)	0,008(8)	0,015(6)	-0,01(1)
C(115)	0,061(7)	0,07(2)	0,035(7)	-0,005(7)	0,034(6)	-0,013(8)
C(116)	0,051(7)	0,06(2)	0,043(7)	0,000(7)	0,011(6)	0,000(7)
C(117)	0,031(6)	0,08(2)	0,034(7)	-0,012(7)	0,006(5)	0,001(7)
C(118)	0,056(7)	0,03(1)	0,036(6)	0,001(7)	0,022(5)	-0,002(7)

10.2 [Ag(Tpt)(Tfa)]₂(H₂O)Tabelle 10.2.1: [Ag(Tpt)(Tfa)]₂(H₂O): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Ag(1)	0,1686(1)	0,7253(1)	0,1151(1)	0,047(1)
F(1)	0,3841(2)	0,9342(4)	0,4251(3)	0,109(1)
F(2)	0,4075(3)	1,0571(4)	0,3097(3)	0,118(2)
F(3)	0,4961(2)	0,8987(3)	0,3519(2)	0,073(1)
O(2)	0,2672(2)	0,9236(4)	0,1904(3)	0,070(1)
O(1)	0,3356(3)	0,7527(4)	0,2641(3)	0,077(1)
N(11)	0,2455(2)	0,6955(3)	-0,0278(2)	0,033(1)
N(14)	-0,1452(2)	0,6002(3)	0,1036(3)	0,032(1)
N(13)	0,0274(2)	0,6041(3)	0,1289(2)	0,030(1)
N(12)	-0,0560(2)	0,4125(3)	0,1125(2)	0,030(1)
N(16)	0,0237(2)	0,8541(4)	0,1228(3)	0,038(1)
N(15)	0,1994(2)	0,4889(3)	0,1351(2)	0,034(1)
C(11)	0,3335(3)	0,7512(4)	-0,0066(3)	0,039(1)
C(12)	0,4137(3)	0,7043(5)	-0,0342(3)	0,045(1)
C(13)	0,4039(3)	0,5942(5)	-0,0858(4)	0,044(1)
C(14)	0,3146(3)	0,5330(4)	-0,1066(3)	0,037(1)
C(15)	0,2369(3)	0,5878(4)	-0,0781(3)	0,027(1)
C(17)	-0,0596(3)	0,6600(4)	0,1171(3)	0,028(1)
C(16)	0,0262(3)	0,4801(4)	0,1278(3)	0,027(1)
C(18)	0,1402(3)	0,5230(4)	-0,0994(3)	0,029(1)
C(118)	-0,0626(3)	0,7966(4)	0,1158(3)	0,030(1)
C(114)	0,0217(3)	0,9763(5)	0,1209(4)	0,050(1)
C(117)	-0,1506(3)	0,8593(5)	0,1042(4)	0,046(1)
C(116)	-0,1501(3)	0,9860(5)	0,1023(4)	0,051(1)
C(115)	-0,0627(3)	0,10455(5)	0,1111(4)	0,050(1)
C(109)	0,2863(3)	0,4341(5)	0,1445(3)	0,044(1)
C(110)	0,3016(3)	0,3096(5)	0,1614(4)	0,052(1)
C(111)	0,2241(3)	0,2378(5)	0,1717(4)	0,057(1)
C(112)	0,1334(3)	0,2933(4)	0,1623(3)	0,044(1)
C(113)	0,1227(3)	0,4174(4)	0,1425(3)	0,032(1)
C(2)	0,3286(3)	0,8644(6)	0,2533(4)	0,047(1)
C(1)	0,4046(3)	0,9405(6)	0,3336(4)	0,053(1)
O(3)	0,5000	0,5980(5)	0,2500	0,073(2)

Tabelle 10.2.2: [Ag(Tpt)(Tfa)]₂(H₂O): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,038(1)	0,038(1)	0,070(1)	-0,011(1)	0,023(1)	-0,008(1)
F(1)	0,064(2)	0,183(4)	0,080(3)	-0,054(3)	0,021(2)	-0,008(2)
F(2)	0,115(3)	0,043(3)	0,159(4)	-0,021(2)	-0,029(3)	-0,007(2)
F(3)	0,035(2)	0,108(3)	0,070(2)	0,001(2)	0,005(1)	0,011(2)
O(2)	0,043(2)	0,088(3)	0,065(3)	-0,012(2)	-0,007(2)	0,006(2)
O(1)	0,078(3)	0,046(3)	0,116(3)	-0,009(2)	0,042(2)	-0,007(2)
N(11)	0,031(2)	0,030(3)	0,037(2)	0,001(2)	0,009(2)	-0,004(1)
N(14)	0,034(2)	0,028(3)	0,032(2)	-0,004(2)	0,008(2)	-0,003(2)
N(13)	0,025(2)	0,033(3)	0,032(2)	-0,001(2)	0,007(2)	-0,002(2)
N(12)	0,030(2)	0,033(2)	0,028(2)	-0,002(2)	0,007(2)	-0,002(2)
N(16)	0,037(2)	0,027(3)	0,051(2)	-0,007(2)	0,015(2)	-0,006(2)
N(15)	0,032(2)	0,038(2)	0,033(2)	0,001(2)	0,009(2)	0,000(2)
C(11)	0,036(2)	0,036(4)	0,044(2)	-0,002(2)	0,009(2)	-0,010(2)
C(12)	0,031(2)	0,046(4)	0,056(3)	-0,001(2)	0,008(2)	-0,013(2)
C(13)	0,032(2)	0,050(4)	0,054(3)	-0,001(2)	0,016(2)	-0,003(2)
C(14)	0,037(3)	0,035(3)	0,040(3)	0,002(2)	0,011(2)	0,002(2)
C(15)	0,030(2)	0,023(3)	0,026(2)	0,005(2)	0,005(2)	-0,004(2)
C(17)	0,028(2)	0,033(3)	0,022(2)	-0,007(2)	0,005(2)	-0,005(2)
C(16)	0,029(2)	0,031(3)	0,020(2)	-0,002(2)	0,003(2)	-0,001(2)
C(18)	0,031(2)	0,036(3)	0,019(2)	-0,003(2)	0,006(2)	-0,003(2)
C(118)	0,031(2)	0,025(4)	0,031(2)	-0,005(2)	0,006(2)	-0,004(2)
C(114)	0,049(3)	0,034(4)	0,068(4)	-0,007(2)	0,018(3)	-0,012(2)
C(117)	0,034(3)	0,038(4)	0,065(3)	-0,003(2)	0,014(2)	-0,003(2)
C(116)	0,040(3)	0,034(4)	0,079(4)	-0,005(3)	0,013(2)	0,005(2)
C(115)	0,052(3)	0,027(3)	0,071(4)	-0,005(2)	0,019(3)	-0,002(2)
C(109)	0,028(2)	0,059(4)	0,041(3)	0,003(2)	0,005(2)	0,001(2)
C(110)	0,034(3)	0,057(4)	0,058(3)	-0,004(2)	0,002(2)	0,015(2)
C(111)	0,047(3)	0,038(4)	0,075(3)	-0,002(3)	-0,001(2)	0,008(2)
C(112)	0,036(2)	0,030(3)	0,063(3)	0,000(2)	0,009(2)	-0,004(2)
C(113)	0,035(2)	0,033(3)	0,024(2)	-0,002(2)	0,002(2)	-0,001(2)
C(2)	0,033(3)	0,054(4)	0,056(3)	-0,010(3)	0,016(2)	0,003(2)
C(1)	0,040(3)	0,060(4)	0,056(4)	-0,011(3)	0,006(2)	0,010(2)

10.3 Ag(Dpa)(Tfa)

Tabelle 10.3.1: Ag(Dpa)(Tfa): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,3493(1)	0,6161(1)	0,2170(1)	0,044(1)
F(1)	0,6108(8)	0,305(1)	0,1069(3)	0,198(6)
F(2)	0,4602(6)	0,357(1)	0,0853(5)	0,201(6)
F(3)	0,566(1)	0,478(1)	0,0612(3)	0,205(6)
O(1)	0,5029(4)	0,6117(6)	0,1554(2)	0,045(1)
O(2)	0,3889(4)	0,4463(6)	0,2932(2)	0,049(1)
N(12)	0,1267(4)	0,3750(7)	0,1825(2)	0,039(1)
N(13)	0,2349(4)	0,5154(6)	0,1325(2)	0,037(1)
N(11)	0,3629(4)	0,8640(6)	0,2156(2)	0,036(1)
C(16)	0,1553(5)	0,4216(7)	0,1301(3)	0,036(2)
C(12)	0,3515(6)	1,0743(9)	0,1547(3)	0,050(2)
C(13)	0,3549(6)	1,161(1)	0,2047(3)	0,052(2)
C(15)	0,3632(5)	0,9471(8)	0,2635(3)	0,034(2)
C(11)	0,3578(6)	0,9280(9)	0,1623(3)	0,047(2)
C(2)	0,5489(6)	0,4081(9)	0,1046(3)	0,045(2)
C(110)	0,2594(6)	0,5555(9)	0,0798(3)	0,048(2)
C(14)	0,3610(5)	1,0943(8)	0,2592(3)	0,038(2)
C(18)	0,1321(7)	0,402(1)	0,0239(3)	0,070(3)
C(1)	0,5562(5)	0,4978(8)	0,1614(3)	0,039(2)
C(19)	0,2113(8)	0,502(1)	0,0257(3)	0,068(3)
C(17)	0,1023(6)	0,362(1)	0,0766(3)	0,058(2)

Tabelle 10.3.2: Ag(Dpa)(Tfa): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,049(1)	0,043(1)	0,042(1)	-0,003(1)	0,008(1)	-0,002(1)
F(1)	0,26(1)	0,22(1)	0,085(5)	-0,081(6)	-0,047(6)	0,183(9)
F(2)	0,109(6)	0,26(1)	0,24(1)	-0,20(1)	0,038(6)	-0,058(7)
F(3)	0,45(2)	0,115(7)	0,072(5)	-0,014(5)	0,113(8)	-0,023(9)
O(1)	0,044(2)	0,038(3)	0,053(3)	0,000(3)	0,006(2)	0,006(3)
O(2)	0,053(3)	0,049(3)	0,041(3)	0,003(2)	-0,001(2)	-0,002(2)
N(12)	0,045(3)	0,037(3)	0,035(3)	-0,001(3)	0,008(2)	-0,010(3)
N(13)	0,033(3)	0,038(4)	0,039(3)	-0,002(2)	0,006(2)	0,001(2)
N(11)	0,037(3)	0,038(4)	0,035(3)	-0,004(3)	0,008(2)	0,005(2)
C(16)	0,039(3)	0,036(4)	0,032(3)	0,000(3)	0,005(3)	-0,001(3)
C(12)	0,064(5)	0,047(6)	0,041(4)	0,008(3)	0,015(3)	0,003(4)
C(13)	0,055(4)	0,049(5)	0,055(5)	0,010(4)	0,016(4)	0,003(4)
C(15)	0,022(3)	0,041(4)	0,039(4)	0,001(3)	0,006(2)	0,000(3)
C(11)	0,056(4)	0,054(6)	0,033(4)	-0,004(3)	0,014(3)	-0,001(4)
C(2)	0,045(4)	0,049(6)	0,040(4)	-0,001(3)	0,004(3)	0,005(3)
C(110)	0,054(4)	0,052(5)	0,039(4)	-0,002(3)	0,011(3)	-0,006(4)
C(14)	0,036(3)	0,037(5)	0,043(4)	-0,004(3)	0,013(3)	-0,004(3)
C(18)	0,082(6)	0,099(8)	0,028(4)	-0,018(4)	0,004(4)	-0,025(6)
C(1)	0,033(3)	0,045(5)	0,041(4)	-0,005(3)	0,011(3)	-0,007(3)
C(19)	0,078(6)	0,096(8)	0,031(4)	0,001(4)	0,014(4)	-0,026(5)
C(17)	0,063(5)	0,068(6)	0,040(4)	-0,017(4)	0,000(3)	-0,030(4)

10.4 Ag(Dpa)(PF₆)

Tabelle 10.4.1: Ag(Dpa)(PF₆): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,5000	0	0	0,067(1)
N(11)	0,4049(5)	0,0723(7)	0,1216(8)	0,055(2)
N(12)	0,5000	0,247(1)	0,2500	0,061(3)
C(11)	0,3233(7)	0,0173(9)	0,082(1)	0,069(2)
C(12)	0,2506(8)	0,072(1)	0,116(1)	0,080(3)
C(13)	0,2620(8)	0,189(1)	0,199(1)	0,079(3)
C(14)	0,3453(7)	0,245(1)	0,246(1)	0,069(2)
C(15)	0,4159(6)	0,1854(8)	0,206(1)	0,052(2)
P(21)	0,5000	0,6555(3)	0,2500	0,060(1)
F(11)	0,4289(9)	0,555(2)	0,191(3)	0,229(9)
F(12)	0,4280(9)	0,753(2)	0,176(3)	0,246(1)
F(16)	0,5337(9)	0,663(2)	0,104(1)	0,24(1)

Tabelle 10.4.2: Ag(Dpa)(PF₆): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,070(1)	0,066(1)	0,068(1)	-0,013(1)	0,024(1)	0,004(1)
N(11)	0,058(4)	0,055(4)	0,051(4)	-0,001(3)	0,014(3)	0,002(3)
N(12)	0,062(7)	0,058(6)	0,066(7)	0	0,025(6)	0
C(11)	0,070(6)	0,065(6)	0,068(5)	0,003(4)	0,014(5)	-0,003(5)
C(12)	0,066(6)	0,089(8)	0,085(7)	0,021(6)	0,021(6)	-0,004(6)
C(13)	0,070(6)	0,086(7)	0,085(7)	0,010(6)	0,029(6)	0,015(5)
C(14)	0,073(6)	0,067(6)	0,066(6)	0,001(4)	0,020(5)	0,015(5)
C(15)	0,054(4)	0,054(4)	0,047(4)	0,000(3)	0,013(3)	0,003(4)
P(21)	0,062(2)	0,053(2)	0,062(2)	0	0,014(2)	0
F(11)	0,14(1)	0,18(1)	0,40(3)	-0,14(2)	0,12(1)	-0,091(9)
F(12)	0,139(9)	0,23(1)	0,40(2)	0,20(2)	0,12(1)	0,10(1)
F(16)	0,134(9)	0,50(3)	0,119(9)	0,10(2)	0,070(8)	0,03(1)

10.5 Ag(Pip)(NO₃) (RT)

Tabelle 10.5.1: Ag(Pip)(NO₃) (RT): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
O(1)	0,329(2)	0,060(1)	-0,281(1)	0,117(3)
O(2)	0,164(2)	0,073(2)	-0,219(1)	0,139(4)
O(3)	0,334(2)	-0,139(1)	-0,2104(1)	0,136(4)
N(1)	0,2866(9)	-0,0071(7)	-0,2191(7)	0,058(1)
Ag(1)	0,3685(1)	-0,6201(1)	-0,2522(1)	0,050(1)
N(11)	0,5005(7)	-0,6502(5)	-0,0465(5)	0,038(1)
N(21)	0,1879(6)	-0,5579(5)	-0,4582(5)	0,038(1)
C(14)	0,6860(8)	-0,5612(7)	0,0445(6)	0,041(1)
C(15)	0,3559(9)	-0,6078(6)	-0,0262(6)	0,042(1)
C(22)	0,1382(9)	-0,3916(6)	-0,4821(6)	0,042(1)
C(23)	0,0044(8)	-0,6503(6)	-0,5439(6)	0,041(1)

Tabelle 10.5.2: Ag(Pip)(NO₃) (RT): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	0,175(9)	0,105(6)	0,140(7)	0,039(6)	0,132(7)	0,039(6)
O(2)	0,108(7)	0,18(1)	0,157(9)	0,003(8)	0,097(7)	0,040(7)
O(3)	0,114(7)	0,071(5)	0,17(1)	-0,007(5)	0,062(8)	0,010(4)
N(1)	0,055(3)	0,047(3)	0,077(4)	-0,004(3)	0,044(3)	-0,006(2)
Ag(1)	0,052(1)	0,051(1)	0,038(1)	0,001(1)	0,025(1)	0,007(1)
N(11)	0,047(2)	0,028(2)	0,042(2)	-0,002(2)	0,029(2)	0,000(2)
N(21)	0,037(2)	0,039(2)	0,042(2)	-0,001(2)	0,027(2)	0,000(2)
C(14)	0,037(2)	0,040(3)	0,041(3)	0,001(2)	0,022(2)	0,004(2)
C(15)	0,046(3)	0,039(3)	0,044(3)	-0,003(2)	0,030(3)	-0,009(2)
C(22)	0,044(3)	0,039(3)	0,049(3)	0,004(2)	0,031(3)	-0,005(2)
C(23)	0,043(3)	0,036(2)	0,043(3)	-0,004(2)	0,027(2)	-0,001(2)

10.6 Ag(Pip)(NO₃) (TT)

Tabelle 10.6.1: Ag(Pip)(NO₃) (TT): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,1687(1)	0,2813(1)	0,3789(1)	0,029(1)
O(2)	0,1683(3)	0,3397(3)	0,1376(2)	0,050(1)
N(14)	0,3186(3)	-0,0458(2)	0,3194(2)	0,024(1)
C(15)	0,3490(3)	0,0727(3)	0,4511(2)	0,025(1)
N(11)	0,1857(3)	0,1125(2)	0,4432(2)	0,024(1)
C(12)	0,0914(3)	0,0187(3)	0,4026(2)	0,025(1)
O(3)	0,3588(3)	0,2426(3)	0,1959(2)	0,047(1)
O(1)	0,2563(3)	0,1819(2)	0,0757(2)	0,045(1)
N(2)	0,2606(3)	0,2537(2)	0,1366(2)	0,028(1)
C(13)	0,1552(3)	-0,0064(3)	0,3131(2)	0,024(1)
C(14)	0,4149(3)	0,0459(3)	0,3619(2)	0,025(1)

Tabelle 10.6.2: Ag(Pip)(NO₃) (TT): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,027(1)	0,022(1)	0,040(1)	0,000(1)	0,000(1)	0,000(1)
O(2)	0,060(2)	0,056(2)	0,034(1)	-0,001(1)	-0,001(1)	0,034(1)
N(14)	0,022(1)	0,027(1)	0,025(1)	-0,003(1)	0,000(1)	0,000(1)
C(15)	0,021(1)	0,028(2)	0,027(1)	0,000(1)	-0,002(1)	0,000(1)
N(11)	0,024(1)	0,023(1)	0,026(1)	-0,001(1)	0,002(1)	-0,001(1)
C(12)	0,019(1)	0,024(1)	0,033(1)	0,000(1)	0,000(1)	-0,003(1)
O(3)	0,050(1)	0,052(2)	0,041(1)	-0,004(1)	-0,016(1)	0,015(1)
O(1)	0,058(2)	0,036(1)	0,039(1)	-0,013(1)	-0,012(1)	0,011(1)
N(2)	0,029(1)	0,028(1)	0,028(1)	0,004(1)	0,001(1)	0,003(1)
C(13)	0,021(1)	0,024(2)	0,028(1)	0,000(1)	-0,004(1)	0,000(1)
C(14)	0,019(1)	0,027(2)	0,028(1)	0,002(1)	-0,001(1)	-0,001(1)

10.7 [Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆)Tabelle 10.7.1: [Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0	-0,1559(1)	0,7500	0,029(1)
O(1)	0	-0,2724(1)	0,7500	0,033(1)
N(11)	-0,2207(3)	-0,1329(1)	0,6963(4)	0,024(1)
N(12)	-0,2867(3)	-0,2283(1)	0,6311(5)	0,043(1)
N(13)	-0,4323(3)	-0,1545(1)	0,5367(4)	0,027(1)
N(14)	-0,5700(3)	-0,0772(1)	0,4465(4)	0,036(1)
N(15)	-0,3702(3)	-0,0538(1)	0,5992(4)	0,028(1)
N(16)	-0,1736(3)	-0,0359(1)	0,7630(4)	0,037(1)
C(11)	-0,3140(3)	-0,1705(1)	0,6211(4)	0,026(1)
C(12)	-0,4545(3)	-0,0956(1)	0,5289(4)	0,025(1)
C(13)	-0,2575(3)	-0,0753(1)	0,6841(4)	0,025(1)
P(1)	0	-0,1238(1)	0,2500	0,026(1)
F(1)	0,0053(3)	-0,1739(1)	0,1069(3)	0,054(1)
F(2)	0,0046(3)	-0,0742(1)	0,1046(3)	0,067(1)
F(3)	-0,1674(3)	-0,1234(2)	0,2468(4)	0,089(1)

Tabelle 10.7.2: [Ag(Mel)₂(H₂O)](PF₆): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,022(1)	0,034(1)	0,030(1)	0	-0,006(1)	0
O(1)	0,045(2)	0,018(1)	0,037(2)	0	0,006(2)	0
N(11)	0,019(1)	0,023(1)	0,030(2)	0,000(1)	-0,004(1)	-0,001(1)
N(12)	0,042(2)	0,022(1)	0,065(2)	0,002(1)	-0,022(2)	-0,003(1)
N(13)	0,023(1)	0,024(1)	0,034(2)	-0,001(1)	-0,007(1)	-0,003(1)
N(14)	0,027(2)	0,032(1)	0,048(2)	-0,004(1)	-0,016(1)	0,002(1)
N(15)	0,023(1)	0,024(1)	0,037(2)	-0,002(1)	-0,006(1)	0,001(1)
N(16)	0,029(1)	0,028(1)	0,056(2)	-0,011(2)	-0,015(1)	-0,001(1)
C(11)	0,025(1)	0,026(1)	0,029(2)	0,000(1)	0,000(1)	-0,002(1)
C(12)	0,023(1)	0,027(1)	0,024(2)	-0,002(1)	0,001(1)	-0,002(1)
C(13)	0,021(1)	0,024(1)	0,029(2)	-0,003(1)	0,002(1)	-0,002(1)
P(1)	0,030(1)	0,026(1)	0,023(1)	0	-0,002(1)	0
F(1)	0,092(2)	0,038(1)	0,033(1)	-0,009(1)	0,013(1)	-0,020(1)
F(2)	0,125(3)	0,038(1)	0,038(1)	0,011(1)	0,006(2)	0,000(1)
F(3)	0,034(1)	0,141(3)	0,092(3)	0,015(2)	-0,005(1)	0,014(2)

10.8 Ag₂(Dpt)₃F₂Tabelle 10.8.1: Ag₂(Dpt)₃F₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
N(13)	0,2431(4)	0,7497(3)	0,5674(3)	0,026(1)
N(12)	0,2206(5)	0,6181(4)	0,6278(3)	0,037(1)
N(33)	0,2001(3)	0,9231(3)	0,7418(3)	0,024(1)
N(32)	0,0509(4)	0,8509(3)	0,7423(4)	0,034(1)
C(12)	0,2500	0,7899(5)	0,5000	0,022(2)
N(31)	0,0435(5)	1,0000	0,7500	0,029(2)
C(11)	0,2382(5)	0,6603(4)	0,5637(3)	0,027(1)
C(31)	0,0979(4)	0,9263(4)	0,7454(3)	0,025(1)
N(11)	0,2500	0,6141(5)	0,5000	0,031(2)
C(22)	0,5000	0,7500	0,7083(5)	0,026(2)
C(21)	0,4157(5)	0,7481(5)	0,8202(4)	0,034(1)
N(22)	0,3287(5)	0,7429(5)	0,8559(4)	0,043(1)
N(23)	0,4120(4)	0,7538(4)	0,7429(3)	0,029(1)
C(13)	0,2500	0,8862(6)	0,5000	0,026(2)
C(14)	0,1901(5)	0,9325(5)	0,5511(4)	0,034(1)
C(32)	0,2458(6)	1,0000	0,7500	0,023(2)
N(21)	0,5000	0,7500	0,8613(5)	0,037(2)
C(16)	0,2500	1,0676(6)	0,5000	0,039(2)
C(15)	0,1894(6)	1,0236(5)	0,5498(5)	0,043(2)
C(25)	0,5151(6)	0,8253(7)	0,5047(5)	0,051(2)
C(24)	0,5154(5)	0,8271(5)	0,5845(4)	0,035(1)
C(23)	0,5000	0,7500	0,6246(5)	0,028(2)
C(26)	0,5000	0,7500	0,4676(6)	0,045(3)
C(34)	0,4088(5)	0,9615(4)	0,8086(5)	0,038(2)
C(33)	0,3574(6)	1,0000	0,7500	0,029(2)
C(35)	0,5135(6)	0,9626(5)	0,8090(6)	0,052(2)
C(36)	0,5659(8)	1,0000	0,7500	0,050(3)
Ag(1)	0,2778(1)	0,8104(1)	0,6813(1)	0,027(1)
F(1)	0,1569(3)	0,6981(2)	0,7616(2)	0,032(1)

Tabelle 10.8.2: $\text{Ag}_2(\text{Dpt})_3\text{F}_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
N(13)	0,029(3)	0,024(2)	0,026(2)	0,001(2)	0,001(2)	0,003(2)
N(12)	0,054(4)	0,025(2)	0,034(3)	0,004(2)	0,009(3)	0,000(3)
N(33)	0,020(2)	0,020(2)	0,031(2)	-0,004(2)	0,001(2)	0,001(2)
N(32)	0,026(2)	0,020(2)	0,055(4)	-0,010(2)	0,001(2)	-0,002(2)
C(12)	0,018(3)	0,027(4)	0,021(3)	0	-0,003(3)	0
N(31)	0,022(3)	0,021(3)	0,045(4)	-0,007(3)	0	0
C(11)	0,026(3)	0,030(3)	0,026(3)	0,002(2)	0,004(2)	0,002(2)
C(31)	0,024(2)	0,024(3)	0,027(3)	-0,003(2)	0,003(2)	0,001(2)
N(11)	0,035(4)	0,025(3)	0,032(4)	0	0,004(3)	0
C(22)	0,028(4)	0,026(4)	0,025(4)	0	0	0,011(3)
C(21)	0,032(3)	0,039(3)	0,029(3)	-0,002(3)	0,005(3)	0,010(2)
N(22)	0,035(3)	0,060(4)	0,034(3)	0,004(3)	0,007(3)	0,006(3)
N(23)	0,024(2)	0,037(3)	0,026(2)	0,002(2)	0,001(2)	0,007(2)
C(13)	0,028(4)	0,027(4)	0,023(3)	0	-0,005(3)	0
C(14)	0,035(3)	0,031(3)	0,035(3)	-0,006(3)	-0,006(2)	0,005(2)
C(32)	0,021(4)	0,023(4)	0,026(4)	-1(3)	0	0
N(21)	0,035(4)	0,051(5)	0,027(4)	0	0	0,010(4)
C(16)	0,059(6)	0,020(4)	0,039(5)	0	-0,013(4)	0
C(15)	0,057(4)	0,034(3)	0,039(4)	-0,007(3)	-0,009(3)	0,008(3)
C(25)	0,036(4)	0,076(6)	0,039(4)	0,020(4)	-0,001(3)	0,005(4)
C(24)	0,028(3)	0,038(4)	0,038(3)	0,006(3)	-0,001(2)	0,008(3)
C(23)	0,024(4)	0,032(4)	0,027(4)	0	0	0,007(3)
C(26)	0,035(5)	0,076(8)	0,024(4)	0	0	0,000(5)
C(34)	0,030(3)	0,034(3)	0,050(4)	-0,003(3)	-0,004(3)	0,001(2)
C(33)	0,021(4)	0,026(4)	0,042(5)	-0,004(3)	0	0
C(35)	0,032(3)	0,044(4)	0,079(6)	-0,017(4)	-0,023(4)	0,007(3)
C(36)	0,022(4)	0,051(6)	0,076(8)	-0,031(6)	0	0
Ag(1)	0,025(1)	0,028(1)	0,028(1)	-0,002(1)	0,001(1)	0,005(1)
F(1)	0,028(2)	0,027(2)	0,041(2)	-0,001(2)	0,003(2)	0,001(2)

10.9 Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂Tabelle 10.9.1.1: Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Ag(1)	-0,0349(1)	0,0043(1)	0,1852(1)	0,045(1)
Ag(2)	0,0409(1)	0,1116(1)	0,0157(1)	0,053(1)
Ag(3)	0,5588(1)	0,0281(1)	0,3688(1)	0,064(1)
Ag(4)	0,3860(1)	0,1032(1)	0,4379(1)	0,061(1)
Cl(1)	0,2797(1)	-0,2755(1)	0,2335(1)	0,039(1)
Cl(2)	0,2299(1)	-0,6453(1)	0,2826(1)	0,047(1)
Cl(3)	0,3639(1)	-0,5610(1)	0,5729(1)	0,063(1)
Cl(4)	-0,0855(1)	0,4133(1)	0,0754(1)	0,062(1)
N(53)	0,2107(3)	0,1295(3)	0,5541(2)	0,034(1)
N(72)	-0,004(3)	-0,2024(3)	0,0953(2)	0,033(1)
O(1)	0,2181(3)	-0,3224(4)	0,1720(2)	0,062(1)
O(7)	0,2368(3)	-0,7137(4)	0,3457(3)	0,071(1)
O(5)	0,1507(3)	-0,6452(4)	0,2317(3)	0,071(1)
N(23)	-0,2103(3)	0,1691(3)	-0,0058(2)	0,035(1)
N(71)	-0,0172(3)	-0,1747(3)	0,1610(3)	0,045(1)
O(14)	-0,1317(3)	0,3981(4)	-0,0003(3)	0,076(2)
N(22)	-0,1199(3)	0,0763(4)	0,0779(2)	0,041(1)
N(21)	-0,1034(3)	0,0734(4)	0,0100(2)	0,045(1)
O(2)	0,3499(3)	-0,3376(4)	0,2440(3)	0,074(1)
N(43)	0,4617(3)	0,3585(3)	0,3176(2)	0,039(1)
N(32)	0,4193(3)	-0,0781(4)	0,4275(3)	0,046(1)
O(6)	0,2804(3)	-0,6867(4)	0,2419(3)	0,069(1)
N(42)	0,5021(3)	0,1920(3)	0,3480(3)	0,040(1)
O(8)	0,2529(4)	-0,5367(4)	0,3059(4)	0,097(2)
O(3)	0,2582(3)	-0,2792(4)	0,3008(3)	0,072(1)
N(41)	0,4562(3)	0,2242(4)	0,3925(2)	0,039(1)
N(13)	0,2226(3)	0,0695(4)	0,2340(2)	0,042(1)
N(52)	0,3202(3)	0,0420(3)	0,5724(3)	0,039(1)
N(44)	0,4479(3)	0,4604(4)	0,2790(3)	0,056(1)
N(33)	0,4261(3)	-0,2546(4)	0,4223(3)	0,048(1)
N(12)	0,1158(3)	0,0920(3)	0,1375(2)	0,038(1)
N(34)	0,4097(4)	-0,3678(4)	0,4237(4)	0,069(2)
N(11)	0,0946(3)	0,0601(4)	0,1997(3)	0,049(1)
N(24)	-0,2768(3)	0,2362(4)	-0,0372(3)	0,049(1)
C(41)	0,5037(3)	0,2749(4)	0,3041(3)	0,042(1)
C(22)	-0,1595(3)	0,1285(4)	-0,0390(3)	0,042(1)
N(14)	0,3025(3)	0,0677(4)	0,2797(3)	0,058(1)
C(51)	0,2594(3)	0,0533(4)	0,5958(3)	0,036(1)
C(42)	0,4335(3)	0,3249(4)	0,3729(3)	0,042(1)
O(4)	0,2935(4)	-0,1675(3)	0,2144(3)	0,082(2)
C(52)	0,2427(3)	0,1635(4)	0,5019(3)	0,042(1)
N(54)	0,1374(3)	0,1655(4)	0,5595(3)	0,049(1)
N(51)	0,3090(3)	0,1129(4)	0,5108(3)	0,043(1)
O(12)	0,3900(5)	-0,6246(6)	0,6387(3)	0,115(2)
O(9)	0,2810(4)	-0,5671(6)	0,5390(4)	0,107(2)
C(21)	-0,1834(4)	0,1344(4)	0,0667(3)	0,044(1)
O(10)	0,3948(5)	-0,6043(7)	0,5175(4)	0,143(3)
C(12)	0,1606(4)	0,0474(5)	0,2559(3)	0,053(2)

Tabelle 10.9.1.2: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
O(11)	0,3843(6)	-0,4544(6)	0,5847(7)	0,225(6)
C(32)	0,4832(4)	-0,2110(5)	0,3983(4)	0,051(2)
N(31)	0,4807(3)	-0,1051(4)	0,4006(3)	0,049(1)
C(31)	0,3877(4)	-0,1690(5)	0,4393(3)	0,051(2)
O(13)	-0,1266(8)	0,3671(7)	0,1215(5)	0,190(5)
C(11)	0,1929(4)	0,0977(5)	0,1599(3)	0,045(1)
O(16)	-0,179(6)	0,373(2)	0,0898(6)	0,32(1)
O(15)	-0,0913(5)	0,5271(5)	0,0936(4)	0,132(3)
C(72)	0,0095(4)	-0,2536(4)	0,2097(3)	0,043(1)
N(73)	0,0427(2)	-0,3311(3)	0,1790(2)	0,030(1)
C(71)	0,0356(3)	-0,2958(4)	0,1084(3)	0,036(1)
N(74)	0,0772(3)	-0,4290(3)	0,2144(2)	0,041(1)

Tabelle 10.9.2.1: $\text{Ag}_2(\text{Ata})_3(\text{ClO}_4)_2$ Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,062(1)	0,038(1)	0,038(1)	-0,002(1)	0,018(1)	0,008(1)
Ag(2)	0,052(1)	0,074(1)	0,031(1)	0,013(1)	0,010(1)	0,013(1)
Ag(3)	0,054(1)	0,057(1)	0,093(1)	0,032(1)	0,040(1)	0,023(1)
Ag(4)	0,069(1)	0,066(1)	0,067(1)	0,011(1)	0,047(1)	0,008(1)
Cl(1)	0,043(1)	0,035(1)	0,037(1)	0,002(1)	0,012(1)	-0,001(1)
Cl(2)	0,056(1)	0,039(1)	0,042(1)	0,008(1)	0,012(1)	0,006(1)
Cl(3)	0,064(1)	0,053(1)	0,078(1)	0,005(1)	0,032(1)	0,014(1)
Cl(4)	0,084(1)	0,058(1)	0,040(1)	-0,006(1)	0,012(1)	-0,011(1)
N(53)	0,035(2)	0,038(2)	0,032(2)	0,001(2)	0,015(2)	0,005(2)
N(72)	0,047(3)	0,031(2)	0,024(2)	0,002(2)	0,014(2)	0,003(2)
O(1)	0,060(3)	0,067(3)	0,049(3)	-0,004(2)	0,003(2)	-0,015(2)
O(7)	0,096(4)	0,070(3)	0,052(3)	0,028(2)	0,029(3)	0,007(3)
O(5)	0,056(3)	0,089(3)	0,060(3)	0,005(2)	0,005(2)	0,019(3)
N(23)	0,036(3)	0,037(2)	0,036(2)	0,002(2)	0,016(2)	0,006(2)
N(71)	0,076(4)	0,030(2)	0,039(3)	0,007(2)	0,033(3)	0,013(2)
O(14)	0,075(4)	0,079(3)	0,059(3)	-0,015(2)	0,002(3)	0,002(3)
N(22)	0,049(3)	0,049(3)	0,026(2)	0,008(2)	0,012(2)	0,015(2)
N(21)	0,047(3)	0,057(3)	0,032(2)	0,005(2)	0,013(2)	0,022(2)
O(2)	0,051(3)	0,082(3)	0,090(4)	0,016(3)	0,024(3)	0,019(3)
N(43)	0,044(3)	0,034(2)	0,038(3)	0,007(2)	0,010(2)	0,005(2)
N(32)	0,047(3)	0,045(3)	0,051(3)	0,006(2)	0,024(3)	0,004(2)
O(6)	0,072(3)	0,081(3)	0,064(3)	0,010(2)	0,037(3)	0,012(3)
N(42)	0,045(3)	0,035(2)	0,046(3)	0,008(2)	0,022(2)	0,009(2)
O(8)	0,128(5)	0,041(3)	0,114(5)	-0,013(3)	0,026(4)	-0,014(3)
O(3)	0,081(4)	0,093(4)	0,052(3)	-0,002(2)	0,036(3)	0,002(3)
N(41)	0,039(3)	0,046(3)	0,037(2)	0,003(2)	0,017(2)	0,006(2)
N(13)	0,048(3)	0,041(2)	0,029(2)	0,000(2)	0,001(2)	0,007(2)
N(52)	0,037(3)	0,041(2)	0,043(3)	0,008(2)	0,018(2)	0,006(2)
N(44)	0,079(4)	0,042(3)	0,045(3)	0,017(2)	0,017(3)	0,020(3)
N(33)	0,048(3)	0,044(3)	0,042(3)	0,008(2)	0,004(2)	-0,003(2)
N(12)	0,041(3)	0,046(3)	0,024(2)	0,002(2)	0,007(2)	0,002(2)
N(34)	0,075(4)	0,042(3)	0,086(4)	0,018(3)	0,018(3)	-0,006(3)
N(11)	0,050(3)	0,065(3)	0,035(3)	0,007(2)	0,016(2)	-0,009(2)
N(24)	0,039(3)	0,059(3)	0,050(3)	0,012(2)	0,017(2)	0,026(2)

Tabelle 10.9.2.2: Ag₂(Ata)₃(ClO₄)₂ Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(41)	0,046(3)	0,043(3)	0,041(3)	0,005(2)	0,022(3)	0,012(3)
N(14)	0,044(3)	0,070(3)	0,041(3)	-0,000(2)	-0,010(2)	0,009(3)
C(51)	0,036(3)	0,038(3)	0,034(3)	0,005(2)	0,014(2)	0,003(2)
C(42)	0,043(3)	0,042(3)	0,042(3)	0,001(2)	0,016(3)	0,012(3)
O(4)	0,129(5)	0,034(2)	0,079(3)	0,002(2)	0,026(3)	-0,020(3)
C(52)	0,048(4)	0,042(3)	0,040(3)	0,009(2)	0,021(3)	0,011(3)
N(54)	0,046(3)	0,055(3)	0,053(3)	0,009(2)	0,025(2)	0,024(2)
N(51)	0,045(3)	0,046(3)	0,044(3)	0,013(2)	0,023(2)	0,007(2)
O(12)	0,150(6)	0,144(5)	0,074(4)	0,042(4)	0,066(4)	0,073(5)
O(9)	0,072(4)	0,127(5)	0,121(5)	0,026(4)	0,027(4)	0,006(4)
C(21)	0,051(4)	0,043(3)	0,041(3)	0,002(2)	0,022(3)	0,009(3)
O(10)	0,146(7)	0,215(8)	0,100(5)	0,056(5)	0,087(5)	0,096(6)
C(12)	0,055(4)	0,066(4)	0,038(3)	0,010(3)	0,016(3)	-0,013(3)
O(11)	0,194(9)	0,069(5)	0,29(1)	-0,043(6)	-0,085(9)	0,013(5)
C(32)	0,042(4)	0,052(4)	0,058(4)	0,009(3)	0,015(3)	0,003(3)
N(31)	0,046(3)	0,043(3)	0,066(3)	0,016(2)	0,027(3)	0,004(2)
C(31)	0,047(4)	0,059(4)	0,047(4)	0,011(3)	0,016(3)	-0,005(3)
O(13)	0,34(2)	0,148(7)	0,130(7)	-0,008(5)	0,143(9)	-0,040(8)
C(11)	0,049(4)	0,058(4)	0,029(3)	0,002(2)	0,011(3)	0,003(3)
O(16)	0,098(6)	0,69(3)	0,131(8)	-0,13(1)	-0,014(6)	0,17(1)
O(15)	0,178(8)	0,097(5)	0,102(5)	-0,032(4)	0,015(5)	-0,031(5)
C(72)	0,071(4)	0,029(3)	0,038(3)	0,004(2)	0,029(3)	0,003(3)
N(73)	0,039(3)	0,023(2)	0,030(2)	0,001(2)	0,013(2)	0,001(2)
C(71)	0,053(4)	0,033(3)	0,028(3)	0,001(2)	0,023(3)	0,000(2)
N(74)	0,060(3)	0,030(2)	0,039(2)	0,014(2)	0,025(2)	0,014(2)

10.10 Ag(Aba)(Tfa)Tabelle 10.10.1: Ag(Aba)(Tfa): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,1901(1)	0,0486(1)	0,5540(1)	0,046(1)
F(03)	0,619(2)	0,3877(4)	0,5173(2)	0,136(2)
F(02)	0,7794(8)	0,3859(3)	0,4219(2)	0,076(1)
C(6)	0,9175(9)	0,1909(4)	0,3049(2)	0,039(1)
C(4)	0,5973(8)	0,1732(3)	0,2057(2)	0,033(1)
C(7)	0,4177(9)	0,2305(3)	0,1513(2)	0,034(1)
C(5)	0,7406(9)	0,2405(3)	0,2549(2)	0,039(1)
N(2)	0,2037(9)	0,1719(3)	0,1243(2)	0,052(1)
C(01)	0,7268(9)	0,2053(3)	0,4746(2)	0,033(1)
F(01)	0,380(1)	0,3355(4)	0,4297(4)	0,140(3)
N(1)	-0,1252(9)	-0,0221(4)	0,6407(2)	0,044(1)
C(2)	0,813(1)	0,042(4)	0,2572(2)	0,040(1)
C(3)	0,635(1)	0,0548(3)	0,2076(2)	0,038(1)
C(1)	0,0432(9)	-0,0728(4)	0,6932(2)	0,035(1)
C(02)	0,620(1)	0,3292(4)	0,4604(2)	0,046(1)
O(01)	0,5795(7)	0,1250(3)	0,4526(2)	0,047(1)
O(1)	0,4697(7)	0,3299(3)	0,1322(2)	0,048(1)
O(2)	0,9495(7)	0,2023(3)	0,5069(2)	0,051(1)

Tabelle 10.10.2: Ag(Aba)(Tfa): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,061(1)	0,024(1)	0,049(1)	-0,002(1)	-0,020(1)	0,002(1)
F(03)	0,270(7)	0,059(2)	0,084(3)	0,002(2)	0,045(3)	0,083(4)
F(02)	0,084(3)	0,040(2)	0,107(3)	0,029(2)	0,022(2)	0,007(2)
C(6)	0,046(3)	0,036(2)	0,033(2)	-0,002(2)	-0,009(2)	0,002(2)
C(4)	0,033(2)	0,033(2)	0,033(2)	0,003(1)	-0,003(1)	-0,001(2)
C(7)	0,038(2)	0,029(2)	0,035(2)	0,003(1)	-0,002(2)	0,002(2)
C(5)	0,050(3)	0,027(2)	0,038(2)	0,002(1)	-0,005(2)	0,003(2)
N(2)	0,050(3)	0,042(2)	0,060(2)	0,019(2)	-0,021(2)	-0,010(2)
C(01)	0,042(2)	0,022(2)	0,035(2)	0,002(1)	-0,003(2)	0,000(2)
F(01)	0,063(3)	0,062(3)	0,283(7)	0,066(4)	-0,061(3)	0,003(2)
N(1)	0,052(2)	0,034(2)	0,043(2)	0,000(1)	-0,016(2)	0,011(2)
C(2)	0,047(3)	0,024(2)	0,047(2)	0,005(2)	-0,009(2)	0,004(2)
C(3)	0,042(2)	0,029(2)	0,039(2)	-0,002(1)	-0,012(2)	-0,002(2)
C(02)	0,053(3)	0,028(2)	0,057(3)	0,008(2)	-0,001(2)	0,011(2)
O(01)	0,049(2)	0,028(1)	0,061(2)	-0,004(1)	-0,012(1)	0,003(1)
O(1)	0,056(2)	0,031(2)	0,052(2)	0,009(1)	-0,019(1)	-0,005(1)
O(2)	0,057(2)	0,027(2)	0,064(2)	0,004(1)	-0,024(2)	0,001(1)

10.11 Ag(Aba)(NO₃)Tabelle 10.11.1: Ag(Aba)(NO₃): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	-0,5350(1)	-0,8780(1)	-0,4781(1)	0,041(1)
O(1)	-0,2951(3)	-0,8183(2)	-0,3785(5)	0,036(1)
O(2)	-0,6335(6)	-0,5447(3)	-0,3052(6)	0,070(1)
O(3)	-0,5784(5)	-0,7134(3)	-0,2997(6)	0,064(1)
O(4)	-0,6709(4)	-0,6293(4)	-0,5430(5)	0,063(1)
N(1)	0,2740(4)	-0,5416(3)	0,0730(6)	0,036(1)
N(2)	-0,3571(4)	-0,6586(3)	-0,5150(6)	0,044(1)
N(3)	-0,6260(4)	-0,6292(3)	-0,3836(5)	0,034(1)
C(1)	-0,2659(4)	-0,7220(3)	-0,3952(6)	0,026(1)
C(2)	-0,0439(5)	-0,7249(3)	-0,1205(7)	0,030(1)
C(3)	0,0851(4)	-0,6825(3)	-0,0040(7)	0,030(1)
C(4)	0,1381(4)	-0,5858(3)	-0,0452(6)	0,028(1)
C(5)	0,0614(5)	-0,5334(3)	-0,1984(7)	0,031(1)
C(6)	-0,0702(5)	-0,5755(3)	-0,3143(7)	0,029(1)
C(7)	-0,1244(4)	-0,6732(3)	-0,2757(6)	0,024(1)

Tabelle 10.11.2: Ag(Aba)(NO₃): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,028(1)	0,043(1)	0,052(1)	-0,002(1)	0,015(1)	-0,008(1)
O(1)	0,025(2)	0,029(2)	0,050(2)	0,003(1)	0,011(2)	-0,002(1)
O(2)	0,115(4)	0,037(2)	0,065(3)	-0,004(2)	0,041(3)	0,003(2)
O(3)	0,069(3)	0,042(2)	0,073(3)	0,024(2)	0,016(2)	0,025(2)
O(4)	0,045(2)	0,101(3)	0,037(3)	0,005(3)	0,009(2)	0,009(2)
N(1)	0,023(2)	0,039(2)	0,042(3)	-0,006(2)	0,006(2)	-0,005(2)
N(2)	0,033(2)	0,038(2)	0,045(3)	0,012(2)	-0,001(2)	-0,007(2)
N(3)	0,031(2)	0,037(2)	0,032(3)	0,006(2)	0,011(2)	0,005(2)
C(1)	0,019(2)	0,031(2)	0,029(3)	-0,001(2)	0,010(2)	0,003(2)
C(2)	0,029(2)	0,032(2)	0,030(3)	0,004(2)	0,013(2)	-0,002(2)
C(3)	0,024(2)	0,035(2)	0,028(3)	0,007(2)	0,008(2)	0,000(2)
C(4)	0,021(2)	0,029(2)	0,037(3)	-0,010(2)	0,016(2)	-0,001(1)
C(5)	0,029(2)	0,024(2)	0,040(3)	0,002(2)	0,012(2)	-0,003(2)
C(6)	0,028(2)	0,026(2)	0,033(3)	0,005(2)	0,010(2)	0,002(2)
C(7)	0,022(2)	0,023(2)	0,031(3)	0,000(2)	0,014(2)	0,001(2)

10.12 Ag₂(Aba)(NO₃)₂Tabelle 10.12.1: Ag₂(Aba)(NO₃)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,0745(1)	0,2399(1)	0,7479(1)	0,037(1)
Ag(2)	0,2826(1)	0,1833(1)	0,6591(1)	0,050(1)
O(1)	0,1905(3)	0,3622(4)	0,7617(7)	0,030(1)
O(3)	-0,0423(4)	0,2887(6)	0,440(1)	0,049(2)
N(2)	0,1324(3)	0,5616(6)	0,7795(9)	0,033(1)
O(6)	0,0779(3)	-0,0132(5)	0,7803(7)	0,037(1)
O(4)	-0,0292(3)	0,4721(6)	0,612(1)	0,046(2)
N(1)	0,4958(4)	0,7315(6)	0,9978(9)	0,031(1)
O(8)	0,1507(4)	0,1596(5)	0,4605(8)	0,042(1)
C(4)	0,2732(4)	0,5508(5)	0,8315(8)	0,024(1)
O(5)	-0,1394(3)	0,4253(5)	0,4205(8)	0,038(1)
N(4)	0,1391(3)	-0,0401(5)	0,8987(8)	0,027(1)
C(3)	0,2819(4)	0,6883(5)	0,8004(8)	0,022(1)
O(7)	0,1897(4)	0,0445(7)	0,961(1)	0,053(2)
C(6)	0,4127(4)	0,5347(6)	0,9595(9)	0,023(1)
C(7)	0,1956(4)	0,4851(6)	0,7886(8)	0,023(1)
C(1)	0,4214(4)	0,6725(6)	0,9411(8)	0,024(1)
C(2)	0,3571(4)	0,7454(7)	0,855(1)	0,027(1)
C(5)	0,3402(4)	0,4760(5)	0,9069(8)	0,022(1)
N(3)	-0,0701(3)	0,3941(5)	0,4901(8)	0,027(1)

Tabelle 10.12.2: Ag₂(Aba)(NO₃)₂: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,029(1)	0,027(1)	0,058(1)	0,006(1)	0,015(1)	-0,002(1)
Ag(2)	0,037(1)	0,057(1)	0,049(1)	0,007(1)	-0,011(1)	-0,001(1)
O(1)	0,026(3)	0,021(2)	0,041(2)	-0,003(2)	0,004(2)	-0,005(2)
O(3)	0,051(4)	0,037(3)	0,058(3)	-0,006(2)	0,009(3)	0,010(3)
N(2)	0,017(3)	0,032(3)	0,048(3)	-0,001(2)	-0,001(2)	-0,001(2)
O(6)	0,032(3)	0,043(2)	0,031(2)	0,001(2)	-0,005(2)	0,008(2)
O(4)	0,034(3)	0,047(3)	0,050(3)	-0,013(2)	-0,012(3)	-0,013(2)
N(1)	0,024(3)	0,034(3)	0,035(3)	-0,011(2)	0,002(2)	-0,010(2)
O(8)	0,055(4)	0,027(2)	0,045(3)	-0,007(2)	0,008(3)	-0,011(2)
C(4)	0,026(3)	0,024(3)	0,019(2)	-0,001(2)	0,000(2)	-0,001(2)
O(5)	0,019(2)	0,040(3)	0,051(3)	0,003(2)	-0,001(2)	0,001(2)
N(4)	0,024(3)	0,030(2)	0,026(2)	0,002(2)	0,003(2)	0,003(2)
C(3)	0,025(3)	0,018(2)	0,026(2)	-0,002(2)	0,008(2)	0,002(2)
O(7)	0,044(4)	0,060(4)	0,051(3)	-0,003(3)	-0,001(3)	-0,026(3)
C(6)	0,021(3)	0,024(3)	0,024(3)	0,001(2)	0,000(2)	0,001(2)
C(7)	0,024(3)	0,026(3)	0,018(2)	-0,002(2)	0,002(2)	-0,001(2)
C(1)	0,029(3)	0,021(2)	0,022(2)	-0,003(2)	0,005(2)	-0,008(2)
C(2)	0,022(3)	0,040(4)	0,026(3)	0,000(2)	0,019(2)	-0,010(3)
C(5)	0,024(3)	0,020(2)	0,023(2)	0,000(2)	0,005(2)	-0,001(2)
N(3)	0,025(3)	0,022(2)	0,034(3)	0,003(2)	0,003(2)	-0,001(2)

10.13 Ag(Kof)(Tfa)Tabelle 10.13.1: Ag(Kof)(Tfa): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,1161(1)	-0,0164(1)	0,1562(1)	0,067(1)
N(12)	0,3866(4)	0,0398(1)	0,2528(3)	0,047(1)
N(11)	0,3929(4)	0,0564(1)	0,4125(3)	0,048(1)
C(13)	0,3450(5)	-0,0115(2)	0,3602(4)	0,046(1)
O(12)	0,3298(4)	-0,0239(1)	0,1998(3)	0,058(1)
N(14)	0,3540(4)	-0,0029(2)	0,5137(3)	0,054(1)
C(110)	0,3504(4)	-0,0011(2)	0,2644(3)	0,043(1)
O(11)	0,4255(4)	0,1050(1)	0,3030(3)	0,063(1)
O(13)	0,0605(4)	-0,0480(2)	0,2803(3)	0,079(1)
N(13)	0,3197(4)	-0,0490(1)	0,4024(3)	0,050(1)
C(18)	0,3273(5)	-0,0424(2)	0,4935(4)	0,056(1)
C(14)	0,3637(4)	0,0152(2)	0,4302(4)	0,047(1)
O(14)	-0,1219(5)	-0,0506(2)	0,2523(5)	0,091(2)
C(19)	0,4012(5)	0,0698(2)	0,3226(4)	0,050(1)
C(16)	0,4019(5)	0,0544(2)	0,1567(5)	0,065(1)
C(17)	0,2917(6)	-0,0884(2)	0,3555(5)	0,069(2)
F(11)	0,0199(7)	-0,0892(4)	0,4335(6)	0,266(8)
F(13)	-0,1464(6)	-0,0972(2)	0,4014(6)	0,136(2)
C(15)	0,3980(7)	0,0876(2)	0,4884(5)	0,071(2)
C(12)	-0,0385(6)	-0,0551(2)	0,2975(4)	0,060(1)
F(12)	-0,096(1)	-0,0423(3)	0,4523(6)	0,172(4)
C(11)	-0,0581(7)	-0,0714(3)	0,3992(6)	0,085(2)

Tabelle 10.13.2: Ag(Kof)(Tfa): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,074(1)	0,094(1)	0,034(1)	-0,004(1)	0,002(1)	0,011(1)
N(12)	0,062(2)	0,048(2)	0,031(2)	0,009(2)	0,002(2)	0,001(2)
N(11)	0,062(2)	0,046(2)	0,037(2)	-0,001(2)	-0,006(2)	0,002(2)
C(13)	0,054(2)	0,042(3)	0,043(3)	0,009(2)	-0,001(2)	0,002(2)
O(12)	0,076(2)	0,060(2)	0,038(2)	-0,002(2)	-0,005(2)	-0,002(2)
N(14)	0,058(3)	0,068(3)	0,036(2)	0,015(2)	0,003(2)	0,010(2)
C(110)	0,046(2)	0,048(2)	0,036(2)	0,001(2)	-0,003(2)	0,002(2)
O(11)	0,087(3)	0,042(2)	0,060(2)	0,011(2)	-0,006(2)	-0,009(2)
O(13)	0,077(3)	0,108(4)	0,053(2)	0,024(2)	0,009(2)	0,021(3)
N(13)	0,060(2)	0,043(2)	0,046(2)	0,013(2)	0,003(2)	0,003(2)
C(18)	0,065(3)	0,062(3)	0,042(2)	0,018(2)	0,008(2)	0,007(3)
C(14)	0,053(3)	0,049(3)	0,038(2)	0,007(2)	0,001(2)	0,006(2)
O(14)	0,098(4)	0,088(4)	0,088(4)	0,032(3)	-0,031(3)	-0,008(3)
C(19)	0,058(3)	0,047(3)	0,046(3)	0,006(2)	-0,003(2)	0,002(2)
C(16)	0,085(4)	0,073(3)	0,036(2)	0,013(3)	-0,003(3)	-0,015(3)
C(17)	0,084(4)	0,037(3)	0,085(4)	0,015(3)	0,007(3)	0,002(3)
F(11)	0,122(5)	0,50(2)	0,176(8)	0,25(1)	0,046(5)	0,106(8)
F(13)	0,153(5)	0,168(5)	0,086(4)	0,008(4)	0,036(4)	-0,053(4)
C(15)	0,103(5)	0,057(3)	0,054(3)	-0,016(3)	-0,014(3)	0,002(3)
C(12)	0,073(4)	0,060(3)	0,047(3)	0,006(2)	-0,001(3)	0,003(3)
F(12)	0,26(1)	0,183(8)	0,072(4)	-0,024(5)	0,033(5)	-0,005(7)
C(11)	0,094(5)	0,095(5)	0,067(4)	0,029(4)	0,008(4)	0,004(4)

10.14 [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂Tabelle 10.14.1: [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,3818(1)	0,4092(1)	0,2597(1)	0,123(1)
O(11)	0,0885(5)	0,7678(5)	-0,0150(4)	0,080(2)
O(12)	0,0237(5)	0,3406(6)	-0,1266(3)	0,080(2)
O(21)	0,6608(6)	0,1446(6)	0,5615(4)	0,094(2)
O(22)	0,7499(5)	0,5997(6)	0,6323(3)	0,084(2)
N(11)	0,1798(5)	0,5863(5)	0,0665(3)	0,054(1)
N(12)	0,0612(5)	0,5557(6)	-0,0693(3)	0,055(1)
N(13)	0,1772(5)	0,2244(6)	0,0375(4)	0,065(2)
N(14)	0,2627(5)	0,3673(7)	0,1376(3)	0,066(2)
N(21)	0,5763(5)	0,3038(6)	0,4643(3)	0,060(1)
N(22)	0,7047(5)	0,3712(6)	0,5952(3)	0,059(1)
N(23)	0,5950(6)	0,6646(6)	0,4586(4)	0,066(2)
N(24)	0,5029(5)	0,4961(8)	0,3730(3)	0,072(2)
C(13)	0,1429(5)	0,3601(6)	0,0095(4)	0,052(1)
C(14)	0,1965(5)	0,4427(6)	0,0725(4)	0,048(1)
C(15)	0,2280(7)	0,6758(9)	0,1335(5)	0,077(2)
C(16)	-0,0082(7)	0,6230(9)	-0,1463(4)	0,078(2)
C(17)	0,1378(9)	0,0951(8)	-0,062(7)	0,093(3)
C(18)	0,2479(7)	0,2356(8)	0,1139(5)	0,072(2)
C(19)	0,1079(6)	0,6434(6)	-0,0068(4)	0,054(1)
C(23)	0,6258(5)	0,5422(6)	0,4993(4)	0,051(1)
C(24)	0,5672(6)	0,4422(7)	0,4449(3)	0,055(2)
C(25)	0,5140(9)	0,193(1)	0,4066(6)	0,096(3)
C(26)	0,7814(8)	0,328(1)	0,6772(4)	0,088(3)
C(27)	0,637(1)	0,8073(9)	0,4901(7)	0,097(3)
C(28)	0,5230(8)	0,634(1)	0,3844(5)	0,079(2)
C(29)	0,6489(7)	0,2652(7)	0,5416(4)	0,063(2)
C(110)	0,0713(6)	0,4108(7)	-0,0672(4)	0,056(2)
C(210)	0,6981(6)	0,5134(7)	0,5806(4)	0,056(2)
O(1)	0,2645(8)	0,1500(8)	0,2585(5)	0,122(2)
C(1)	0,177(1)	0,089(1)	0,2704(6)	0,099(3)
C(4)	0,100(1)	0,001(1)	0,2032(7)	0,140(5)
Si(1)	0,5000	0,9485(2)	0,2500	0,047(1)
F(1)	0,5850(5)	0,9446(5)	0,2167(3)	0,083(1)
F(2)	0,5000	0,7722(5)	0,2500	0,059(1)
F(3)	0,5000	1,1252(5)	0,2500	0,066(1)
F(4)	0,3797(4)	0,9486(4)	0,1594(2)	0,078(1)

Tabelle 10.14.2: : [Ag(Kof)₂]₂(SiF₆)(EtOH)₂: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,083(1)	0,215(1)	0,042(1)	0,001(1)	0,018(1)	0,049(1)
O(11)	0,090(4)	0,043(2)	0,089(4)	0,009(2)	0,041(3)	0,003(2)
O(12)	0,083(4)	0,075(3)	0,061(3)	-0,019(3)	0,029(3)	-0,010(3)
O(21)	0,121(5)	0,059(3)	0,098(4)	0,008(3)	0,061(4)	0,009(3)
O(22)	0,086(4)	0,077(3)	0,064(3)	-0,026(3)	0,028(3)	-0,013(3)
N(11)	0,052(3)	0,051(3)	0,051(3)	-0,003(2)	0,024(2)	-0,006(2)
N(12)	0,054(3)	0,050(3)	0,049(3)	0,008(2)	0,022(2)	0,001(2)
N(13)	0,067(3)	0,048(3)	0,082(4)	0,006(3)	0,044(3)	0,008(3)
N(14)	0,060(3)	0,082(4)	0,047(3)	0,014(3)	0,025(3)	0,013(3)
N(21)	0,066(3)	0,058(3)	0,053(3)	-0,013(3)	0,033(3)	-0,004(3)
N(22)	0,068(3)	0,054(3)	0,047(3)	0,003(2)	0,027(3)	0,007(2)
N(23)	0,074(4)	0,056(3)	0,081(4)	0,020(3)	0,051(4)	0,006(3)
N(24)	0,061(3)	0,105(5)	0,044(3)	0,009(3)	0,026(3)	0,014(3)
C(13)	0,049(3)	0,047(3)	0,054(3)	0,006(3)	0,026(3)	-0,001(2)
C(14)	0,046(3)	0,043(3)	0,051(3)	0,004(2)	0,025(3)	0,000(2)
C(15)	0,076(5)	0,077(5)	0,064(4)	-0,025(4)	0,033(4)	-0,018(4)
C(16)	0,073(5)	0,079(5)	0,056(4)	0,025(4)	0,022(4)	0,007(4)
C(17)	0,109(7)	0,044(4)	0,127(8)	-0,006(4)	0,067(7)	0,001(4)
C(18)	0,080(5)	0,065(5)	0,080(5)	0,030(4)	0,050(4)	0,028(4)
C(19)	0,052(3)	0,041(3)	0,062(4)	0,003(3)	0,027(3)	-0,001(3)
C(23)	0,052(3)	0,051(3)	0,050(3)	0,002(3)	0,029(3)	0,002(3)
C(24)	0,053(3)	0,074(4)	0,042(3)	0,001(3)	0,028(3)	0,004(3)
C(25)	0,104(7)	0,092(6)	0,084(6)	-0,042(5)	0,049(5)	-0,019(5)
C(26)	0,104(6)	0,095(6)	0,049(4)	0,020(4)	0,034(4)	0,028(5)
C(27)	0,110(7)	0,072(5)	0,130(8)	0,020(5)	0,080(7)	0,003(5)
C(28)	0,077(5)	0,097(6)	0,072(5)	0,036(5)	0,049(4)	0,023(4)
C(29)	0,076(4)	0,054(4)	0,062(4)	0,002(3)	0,042(4)	0,004(3)
C(110)	0,051(3)	0,055(4)	0,052(3)	-0,004(3)	0,024(3)	-0,004(3)
C(210)	0,057(4)	0,058(4)	0,052(3)	-0,006(3)	0,030(3)	-0,003(3)
O(1)	0,124(6)	0,107(5)	0,132(7)	0,009(5)	0,072(6)	0,003(5)
C(1)	0,102(7)	0,074(6)	0,091(7)	0,006(5)	0,037(6)	0,003(5)
C(4)	0,15(1)	0,085(7)	0,105(9)	-0,005(7)	0,025(8)	-0,006(7)
Si(1)	0,053(1)	0,040(1)	0,041(1)	0	0,023(1)	0
F(1)	0,099(3)	0,074(3)	0,103(3)	-0,003(2)	0,075(3)	-0,009(2)
F(2)	0,072(3)	0,043(3)	0,048(3)	0	0,026(2)	0
F(3)	0,090(4)	0,039(3)	0,050(3)	0	0,028(3)	0
F(4)	0,078(3)	0,058(2)	0,053(2)	0(2)	0,011(2)	-0,001(2)

10.15 [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄)Tabelle 10.15.1: [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Ag(1)	0,6385(1)	0,5731(1)	0,7077(1)	0,050(1)
Cl(1)	0,7719(2)	-0,0121(2)	0,7517(1)	0,048(1)
O(11)	0,7356(7)	0,0819(6)	0,4372(3)	0,048(1)
O(03)	0,8299(9)	-0,1219(8)	0,7790(5)	0,077(2)
N(24)	0,4841(6)	0,5667(6)	0,8093(3)	0,033(1)
O(22)	0,1696(7)	0,4866(6)	1,0232(3)	0,050(1)
O(21)	0,3135(7)	0,0954(6)	0,8904(3)	0,046(1)
O(12)	0,9015(7)	0,4909(6)	0,3103(3)	0,049(1)
N(12)	0,8183(7)	0,2855(6)	0,3742(4)	0,035(1)
N(23)	0,3616(7)	0,6711(6)	0,9047(4)	0,036(1)
N(22)	0,2346(7)	0,2887(6)	0,9522(4)	0,036(1)
C(19)	0,7523(9)	0,2131(8)	0,4394(5)	0,034(2)
C(29)	0,3181(9)	0,2246(8)	0,8956(5)	0,034(2)
N(11)	0,7120(7)	0,3045(6)	0,5090(3)	0,035(1)
O(04)	0,883(2)	0,073(2)	0,712(1)	0,202(8)
N(14)	0,6972(7)	0,5549(7)	0,5702(3)	0,039(1)
N(13)	0,7976(7)	0,6638(7)	0,4622(4)	0,038(1)
N(21)	0,4021(6)	0,3152(6)	0,8433(3)	0,032(1)
C(13)	0,7941(8)	0,5173(7)	0,4418(4)	0,033(1)
C(23)	0,3286(8)	0,5218(7)	0,9123(4)	0,031(1)
C(16)	0,858(1)	0,187(1)	0,3003(6)	0,053(2)
C(26)	0,134(1)	0,1844(9)	1,0002(6)	0,049(2)
C(27)	0,3043(9)	0,7827(8)	0,9539(5)	0,045(2)
C(24)	0,4081(7)	0,4621(7)	0,8530(4)	0,030(1)
O(01)	0,747(2)	0,071(2)	0,8292(7)	0,196(8)
C(14)	0,7318(7)	0,4509(7)	0,5092(4)	0,031(1)
C(210)	0,2374(8)	0,4362(7)	0,9671(4)	0,033(1)
C(17)	0,860(1)	0,7828(9)	0,4140(5)	0,050(2)
C(110)	0,8427(8)	0,4355(7)	0,3703(4)	0,034(1)
C(15)	0,644(1)	0,2315(9)	0,5778(5)	0,054(2)
O(02)	0,616(1)	-0,096(1)	0,6847(7)	0,124(3)
C(25)	0,4932(9)	0,2507(8)	0,7859(5)	0,044(2)
C(18)	0,7378(9)	0,6813(9)	0,5384(4)	0,046(2)
C(28)	0,4547(8)	0,6921(8)	0,8432(4)	0,038(1)
O(1)	0,8829(7)	0,5383(8)	0,8016(4)	0,061(2)

Tabelle 10.15.2: [Ag(Kof)₂(H₂O)](ClO₄): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,065(1)	0,054(1)	0,044(1)	0,019(1)	0,037(1)	0,027(1)
Cl(1)	0,056(1)	0,051(1)	0,046(1)	0,016(1)	0,019(1)	0,027(1)
O(11)	0,064(3)	0,032(3)	0,052(3)	0,013(2)	0,018(2)	0,022(2)
O(03)	0,092(5)	0,060(4)	0,093(5)	0,030(3)	0,021(4)	0,044(4)
N(24)	0,037(3)	0,036(3)	0,032(2)	0,013(2)	20,00(2)	0,015(2)
O(22)	0,060(3)	0,063(3)	0,046(3)	0,021(2)	0,038(2)	0,032(3)
O(21)	0,059(3)	0,028(3)	0,050(3)	0,012(2)	0,018(2)	0,016(2)
O(12)	0,058(3)	0,058(3)	0,044(3)	0,021(2)	0,035(2)	0,025(2)
N(12)	0,040(3)	0,036(3)	0,028(3)	0,008(2)	0,016(2)	0,013(2)
N(23)	0,038(3)	0,036(3)	0,037(3)	0,011(2)	0,014(2)	0,018(2)
N(22)	0,039(3)	0,035(3)	0,032(3)	0,012(2)	0,019(2)	0,008(2)
C(19)	0,042(4)	0,031(4)	0,032(3)	0,010(2)	0,014(3)	0,016(3)
C(29)	0,036(3)	0,025(3)	0,036(3)	0,008(3)	0,008(3)	0,007(3)
N(11)	0,046(3)	0,034(3)	0,029(2)	0,011(2)	0,018(2)	0,018(2)
O(04)	0,16(1)	0,23(1)	0,33(2)	0,24(2)	0,13(1)	0,08(1)
N(14)	0,057(3)	0,042(3)	0,029(2)	0,012(2)	0,024(2)	0,025(3)
N(13)	0,045(3)	0,040(3)	0,034(3)	0,012(2)	0,015(2)	0,020(3)
N(21)	0,038(3)	0,028(3)	0,034(3)	0,009(2)	0,019(2)	0,013(2)
C(13)	0,043(4)	0,033(3)	0,023(3)	0,006(2)	0,012(3)	0,016(3)
C(23)	0,034(3)	0,033(3)	0,031(3)	0,011(2)	0,016(2)	0,014(2)
C(16)	0,074(6)	0,047(5)	0,049(4)	0,009(3)	0,034(4)	0,033(4)
C(26)	0,051(4)	0,037(4)	0,053(4)	0,020(3)	0,025(4)	0,004(3)
C(27)	0,055(4)	0,040(4)	0,047(4)	0,010(3)	0,017(3)	0,026(3)
C(24)	0,033(3)	0,031(3)	0,027(3)	0,007(2)	0,011(2)	0,016(2)
O(01)	0,26(2)	0,25(2)	0,103(7)	-0,053(8)	-0,007(8)	0,22(1)
C(14)	0,035(3)	0,032(3)	0,025(2)	0,005(2)	0,009(2)	0,013(2)
C(210)	0,039(3)	0,033(3)	0,034(3)	0,011(2)	0,018(3)	0,019(3)
C(17)	0,059(4)	0,047(4)	0,045(4)	0,019(3)	0,014(3)	0,020(3)
C(110)	0,033(3)	0,035(3)	0,030(3)	0,005(2)	0,010(2)	0,012(2)
C(15)	0,087(6)	0,040(4)	0,051(4)	0,022(3)	0,043(4)	0,026(4)
O(02)	0,096(6)	0,143(9)	0,103(6)	0,001(6)	-0,023(5)	0,056(6)
C(25)	0,055(4)	0,033(4)	0,049(4)	0,009(3)	0,026(3)	0,022(3)
C(18)	0,059(4)	0,043(4)	0,037(3)	0,004(3)	0,016(3)	0,025(3)
C(28)	0,039(3)	0,034(3)	0,038(3)	0,014(2)	0,016(3)	0,009(3)
O(1)	0,060(3)	0,089(4)	0,054(3)	0,033(3)	0,033(3)	0,039(3)

10.16 [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃)Tabelle 10.16.1: [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,3035(1)	-0,0750(1)	0,9939(1)	0,082(1)
S(002)	0,2868(2)	0,0713(7)	0,7873(2)	0,135(1)
N(21)	0,1405(4)	0,0056(8)	1,1109(4)	0,068(2)
N(11)	0,4900(4)	-0,3219(8)	1,1089(4)	0,061(2)
N(14)	0,4316(4)	-0,1649(8)	0,9934(4)	0,064(2)
N(23)	0,0938(4)	0,2393(8)	0,9454(4)	0,067(2)
O(11)	0,5600(3)	-0,4743(7)	1,2075(3)	0,084(2)
N(22)	0,0138(4)	0,1383(8)	1,1136(4)	0,067(2)
O(1)	0,2279(3)	-0,3179(8)	1,0005(4)	0,098(2)
N(13)	0,5315(4)	-0,2199(8)	0,9331(4)	0,065(2)
N(12)	0,6169(3)	-0,4582(8)	1,1054(3)	0,061(2)
O(22)	-0,0526(4)	0,3094(8)	1,0188(4)	0,086(2)
O(12)	0,6813(3)	-0,4295(8)	1,0070(3)	0,082(2)
O(21)	0,0789(4)	-0,0275(8)	1,2085(4)	0,101(2)
N(24)	0,1961(4)	0,0718(9)	1,0004(4)	0,071(2)
C(110)	0,6221(5)	-0,398(1)	1,0352(4)	0,062(2)
C(23)	0,0747(5)	0,182(1)	1,0123(5)	0,062(2)
C(29)	0,0789(5)	0,038(1)	1,1485(6)	0,077(3)
C(19)	0,5552(4)	-0,417(1)	1,1439(4)	0,060(2)
C(16)	0,6891(5)	-0,557(1)	1,1471(4)	0,088(3)
C(13)	0,5518(5)	-0,298(1)	1,0032(4)	0,056(2)
C(24)	0,1369(4)	0,081(1)	1,0436(4)	0,060(2)
C(14)	0,4907(4)	-0,262(1)	1,0380(4)	0,056(2)
C(210)	0,0073(5)	0,219(1)	1,0454(5)	0,071(3)
C(17)	0,5767(5)	-0,225(1)	0,8712(4)	0,078(3)
C(15)	0,4291(5)	-0,272(1)	1,1506(5)	0,082(3)
C(27)	0,0444(6)	0,3504(12)	0,8905(5)	0,093(3)
C(25)	0,2113(6)	-0,096(1)	1,1476(5)	0,101(3)
C(26)	-0,0521(5)	0,171(1)	1,1559(5)	0,098(3)
O(030)	0,3648(5)	0,047(2)	0,7700(5)	0,228(6)
C(28)	0,1659(5)	0,169(1)	0,9421(5)	0,077(3)
C(18)	0,4600(5)	-0,143(1)	0,9301(5)	0,074(3)
F(035)	0,1333(5)	0,092(2)	0,7119(7)	0,266(7)
C(036)	0,216(2)	0,095(6)	0,714(1)	0,54(4)
F(038)	0,211(1)	-0,038(2)	0,671(1)	0,34(1)
O(039)	0,2635(8)	-0,017(2)	0,8403(7)	0,28(1)
F(041)	0,2203(8)	0,138(2)	0,6476(7)	0,271(7)
O(043)	0,272(1)	0,197(2)	0,818(1)	0,38(2)

Tabelle 10.16.2: [Ag(Kof)₂(H₂O)](CF₃SO₃): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,061(1)	0,105(1)	0,082(1)	-0,001(1)	0,024(1)	0,019(1)
S(002)	0,078(2)	0,258(5)	0,069(2)	-0,011(3)	0,018(1)	0,036(3)
N(21)	0,077(4)	0,082(6)	0,045(4)	0,001(3)	0,017(3)	0,017(4)
N(11)	0,051(4)	0,078(5)	0,057(4)	0,006(4)	0,019(3)	0,005(3)
N(14)	0,053(4)	0,083(6)	0,054(4)	0,002(4)	0,014(3)	0,007(3)
N(23)	0,077(4)	0,073(6)	0,058(4)	0,010(4)	0,029(4)	0,015(4)
O(11)	0,097(4)	0,110(6)	0,050(3)	0,017(3)	0,030(3)	0,013(3)
N(22)	0,066(4)	0,079(6)	0,061(5)	-0,007(4)	0,027(3)	0,001(4)
O(1)	0,073(4)	0,108(6)	0,117(5)	-0,003(4)	0,035(4)	0,010(3)
N(13)	0,058(4)	0,087(6)	0,052(4)	0,013(4)	0,020(3)	0,004(4)
N(12)	0,053(3)	0,078(6)	0,050(4)	0,003(4)	0,013(3)	0,006(3)
O(22)	0,069(4)	0,103(6)	0,095(5)	0,006(4)	0,036(3)	0,021(4)
O(12)	0,085(4)	0,100(5)	0,073(3)	0,008(4)	0,043(3)	0,027(4)
O(21)	0,119(5)	0,113(7)	0,080(4)	0,012(4)	0,043(4)	0,007(4)
N(24)	0,069(3)	0,092(5)	0,055(4)	-0,008(5)	0,023(3)	0,005(5)
C(110)	0,060(4)	0,078(7)	0,051(5)	0,002(5)	0,017(4)	-0,001(4)
C(23)	0,051(4)	0,080(7)	0,055(5)	-0,013(5)	0,016(4)	0,009(4)
C(29)	0,073(5)	0,101(9)	0,059(5)	0,004(6)	0,024(5)	0,004(5)
C(19)	0,062(4)	0,073(6)	0,042(4)	0,001(5)	0,010(3)	-0,003(5)
C(16)	0,088(5)	0,118(9)	0,058(5)	0,016(6)	0,020(4)	0,038(6)
C(13)	0,056(4)	0,065(7)	0,049(5)	0,003(4)	0,016(4)	-0,001(4)
C(24)	0,057(4)	0,074(6)	0,052(4)	-0,018(5)	0,019(3)	0,001(5)
C(14)	0,047(4)	0,070(7)	0,052(5)	0,009(4)	0,016(4)	0,003(4)
C(210)	0,065(5)	0,084(8)	0,068(6)	-0,012(5)	0,027(4)	-0,002(5)
C(17)	0,080(5)	0,109(9)	0,054(5)	0,009(5)	0,033(4)	-0,001(5)
C(15)	0,064(5)	0,13(1)	0,056(5)	0,011(5)	0,030(4)	0,018(5)
C(27)	0,094(6)	0,103(9)	0,083(7)	0,019(6)	0,029(5)	0,015(6)
C(25)	0,107(7)	0,13(1)	0,071(6)	0,005(6)	0,027(5)	0,047(7)
C(26)	0,087(6)	0,15(1)	0,072(6)	-0,017(6)	0,047(5)	-0,007(6)
O(030)	0,107(5)	0,45(2)	0,147(7)	0,12(1)	0,071(5)	0,127(9)
C(28)	0,076(6)	0,092(8)	0,073(6)	-0,009(6)	0,034(5)	0,010(5)
C(18)	0,069(5)	0,089(8)	0,062(6)	0,023(5)	0,018(4)	0,008(5)
F(035)	0,095(5)	0,42(2)	0,26(1)	0,17(1)	0,017(6)	0,051(8)
C(036)	0,39(3)	1,14(9)	0,08(1)	0,07(3)	0,06(2)	0,62(5)
F(038)	0,47(3)	0,37(2)	0,21(1)	-0,08(2)	0,14(2)	-0,17(2)
O(039)	0,21(1)	0,51(3)	0,166(9)	0,20(1)	0,132(9)	0,21(1)
F(041)	0,21(1)	0,46(2)	0,139(9)	0,14(1)	0,030(7)	0,067(1)
O(043)	0,51(3)	0,37(3)	0,40(3)	-0,27(2)	0,37(2)	-0,26(2)

10.17 Ag₈(Ins)₆(NO₃)₂ [84]Tabelle 10.17.1.1: Ag₈(Ins)₆(NO₃)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Ag(8)	0,0525(1)	0,1177(1)	0,7070(1)	0,049(1)
Ag(2)	0,4659(1)	0,3838(1)	0,7933(1)	0,047(1)
Ag(4)	0,6729(1)	0,4850(1)	0,8634(1)	0,047(1)
Ag(3)	0,1809(1)	0,5395(1)	0,8023(1)	0,047(1)
Ag(6)	0,1474(1)	0,0439(1)	1,3031(1)	0,045(1)
Ag(1)	0,3434(1)	1,0150(1)	0,6356(1)	0,046(1)
Ag(5)	0,2585(1)	0,1762(1)	0,8258(1)	0,058(1)
Ag(7)	0,2414(1)	-0,3261(1)	1,3251(1)	0,059(1)
N(2)	-0,0281(9)	0,3640(9)	0,7876(6)	0,013(2)
N(1)	0,5495(9)	0,1356(9)	0,7117(5)	0,012(2)
O(51)	0,186(1)	-0,1345(9)	1,2342(5)	0,039(2)
C(56)	0,2408(7)	-0,1756(8)	1,1751(5)	0,009(2)
O(5)	0,006(1)	0,250(1)	0,8277(9)	0,066(4)
O(1)	0,509(1)	0,138(1)	0,7889(7)	0,064(3)
O(42)	0,382(1)	0,342(1)	0,9232(6)	0,057(3)
O(942)	0,187(1)	0,448(1)	0,9243(6)	0,049(2)
O(6)	-0,050(1)	0,424(2)	0,8073(9)	0,081(6)
O(2)	0,544(1)	0,254(1)	0,6737(8)	0,062(3)
O(22)	0,124(1)	0,942(1)	0,7917(7)	0,059(3)
O(4)	-0,030(1)	0,367(1)	0,7088(7)	0,064(3)
C(61)	0,171(1)	-0,524(1)	1,4673(9)	0,039(3)
C(43)	0,246(1)	0,306(1)	1,0409(8)	0,031(3)
N(61)	0,247(1)	-0,443(1)	1,4418(6)	0,032(2)
C(24)	0,159(1)	0,765(1)	0,9314(8)	0,040(3)
C(52)	0,141(1)	-0,010(1)	1,0697(8)	0,039(3)
C(13)	0,416(1)	1,280(1)	0,3718(7)	0,031(3)
C(65)	0,324(2)	-0,441(1)	1,4927(8)	0,042(3)
C(33)	0,083(1)	0,804(1)	0,5402(8)	0,033(3)
C(34)	0,182(2)	0,818(2)	0,5757(9)	0,048(4)
C(23)	0,256(1)	0,784(1)	0,8734(7)	0,034(3)
C(51)	0,146(1)	0,065(2)	0,9936(9)	0,046(3)
N(51)	0,252(1)	0,059(1)	0,9420(6)	0,031(2)
O(22)	0,326(1)	0,889(1)	0,7465(6)	0,037(3)
C(46)	0,274(1)	0,370(1)	0,9550(8)	0,039(3)
C(54)	0,359(1)	-0,100(1)	1,0417(8)	0,040(3)
N(31)	0,130(1)	0,668(1)	0,6906(6)	0,040(3)
C(42)	0,336(1)	0,218(1)	1,0783(8)	0,035(3)
C(36)	0,060(1)	0,873(1)	0,4537(7)	0,040(3)
C(11)	0,322(2)	1,120(2)	0,454(1)	0,054(4)
C(64)	0,330(1)	-0,511(1)	1,5690(9)	0,039(3)
O(932)	-0,015(1)	0,841(1)	0,4223(6)	0,063(3)
C(32)	0,007(1)	0,726(1)	0,5815(8)	0,037(3)
C(31)	0,034(1)	0,658(1)	0,6575(9)	0,044(3)
C(62)	0,173(1)	-0,603(1)	1,5401(8)	0,036(3)
C(25)	0,186(2)	0,682(2)	1,0024(9)	0,049(4)
C(22)	0,374(2)	0,720(2)	0,886(1)	0,050(4)
C(53)	0,245(1)	-0,096(1)	1,0948(7)	0,031(3)
C(26)	0,231(1)	0,880(1)	0,7969(7)	0,036(3)
N(41)	0,192(1)	0,172(1)	1,1935(6)	0,038(3)

Tabelle 10.17.1.2: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
C(12)	0,337(2)	1,198(2)	0,3815(9)	0,051(4)
C(41)	0,307(1)	0,156(2)	1,1572(9)	0,046(3)
C(63)	0,253(1)	-0,597(1)	1,5938(7)	0,029(2)
C(21)	0,392(2)	0,638(2)	0,958(1)	0,057(4)
C(55)	0,355(1)	-0,022(1)	0,9676(9)	0,041(3)
C(15)	0,461(1)	1,188(1)	0,5058(8)	0,038(3)
C(45)	0,102(1)	0,263(2)	1,1565(9)	0,048(4)
N(11)	0,380(1)	1,112(1)	0,5154(7)	0,040(3)
N(21)	0,303(1)	0,618(1)	1,0173(7)	0,036(2)
C(14)	0,480(1)	1,274(1)	0,4340(8)	0,039(3)
C(35)	0,203(2)	0,748(2)	0,651(1)	0,051(4)
C(44)	0,125(1)	0,331(1)	1,0829(9)	0,048(4)
O(3)	0,570(1)	0,075(2)	0,6914(9)	0,071(5)
O(952)	0,302(1)	-0,2865(9)	1,1831(6)	0,039(2)
O(32)	0,122(1)	0,951(1)	0,4245(5)	0,048(3)
C(66)	0,2592(8)	-0,6786(8)	1,6742(5)	0,009(2)
O(62)	0,264(1)	-0,6354(9)	1,7335(5)	0,037(2)
O(61)	0,248(1)	-0,7857(9)	1,6817(6)	0,044(2)
C(16)	0,429(1)	1,376(1)	0,2957(7)	0,035(3)
O(012)	0,358(1)	1,3787(9)	0,2438(6)	0,050(3)
O(12)	0,503(1)	1,442(1)	0,2934(7)	0,061(3)

Tabelle 10.17.2.1: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(8)	0,050(1)	0,057(1)	0,035(1)	0,009(1)	-0,010(1)	-0,015(1)
Ag(2)	0,048(1)	0,053(1)	0,035(1)	0,007(1)	-0,003(1)	-0,015(1)
Ag(4)	0,068(1)	0,040(1)	0,026(1)	0,003(1)	-0,014(1)	-0,005(1)
Ag(3)	0,065(1)	0,038(1)	0,028(1)	0,005(1)	-0,013(1)	0,002(1)
Ag(6)	0,068(1)	0,038(1)	0,027(1)	0,004(1)	0,003(1)	-0,022(1)
Ag(1)	0,068(1)	0,039(1)	0,025(1)	0,003(1)	0,004(1)	-0,016(1)
Ag(5)	0,048(1)	0,071(1)	0,033(1)	0,024(1)	-0,004(1)	-0,009(1)
Ag(7)	0,065(1)	0,073(1)	0,034(1)	0,025(1)	-0,018(1)	-0,036(1)
N(2)	0,002(3)	0,025(5)	0,003(4)	0,010(3)	-0,003(3)	-0,001(3)
N(1)	0,011(4)	0,021(5)	0,002(4)	0,006(3)	-0,006(3)	-0,009(4)
O(51)	0,051(6)	0,036(5)	0,028(5)	-0,003(4)	0,004(4)	-0,010(4)
C(56)	0,006(4)	0,015(4)	0,000(3)	0,011(3)	0,000(3)	-0,003(3)
O(5)	0,036(6)	0,060(8)	0,09(1)	0,001(7)	-0,011(6)	-0,003(5)
O(1)	0,050(7)	0,10(1)	0,040(6)	-0,011(6)	-0,003(5)	-0,015(6)
O(42)	0,045(6)	0,080(8)	0,030(5)	0,006(5)	0,004(4)	-0,006(5)
N(42)	0,047(6)	0,034(6)	0,013(4)	0,017(4)	-0,010(4)	0,000(5)
O(6)	0,051(9)	0,14(2)	0,039(8)	0,039(9)	-0,015(6)	-0,05(1)
O(2)	0,053(7)	0,047(7)	0,084(9)	0,011(6)	-0,022(6)	-0,023(5)
O(22)	0,048(6)	0,051(7)	0,054(7)	0,019(5)	-0,006(5)	0,001(5)
O(4)	0,065(8)	0,10(1)	0,031(6)	-0,010(6)	-0,007(5)	-0,027(7)
C(61)	0,035(7)	0,043(8)	0,043(8)	-0,005(6)	-0,007(5)	-0,015(6)
C(43)	0,031(6)	0,026(6)	0,032(6)	0,001(5)	-0,003(5)	-0,005(5)
N(61)	0,030(5)	0,039(6)	0,027(5)	-0,003(4)	-0,004(4)	-0,009(4)
C(24)	0,035(7)	0,038(7)	0,037(7)	-0,004(6)	0,005(5)	0,003(5)
C(52)	0,040(7)	0,039(8)	0,032(7)	0,002(6)	0,000(5)	-0,007(6)
C(13)	0,037(6)	0,034(7)	0,019(5)	-0,001(5)	-0,005(4)	-0,006(5)

Tabelle 10.17.2.2: $\text{Ag}_8(\text{Ins})_6(\text{NO}_3)_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(65)	0,055(8)	0,042(8)	0,033(7)	-0,002(6)	-0,010(6)	-0,024(7)
C(33)	0,033(6)	0,031(6)	0,038(7)	-0,003(5)	-0,010(5)	-0,011(5)
C(34)	0,061(9)	0,050(9)	0,037(8)	0,003(7)	-0,018(7)	-0,025(7)
C(23)	0,051(8)	0,027(6)	0,022(6)	-0,001(5)	-0,001(5)	-0,009(5)
C(51)	0,030(7)	0,051(9)	0,039(8)	0,004(6)	-0,002(5)	0,007(6)
N(51)	0,031(5)	0,039(6)	0,022(5)	-0,001(4)	-0,007(4)	-0,009(4)
O(222)	0,073(7)	0,046(6)	0,010(4)	0,020(4)	0,002(4)	-0,026(5)
C(46)	0,046(8)	0,037(7)	0,029(6)	0,003(5)	-0,005(5)	-0,010(6)
C(54)	0,035(7)	0,055(9)	0,024(6)	0,002(6)	-0,002(5)	-0,010(6)
N(31)	0,054(7)	0,041(7)	0,023(5)	0,003(5)	-0,006(5)	-0,014(5)
C(42)	0,029(6)	0,030(7)	0,036(7)	0,000(5)	0,000(5)	0,002(5)
C(36)	0,053(8)	0,039(7)	0,020(6)	0,002(5)	0,007(5)	-0,011(6)
C(11)	0,07(1)	0,048(9)	0,051(9)	-0,003(7)	-0,003(8)	-0,027(8)
C(64)	0,041(7)	0,033(7)	0,044(8)	-0,002(6)	-0,007(6)	-0,017(6)
O(932)	0,078(8)	0,086(9)	0,028(5)	0,015(5)	-0,019(5)	-0,046(7)
C(32)	0,032(6)	0,049(8)	0,033(7)	-0,007(6)	-0,007(5)	-0,014(6)
C(31)	0,043(8)	0,049(9)	0,040(8)	0,004(6)	-0,002(6)	-0,026(7)
C(62)	0,035(6)	0,035(7)	0,040(7)	-0,001(5)	-0,005(5)	-0,017(5)
C(25)	0,044(8)	0,06(1)	0,036(8)	0,001(7)	-0,001(6)	-0,002(7)
C(22)	0,045(8)	0,049(9)	0,050(9)	-0,007(7)	-0,001(7)	-0,007(7)
C(53)	0,034(6)	0,031(6)	0,025(6)	0,003(5)	-0,007(5)	-0,008(5)
C(26)	0,050(8)	0,037(7)	0,024(6)	-0,004(5)	-0,010(5)	-0,009(6)
N(41)	0,052(7)	0,036(6)	0,020(5)	0,003(4)	-0,001(4)	-0,009(5)
C(12)	0,045(8)	0,09(1)	0,034(7)	-0,010(8)	-0,010(6)	-0,033(8)
C(41)	0,043(8)	0,046(9)	0,040(8)	0,006(6)	-0,004(6)	-0,007(6)
C(63)	0,037(6)	0,025(6)	0,024(6)	0,004(5)	-0,004(5)	-0,010(5)
C(21)	0,039(8)	0,07(1)	0,044(9)	0,010(8)	-0,011(6)	0,000(7)
C(55)	0,024(6)	0,049(8)	0,040(7)	-0,005(6)	-0,002(5)	0,004(5)
C(15)	0,041(7)	0,044(8)	0,027(6)	0,005(5)	-0,002(5)	-0,016(6)
C(45)	0,039(7)	0,06(1)	0,031(7)	-0,002(7)	0,002(6)	0,004(7)
N(11)	0,058(7)	0,029(6)	0,029(6)	0,000(4)	-0,004(5)	-0,011(5)
N(21)	0,050(7)	0,026(5)	0,030(6)	0,001(4)	-0,003(5)	-0,011(5)
C(14)	0,050(8)	0,041(8)	0,031(7)	-0,001(6)	-0,007(6)	-0,025(6)
C(35)	0,07(1)	0,047(9)	0,049(9)	-0,003(7)	-0,019(8)	-0,030(8)
C(44)	0,043(8)	0,045(9)	0,037(8)	-0,001(6)	0,012(6)	0,014(6)
O(3)	0,030(6)	0,11(1)	0,049(8)	0,038(8)	-0,019(6)	-0,016(8)
O(952)	0,049(5)	0,030(5)	0,031(5)	0,008(4)	-0,010(4)	-0,006(4)
O(32)	0,063(7)	0,051(6)	0,022(4)	0,012(4)	0,005(4)	-0,025(5)
C(66)	0,011(4)	0,011(4)	0,000(3)	0,011(3)	-0,003(3)	-0,004(3)
O(62)	0,054(5)	0,034(5)	0,021(4)	0,000(3)	-0,009(4)	-0,006(4)
O(61)	0,056(6)	0,038(5)	0,028(5)	0,006(4)	0,001(4)	-0,008(4)
C(16)	0,045(7)	0,034(7)	0,023(6)	0,003(5)	-0,008(5)	-0,012(6)
O(012)	0,085(8)	0,037(5)	0,021(4)	0,022(4)	-0,026(5)	-0,010(5)
O(12)	0,069(8)	0,064(8)	0,050(7)	0,005(6)	-0,003(6)	-0,031(6)

10.18 [Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH)Tabelle 10.18.1.: [Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,6282(1)	0,0234(1)	0,6244(1)	0,035(1)
O(11)	0,8176(6)	0,0128(2)	0,4690(5)	0,037(2)
N(22)	0,5515(6)	0,1551(2)	0,6650(5)	0,037(2)
N(11)	0,8443(6)	-0,0788(2)	0,4493(5)	0,024(1)
N(12)	0,6010(7)	-0,1050(2)	0,6436(5)	0,042(2)
N(13)	0,7075(6)	-0,0447(2)	0,5576(4)	0,023(1)
C(22)	0,4170(8)	0,1424(3)	0,7893(6)	0,029(2)
O(21)	0,4856(6)	-0,0186(2)	0,7775(4)	0,032(1)
N(23)	0,5201(6)	0,0676(2)	0,7184(4)	0,024(1)
C(11)	0,8188(7)	-0,1317(3)	0,4732(6)	0,028(2)
C(12)	0,7403(8)	-0,1420(3)	0,5387(6)	0,032(2)
C(13)	0,6817(8)	-0,0973(3)	0,5810(6)	0,028(2)
C(14)	0,7911(8)	-0,0354(3)	0,4920(6)	0,025(2)
C(21)	0,3672(7)	0,1071(2)	0,8491(5)	0,025(2)
N(21)	0,3929(6)	0,0523(2)	0,8463(4)	0,027(1)
C(24)	0,4679(8)	0,0320(3)	0,7798(6)	0,029(2)
C(23)	0,4975(8)	0,1211(3)	0,7240(6)	0,029(2)
Ag(2)	0,8609(1)	0,0690(1)	0,8732(1)	0,030(1)
O(31)	0,7120(5)	0,0235(2)	1,0274(4)	0,027(1)
O(41)	1,0477(6)	0,0511(2)	0,7222(4)	0,035(2)
N(31)	0,6324(6)	0,0939(2)	1,1056(4)	0,027(1)
N(32)	0,7797(7)	0,1986(2)	0,9242(5)	0,046(2)
N(33)	0,7480(6)	0,1099(2)	0,9734(4)	0,022(1)
N(41)	1,0693(7)	-0,0413(2)	0,7058(5)	0,028(2)
N(42)	0,8418(6)	-0,0616(2)	0,9163(4)	0,033(2)
N(43)	0,9424(6)	-0,0036(2)	0,8181(4)	0,023(1)
C(31)	0,6196(9)	0,1490(2)	1,1215(6)	0,034(2)
C(32)	0,6697(9)	0,1853(3)	1,0628(6)	0,035(2)
C(33)	0,7340(8)	0,1638(3)	0,9871(6)	0,029(2)
C(34)	0,6977(8)	0,0734(3)	1,0342(6)	0,024(2)
C(41)	1,0428(8)	-0,0933(3)	0,7322(6)	0,029(2)
C(42)	0,9669(7)	-0,1021(3)	0,8018(6)	0,024(2)
C(43)	0,9184(7)	-0,056(3)	0,8448(5)	0,023(2)
C(44)	1,0202(8)	0,0043(3)	0,7487(6)	0,024(2)
F(11)	0,6452(4)	0,1900(1)	0,4635(3)	0,046(1)
F(12)	0,7616(5)	0,1135(2)	0,5553(4)	0,055(1)
F(13)	0,866(5)	0,1772(2)	0,4651(4)	0,059(1)
F(14)	0,6965(4)	0,1219(1)	0,3583(3)	0,047(1)
B(11)	0,7438(9)	0,1498(3)	0,4599(7)	0,028(2)
F(21)	0,3440(7)	0,2100(2)	0,2332(4)	0,106(2)
F(22)	0,2948(5)	0,1617(2)	0,0756(4)	0,057(1)
F(23)	0,3979(5)	0,2447(2)	0,0911(5)	0,089(2)
F(24)	0,1754(6)	0,2400(2)	0,0811(4)	0,075(2)
B(21)	0,302(1)	0,2152(3)	0,1183(9)	0,050(3)
O(1)	0,8966(5)	0,1554(2)	0,7640(4)	0,043(1)
C(1)	1,027(1)	0,1826(3)	0,7839(8)	0,059(3)
C(2)	1,010(1)	0,2425(3)	0,7667(9)	0,090(4)

Tabelle 10.18.2: [Ag(Cyt)₂]₂(BF₄)₂(EtOH): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,038(1)	0,038(1)	0,034(1)	-0,004(1)	0,020(1)	0,007(1)
O(11)	0,049(4)	0,018(3)	0,054(4)	0,008(2)	0,030(3)	0,006(2)
N(22)	0,038(5)	0,028(3)	0,051(4)	0,004(3)	0,025(4)	0,004(3)
N(11)	0,028(4)	0,020(3)	0,031(3)	-0,006(2)	0,019(3)	-0,002(3)
N(12)	0,059(6)	0,028(3)	0,047(5)	-0,007(3)	0,027(4)	-0,002(3)
N(13)	0,027(4)	0,024(3)	0,019(3)	0,000(2)	0,009(3)	0,000(2)
C(22)	0,036(5)	0,021(4)	0,036(4)	0,009(3)	0,023(4)	0,007(3)
O(21)	0,039(4)	0,030(3)	0,036(3)	-0,003(3)	0,025(3)	-0,004(3)
N(23)	0,027(4)	0,023(3)	0,028(3)	-0,004(3)	0,016(3)	-0,006(3)
C(11)	0,025(5)	0,027(4)	0,033(4)	-0,010(3)	0,009(4)	-0,003(3)
C(12)	0,043(6)	0,018(4)	0,039(4)	-0,002(3)	0,019(4)	-0,002(3)
C(13)	0,023(5)	0,035(4)	0,027(4)	-0,006(3)	0,011(4)	0,007(3)
C(14)	0,030(5)	0,028(4)	0,021(4)	-0,002(3)	0,012(4)	0,004(3)
C(21)	0,030(5)	0,032(4)	0,015(4)	0,003(3)	0,008(4)	0,011(3)
N(21)	0,032(4)	0,031(3)	0,023(3)	0,000(2)	0,015(3)	0,003(3)
C(24)	0,025(5)	0,034(5)	0,026(4)	-0,009(4)	0,006(4)	0,009(4)
C(23)	0,023(5)	0,033(4)	0,031(4)	0,004(3)	0,007(4)	-0,001(3)
Ag(2)	0,036(1)	0,027(1)	0,031(1)	-0,004(1)	0,019(1)	0,003(1)
O(31)	0,037(3)	0,015(3)	0,036(3)	-0,003(2)	0,019(3)	0,005(2)
O(41)	0,050(4)	0,023(3)	0,041(3)	-0,005(2)	0,029(3)	-0,003(3)
N(31)	0,040(4)	0,019(3)	0,028(4)	0,006(2)	0,020(3)	0,004(3)
N(32)	0,083(6)	0,019(3)	0,061(4)	-0,007(3)	0,058(5)	-0,010(3)
N(33)	0,029(4)	0,016(3)	0,027(3)	0,000(2)	0,016(3)	0,004(2)
N(41)	0,029(5)	0,031(3)	0,030(4)	-0,004(3)	0,018(3)	0,004(3)
N(42)	0,050(4)	0,018(3)	0,049(4)	-0,002(3)	0,041(4)	-0,010(3)
N(43)	0,030(4)	0,022(3)	0,028(3)	-0,001(2)	0,025(3)	-0,004(2)
C(31)	0,043(5)	0,039(4)	0,025(3)	0,006(4)	0,019(4)	0,012(4)
C(32)	0,055(6)	0,029(4)	0,025(4)	-0,007(3)	0,016(4)	0,008(4)
C(33)	0,036(5)	0,023(4)	0,024(4)	0,000(3)	0,006(4)	0,005(3)
C(34)	0,025(5)	0,031(4)	0,017(4)	-0,006(3)	0,010(4)	0,000(4)
C(41)	0,030(5)	0,028(4)	0,030(5)	0,007(3)	0,009(4)	0,006(4)
C(42)	0,025(5)	0,016(3)	0,034(4)	0,003(3)	0,014(4)	0,004(3)
C(43)	0,023(5)	0,029(4)	0,016(4)	-0,003(3)	0,007(3)	0,003(3)
C(44)	0,023(5)	0,026(4)	0,018(4)	0,002(3)	-0,002(4)	0,000(3)
F(11)	0,059(3)	0,030(2)	0,055(3)	0,005(2)	0,026(3)	0,012(2)
F(12)	0,068(4)	0,058(3)	0,045(3)	0,005(2)	0,026(3)	-0,001(3)
F(13)	0,052(3)	0,059(3)	0,074(3)	0,017(2)	0,030(3)	-0,009(2)
F(14)	0,071(4)	0,046(2)	0,030(2)	-0,005(2)	0,022(2)	0,004(2)
B(11)	0,034(6)	0,015(4)	0,041(5)	-0,001(4)	0,019(5)	-0,003(3)
F(21)	0,162(7)	0,077(4)	0,065(4)	0,001(3)	0,015(4)	0,022(4)
F(22)	0,065(4)	0,031(2)	0,084(3)	-0,015(2)	0,034(3)	-0,011(2)
F(23)	0,072(4)	0,031(2)	0,188(6)	0,007(3)	0,075(4)	-0,006(2)
F(24)	0,056(4)	0,066(3)	0,112(5)	0,008(3)	0,040(4)	0,025(3)
B(21)	0,071(9)	0,029(5)	0,057(7)	0,004(5)	0,032(7)	0,007(5)
O(1)	0,042(4)	0,039(3)	0,054(3)	-0,004(2)	0,023(3)	-0,005(3)
C(1)	0,039(7)	0,058(6)	0,079(8)	-0,034(5)	0,016(6)	0,000(5)
C(2)	0,12(1)	0,058(7)	0,13(1)	-0,008(6)	0,093(9)	-0,023(6)

10.19 [Ag(15K5)₂(H₂O)](SbF₆)Tabelle 10.19.1.: [Ag(15K5)₂(H₂O)](SbF₆) : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	-0,1933(1)	-0,2043(1)	-0,3052(1)	0,077(1)
O(14)	-0,2433(8)	-0,0358(5)	-0,2710(7)	0,215(4)
O(11)	-0,0025(4)	-0,2835(4)	-0,2009(3)	0,110(1)
O(12)	-0,1850(3)	-0,3279(3)	-0,1909(2)	0,093(1)
O(13)	-0,3627(3)	-0,2108(4)	-0,2974(3)	0,111(1)
O(15)	-0,0380(5)	-0,0749(4)	-0,2325(4)	0,138(2)
C(11)	-0,0012(7)	-0,3490(8)	-0,1422(5)	0,142(3)
C(12)	-0,1057(8)	-0,4019(6)	-0,1781(5)	0,130(3)
C(13)	-0,2913(7)	-0,3668(6)	-0,2309(4)	0,119(2)
C(14)	-0,3666(5)	-0,2808(7)	-0,2447(4)	0,119(3)
C(15)	-0,4000(8)	-0,1104(9)	-0,2936(6)	0,153(3)
C(16)	-0,3312(9)	-0,0314(8)	-0,2820(7)	0,168(4)
C(17)	-0,171(1)	0,0391(7)	-0,2553(9)	0,173(4)
C(18)	-0,064(1)	0,0114(9)	-0,2082(7)	0,181(5)
C(19)	0,057(1)	-0,117(1)	-0,183(1)	0,27(1)
C(20)	0,0802(8)	-0,207(1)	-0,1675(9)	0,209(6)
O(21)	-0,1220(4)	-0,3232(6)	-0,4603(3)	0,144(2)
O(22)	-0,3248(5)	-0,4174(4)	-0,5714(3)	0,123(2)
O(23)	-0,4726(5)	-0,3645(6)	-0,5252(4)	0,150(2)
O(24)	-0,4186(7)	-0,1513(6)	-0,4945(5)	0,170(2)
O(25)	-0,1997(5)	-0,1250(4)	-0,4404(3)	0,135(2)
C(21)	-0,1389(8)	-0,381(1)	-0,5247(6)	0,171(4)
C(22)	-0,219(1)	-0,4643(7)	-0,5405(6)	0,175(5)
C(23)	-0,401(1)	-0,4845(8)	-0,5750(8)	0,207(7)
C(24)	-0,496(1)	-0,424(1)	-0,5930(7)	0,208(7)
C(25)	-0,538(1)	-0,283(2)	-0,530(1)	0,26(1)
C(26)	-0,527(1)	-0,192(2)	-0,550(1)	0,267(9)
C(27)	-0,386(1)	-0,107(2)	-0,5418(8)	0,233(8)
C(28)	-0,290(1)	-0,0631(8)	-0,4928(7)	0,194(6)
C(29)	-0,148(2)	-0,143(1)	-0,479(1)	0,246(8)
C(210)	-0,0802(9)	-0,218(1)	-0,453(1)	0,230(7)
Sb(1)	0,2585(1)	-0,2023(1)	-0,3672(1)	0,072(1)
F(1)	0,2984(4)	-0,2117(4)	-0,4439(3)	0,162(2)
F(2)	0,3548(3)	-0,0953(3)	-0,3180(3)	0,130(1)
F(3)	0,1504(3)	-0,1087(3)	-0,4336(2)	0,114(1)
F(4)	0,1605(3)	-0,3087(3)	-0,4176(3)	0,142(2)
F(5)	0,2181(4)	-0,1919(4)	-0,2909(3)	0,148(2)
F(6)	0,3646(3)	-0,2967(3)	-0,3011(3)	0,141(2)
O(1)	-0,2507(3)	-0,3492(3)	-0,3933(2)	0,087(1)

Tabelle 10.19.2: $[\text{Ag}(\text{15K5})_2(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter $[\text{10}^{-20} \text{ m}^2]$ mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,094(1)	0,063(1)	0,091(1)	-0,012(1)	0,060(1)	-0,011(1)
O(14)	0,245(8)	0,103(4)	0,44(1)	-0,057(6)	0,28(1)	-0,024(5)
O(11)	0,089(3)	0,115(3)	0,120(3)	0,001(3)	0,052(3)	0,015(3)
O(12)	0,105(3)	0,090(3)	0,084(2)	0,003(2)	0,050(2)	0,003(2)
O(13)	0,088(3)	0,150(4)	0,104(3)	0,018(3)	0,057(2)	0,005(3)
O(15)	0,130(4)	0,107(4)	0,143(4)	-0,027(3)	0,048(4)	-0,043(3)
C(11)	0,132(7)	0,187(9)	0,110(5)	0,032(6)	0,066(5)	0,078(7)
C(12)	0,189(8)	0,100(5)	0,139(6)	0,046(5)	0,112(7)	0,048(6)
C(13)	0,147(6)	0,117(5)	0,102(4)	-0,007(4)	0,072(5)	-0,062(5)
C(14)	0,084(4)	0,177(8)	0,103(4)	0,000(5)	0,054(4)	-0,040(5)
C(15)	0,128(7)	0,19(1)	0,179(8)	0,041(8)	0,109(7)	0,057(7)
C(16)	0,132(8)	0,138(9)	0,195(9)	-0,015(7)	0,059(7)	0,041(7)
C(17)	0,23(1)	0,082(5)	0,24(1)	-0,053(7)	0,15(1)	-0,033(8)
C(18)	0,28(2)	0,127(9)	0,165(9)	-0,073(7)	0,14(1)	-0,12(1)
C(19)	0,14(1)	0,17(1)	0,28(2)	0,05(1)	-0,03(1)	-0,07(1)
C(20)	0,076(5)	0,21(1)	0,27(2)	-0,07(1)	0,042(7)	-0,019(9)
O(21)	0,123(4)	0,211(6)	0,118(3)	0,012(4)	0,079(3)	0,060(4)
O(22)	0,193(5)	0,082(3)	0,090(3)	-0,010(2)	0,072(3)	0,000(4)
O(23)	0,125(4)	0,178(6)	0,132(4)	0,001(4)	0,058(4)	-0,048(4)
O(24)	0,175(7)	0,169(6)	0,188(6)	0,010(5)	0,110(6)	0,043(5)
O(25)	0,176(5)	0,146(5)	0,118(4)	-0,023(3)	0,101(4)	-0,048(4)
C(21)	0,166(8)	0,22(1)	0,151(8)	0,035(8)	0,102(7)	0,114(9)
C(22)	0,31(2)	0,101(6)	0,122(6)	-0,001(5)	0,123(9)	0,076(8)
C(23)	0,39(2)	0,109(7)	0,17(1)	-0,070(7)	0,18(1)	-0,120(1)
C(24)	0,21(1)	0,29(2)	0,111(7)	-0,08(1)	0,071(8)	-0,17(1)
C(25)	0,120(9)	0,28(2)	0,38(2)	0,14(2)	0,13(1)	0,05(1)
C(26)	0,15(1)	0,29(2)	0,32(2)	0,10(2)	0,09(1)	0,13(2)
C(27)	0,23(2)	0,33(2)	0,128(9)	0,10(1)	0,09(1)	0,12(2)
C(28)	0,25(1)	0,148(8)	0,149(9)	0,096(8)	0,083(9)	0,02(1)
C(29)	0,40(2)	0,19(1)	0,32(2)	0,05(1)	0,30(2)	0,02(1)
C(210)	0,120(7)	0,25(2)	0,35(2)	0,01(1)	0,15(1)	-0,064(9)
Sb(1)	0,068(1)	0,063(1)	0,096(1)	0,002(1)	0,051(1)	0,001(1)
F(1)	0,193(4)	0,190(5)	0,178(4)	-0,018(3)	0,150(4)	0,004(3)
F(2)	0,100(2)	0,100(3)	0,181(4)	-0,035(2)	0,068(3)	-0,028(2)
F(3)	0,103(2)	0,096(2)	0,127(3)	0,025(2)	0,050(2)	0,022(2)
F(4)	0,096(2)	0,084(2)	0,226(5)	-0,033(3)	0,070(3)	-0,019(2)
F(5)	0,164(4)	0,183(4)	0,159(3)	0,025(3)	0,127(3)	0,022(3)
F(6)	0,110(3)	0,117(3)	0,178(4)	0,041(3)	0,063(3)	0,038(2)

10.20 [Ag(15K5)₂(H₂O)](PF₆)Tabelle 10.20.1.: [Ag(15K5)₂(H₂O)](PF₆) : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	-0,1943(1)	-0,2946(1)	-0,3035(1)	0,078(1)
O(1)	-0,2541(3)	-0,1500(3)	-0,3935(2)	0,082(1)
O(11)	-0,3673(3)	-0,2919(4)	-0,2950(2)	0,101(1)
O(12)	-0,2379(8)	-0,4661(5)	-0,2638(7)	0,209(4)
O(13)	-0,0351(5)	-0,4230(5)	-0,2347(3)	0,137(2)
O(14)	-0,0028(3)	-0,2116(4)	-0,1968(3)	0,107(1)
O(15)	-0,1911(3)	-0,1677(3)	-0,1898(2)	0,086(1)
C(11)	-0,4041(8)	-0,3956(8)	-0,2906(6)	0,147(3)
C(12)	-0,3312(8)	-0,4743(7)	-0,2820(6)	0,152(4)
C(13)	-0,163(1)	-0,5412(7)	-0,2483(8)	0,161(4)
C(14)	-0,052(1)	-0,506(1)	-0,2039(7)	0,186(6)
C(15)	0,066(1)	-0,373(1)	-0,1866(8)	0,229(8)
C(16)	0,0794(7)	-0,287(1)	-0,1594(9)	0,195(6)
C(17)	-0,0068(7)	-0,1395(8)	-0,1415(5)	0,129(3)
C(18)	-0,1143(7)	-0,0915(6)	-0,1793(5)	0,114(2)
C(19)	-0,3007(6)	-0,1322(5)	-0,2312(4)	0,103(2)
C(110)	-0,3733(5)	-0,2206(6)	-0,2433(4)	0,102(2)
O(23)	-0,4785(5)	-0,1401(6)	-0,5268(4)	0,147(2)
O(22)	-0,3249(5)	-0,0771(4)	-0,5702(3)	0,121(2)
O(21)	-0,1212(4)	-0,1704(6)	-0,4596(3)	0,143(2)
O(25)	-0,1958(6)	-0,3762(5)	-0,4396(3)	0,148(2)
O(24)	-0,4143(7)	-0,3514(6)	-0,4888(5)	0,174(3)
C(23)	-0,216(1)	-0,0288(8)	-0,5391(6)	0,184(6)
C(27)	-0,295(1)	-0,4418(8)	-0,4933(7)	0,178(5)
C(210)	-0,542(1)	-0,231(2)	-0,532(2)	0,34(2)
C(22)	-0,403(2)	-0,0129(9)	-0,5738(8)	0,227(9)
C(24)	-0,137(1)	-0,117(1)	-0,5244(7)	0,202(7)
C(29)	-0,529(2)	-0,310(2)	-0,551(2)	0,32(1)
C(26)	-0,157(2)	-0,357(1)	-0,4875(8)	0,232(7)
C(28)	-0,391(2)	-0,389(2)	-0,5411(8)	0,25(1)
C(25)	-0,0714(8)	-0,282(1)	-0,4461(9)	0,227(8)
C(21)	-0,499(1)	-0,075(2)	-0,5932(8)	0,23(1)
P(1)	0,2591(1)	-0,2971(1)	-0,3670(1)	0,077(1)
F(1)	0,3012(5)	-0,2866(4)	-0,4266(4)	0,178(2)
F(2)	0,1671(3)	-0,3767(3)	-0,4256(2)	0,125(1)
F(3)	0,3393(3)	-0,3899(3)	-0,3251(3)	0,149(2)
F(4)	0,3480(3)	-0,2167(4)	-0,3093(3)	0,156(2)
F(6)	0,1770(3)	-0,2052(3)	-0,4098(4)	0,157(2)
F(5)	0,2175(4)	-0,3083(4)	-0,3064(3)	0,157(2)

Tabelle 10.20.2: [Ag(15K5)₂(H₂O)](PF₆): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,094(1)	0,064(1)	0,092(1)	0,018(1)	0,059(1)	0,015(1)
O(1)	0,104(3)	0,078(2)	0,057(2)	0,008(2)	0,036(2)	0,001(2)
O(11)	0,084(2)	0,133(4)	0,098(3)	-0,019(3)	0,056(2)	-0,001(3)
O(12)	0,223(7)	0,099(4)	0,43(1)	0,074(6)	0,260(9)	0,036(5)
O(13)	0,135(4)	0,101(4)	0,124(4)	0,016(3)	0,031(4)	0,049(3)
O(14)	0,077(3)	0,104(3)	0,130(4)	0,015(3)	0,045(2)	-0,003(3)
O(15)	0,091(3)	0,089(3)	0,077(2)	0,000(2)	0,041(2)	-0,003(2)
C(11)	0,138(7)	0,155(9)	0,189(9)	-0,04(7)	0,114(7)	-0,063(7)
C(12)	0,099(6)	0,106(7)	0,170(8)	0,008(6)	0,012(6)	-0,032(5)
C(13)	0,24(1)	0,076(6)	0,24(1)	0,062(7)	0,17(1)	0,062(7)
C(14)	0,27(2)	0,17(1)	0,16(1)	0,073(9)	0,14(1)	0,13(1)
C(15)	0,15(1)	0,18(1)	0,20(1)	-0,07(1)	-0,028(8)	0,081(9)
C(16)	0,073(5)	0,16(1)	0,29(2)	0,05(1)	0,049(7)	0,007(7)
C(17)	0,115(6)	0,156(8)	0,113(6)	-0,020(5)	0,058(5)	-0,051(6)
C(18)	0,146(7)	0,098(5)	0,114(5)	-0,031(4)	0,078(5)	-0,034(5)
C(19)	0,116(5)	0,104(5)	0,094(4)	0,005(4)	0,057(4)	0,045(4)
C(110)	0,069(4)	0,142(6)	0,091(4)	-0,004(4)	0,038(3)	0,024(4)
O(23)	0,108(4)	0,184(6)	0,129(4)	-0,002(4)	0,046(3)	0,053(4)
O(22)	0,202(5)	0,080(3)	0,080(3)	0,011(2)	0,072(3)	0,011(4)
O(21)	0,113(4)	0,234(7)	0,102(3)	-0,039(4)	0,069(3)	-0,076(4)
O(25)	0,204(6)	0,157(5)	0,121(4)	0,034(4)	0,111(4)	0,069(5)
O(24)	0,186(7)	0,170(6)	0,163(6)	-0,007(5)	0,088(6)	-0,067(5)
C(23)	0,35(2)	0,106(7)	0,113(6)	-0,016(5)	0,13(1)	-0,10(1)
C(27)	0,30(2)	0,115(8)	0,121(8)	-0,056(7)	0,11(1)	-0,015(9)
C(210)	0,090(7)	0,46(4)	0,46(3)	-0,31(3)	0,14(1)	-0,12(2)
C(22)	0,46(3)	0,125(9)	0,15(1)	0,091(8)	0,19(2)	0,16(2)
C(24)	0,22(1)	0,30(2)	0,141(8)	-0,09(1)	0,131(9)	-0,19(1)
C(29)	0,18(2)	0,38(3)	0,33(3)	-0,13(2)	0,07(2)	-0,17(2)
C(26)	0,41(2)	0,20(1)	0,17(1)	0,016(9)	0,21(1)	0,08(2)
C(28)	0,28(2)	0,29(2)	0,100(8)	-0,04(1)	0,04(1)	-0,13(2)
C(25)	0,101(6)	0,29(2)	0,29(2)	-0,10(1)	0,101(8)	0,047(8)
C(21)	0,20(1)	0,34(2)	0,121(8)	0,07(1)	0,066(9)	0,20(2)
P(1)	0,068(1)	0,062(1)	0,107(1)	0,000(1)	0,049(1)	0,001(1)
F(1)	0,214(5)	0,196(5)	0,209(5)	0,027(4)	0,171(5)	0,005(4)
F(2)	0,110(3)	0,100(3)	0,145(3)	-0,030(2)	0,052(2)	-0,024(2)
F(3)	0,105(3)	0,100(3)	0,226(5)	0,043(3)	0,073(3)	0,032(2)
F(4)	0,105(3)	0,131(4)	0,205(5)	-0,053(3)	0,061(3)	-0,040(3)
F(6)	0,109(3)	0,084(3)	0,259(6)	0,038(3)	0,080(3)	0,022(2)
F(5)	0,173(4)	0,184(5)	0,172(4)	-0,017(3)	0,131(4)	-0,026(3)

10.21 [Ag(B15K5)](BF₄)(H₂O)Tabelle 10.21.1: [Ag(B15K5)](BF₄)(H₂O) : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,2273(1)	0,8906(1)	0,0375(1)	0,058(1)
O(11)	0,0423(3)	0,6971(6)	-0,0445(2)	0,057(1)
O(12)	0,1788(4)	0,7591(6)	-0,0939(3)	0,064(1)
O(13)	0,3839(4)	0,7119(6)	0,0657(3)	0,067(1)
O(14)	0,3714(3)	0,8306(6)	0,1917(2)	0,062(1)
O(15)	0,1422(3)	0,7529(6)	0,1059(2)	0,058(1)
C(11)	0,0257(5)	0,7706(8)	0,0586(3)	0,047(1)
C(12)	-0,0384(5)	0,8140(9)	0,0853(4)	0,056(2)
C(14)	-0,2107(5)	0,7872(9)	-0,0504(5)	0,066(2)
C(15)	-0,1465(5)	0,7498(8)	-0,0790(4)	0,055(2)
C(16)	-0,0302(5)	0,7373(7)	-0,0251(3)	0,048(1)
C(17)	-0,0029(5)	0,6810(9)	-0,1285(3)	0,059(2)
C(18)	0,0933(6)	0,627(1)	-0,1306(4)	0,068(2)
C(19)	0,2842(6)	0,709(1)	-0,0779(5)	0,076(2)
C(24)	-0,1581(6)	0,8206(9)	0,0311(4)	0,060(2)
C(27)	0,2089(5)	0,790(1)	0,1905(3)	0,062(2)
C(28)	0,3266(6)	0,729(1)	0,2253(4)	0,070(2)
C(29)	0,4719(5)	0,756(1)	0,2055(4)	0,075(2)
C(110)	0,3584(6)	0,604(1)	-0,0002(5)	0,077(2)
C(111)	0,4456(6)	0,624(1)	0,1430(5)	0,077(2)
F(1)	0,1831(5)	0,320(2)	0,3195(4)	0,240(6)
F(2)	0,2919(7)	0,389(2)	0,2913(5)	0,249(6)
F(3)	0,2725(8)	0,152(1)	0,2966(5)	0,233(5)
F(4)	0,3661(5)	0,287(1)	0,4121(3)	0,159(3)
B(1)	0,2794(7)	0,292(1)	0,3336(5)	0,064(2)
O(1)	0,4546(5)	0,1185(9)	0,0711(3)	0,112(2)

Tabelle 10.21.2: [Ag(B15K5)](BF₄)(H₂O): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,069(1)	0,048(1)	0,058(1)	0,004(1)	0,038(1)	0,006(1)
O(11)	0,053(2)	0,069(3)	0,042(2)	-0,004(2)	0,025(2)	0,002(2)
O(12)	0,082(3)	0,049(3)	0,072(3)	-0,003(2)	0,053(3)	-0,004(2)
O(13)	0,073(3)	0,052(3)	0,076(3)	-0,003(2)	0,045(3)	0,008(2)
O(14)	0,060(2)	0,061(3)	0,053(2)	0,000(2)	0,028(2)	-0,008(2)
O(15)	0,055(2)	0,076(3)	0,037(2)	0,000(2)	0,023(2)	0,003(2)
C(11)	0,049(3)	0,044(4)	0,048(3)	0,004(2)	0,029(3)	0,000(2)
C(12)	0,071(4)	0,048(4)	0,059(4)	0,010(3)	0,045(3)	0,003(3)
C(14)	0,052(4)	0,047(5)	0,089(5)	0,008(3)	0,038(4)	-0,004(3)
C(15)	0,056(4)	0,046(4)	0,052(3)	-0,003(3)	0,027(3)	-0,003(3)
C(16)	0,051(3)	0,042(4)	0,049(3)	-0,003(2)	0,029(3)	-0,004(2)
C(17)	0,067(4)	0,063(4)	0,035(3)	-0,006(3)	0,023(3)	-0,001(3)
C(18)	0,082(4)	0,065(5)	0,063(4)	-0,015(3)	0,047(3)	-0,003(4)
C(19)	0,101(6)	0,071(5)	0,094(5)	-0,008(4)	0,078(5)	-0,003(4)
C(24)	0,075(4)	0,045(4)	0,082(5)	0,008(3)	0,059(4)	0,000(3)
C(27)	0,069(4)	0,072(5)	0,036(3)	0,000(3)	0,027(3)	-0,010(3)
C(28)	0,064(4)	0,071(5)	0,048(4)	0,012(3)	0,019(3)	-0,004(3)
C(29)	0,053(4)	0,081(6)	0,067(4)	0,002(4)	0,023(3)	-0,008(3)
C(110)	0,076(4)	0,070(5)	0,099(5)	-0,014(5)	0,060(4)	0,000(4)
C(111)	0,066(4)	0,058(5)	0,092(5)	0,010(4)	0,039(4)	0,013(4)
F(1)	0,100(4)	0,52(2)	0,090(4)	-0,043(7)	0,050(3)	0,039(7)
F(2)	0,200(8)	0,31(1)	0,177(7)	0,133(8)	0,083(6)	-0,048(7)
F(3)	0,251(9)	0,157(9)	0,156(7)	-0,068(6)	0,050(6)	0,036(7)
F(4)	0,126(4)	0,238(8)	0,058(3)	-0,009(4)	0,026(3)	0,027(5)
B(1)	0,069(5)	0,082(6)	0,048(4)	-0,011(4)	0,038(4)	-0,001(4)
O(1)	0,121(4)	0,127(6)	0,078(3)	0,008(3)	0,055(3)	0,021(4)

10.22 [Ag(18K6)(SbF₆)]Tabelle 10.22.1: [Ag(18K6)(SbF₆)] : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Sb(1)	0,6042(1)	0,3880(1)	0,7071(1)	0,057(1)
Ag(1)	0,9159(1)	0,8364(1)	0,8388(1)	0,055(1)
F(2)	0,4317(6)	0,4361(7)	0,7309(8)	0,193(4)
F(3)	0,6184(8)	0,361(1)	0,8538(5)	0,216(4)
F(4)	0,5954(9)	0,387(1)	0,5523(6)	0,215(4)
F(5)	0,4758(7)	0,1891(5)	0,6627(6)	0,146(2)
F(6)	0,7752(6)	0,3220(5)	0,6873(5)	0,123(2)
F(11)	0,7340(6)	0,5836(6)	0,7600(9)	0,214(5)
O(11)	1,1233(4)	1,0893(4)	0,9116(3)	0,054(1)
O(12)	0,6596(4)	0,8944(4)	0,9041(4)	0,071(1)
O(13)	0,7184(5)	0,8389(6)	0,6673(4)	0,083(1)
O(14)	1,0221(5)	0,8725(5)	0,6188(3)	0,077(1)
O(15)	1,1316(5)	0,7139(4)	0,7569(3)	0,061(1)
O(16)	1,0213(4)	0,6997(4)	0,9751(3)	0,053(1)
C(11)	1,0408(8)	0,7684(6)	1,0975(5)	0,065(2)
C(12)	1,1037(8)	1,2078(6)	0,8662(5)	0,069(2)
C(13)	1,2689(7)	1,0734(7)	0,8953(6)	0,071(2)
C(14)	0,6156(7)	0,8366(7)	1,0025(6)	0,074(2)
C(15)	0,5429(7)	0,8365(8)	0,8071(7)	0,083(2)
C(16)	0,6004(8)	0,8971(8)	0,7074(8)	0,091(2)
C(17)	0,780(1)	0,889(1)	0,5709(8)	0,118(4)
C(18)	0,895(1)	0,814(1)	0,5314(6)	0,109(3)
C(19)	1,1407(9)	0,8083(9)	0,5897(6)	0,087(2)
C(26)	1,1197(9)	0,6717(8)	0,6311(6)	0,086(2)
C(27)	1,1248(7)	0,5929(6)	0,8059(7)	0,072(2)
C(28)	1,1447(6)	0,6509(7)	0,9373(6)	0,066(2)

Tabelle 10.22.2.1: [Ag(18K6)(SbF₆)] : Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Sb(1)	0,058(1)	0,053(1)	0,057(1)	0,015(1)	0,007(1)	0,011(1)
Ag(1)	0,042(1)	0,048(1)	0,068(1)	0,010(1)	0,006(1)	0,009(1)
F(2)	0,058(3)	0,122(4)	0,37(1)	0,005(5)	0,051(5)	0,030(3)
F(3)	0,142(6)	0,37(1)	0,105(4)	0,116(6)	-0,006(4)	-0,007(7)
F(4)	0,154(6)	0,39(1)	0,114(5)	0,123(6)	0,024(4)	0,059(8)
F(5)	0,135(5)	0,067(3)	0,200(6)	0,021(3)	-0,059(4)	0,001(3)
F(6)	0,110(4)	0,106(3)	0,150(4)	0,001(3)	-0,004(3)	0,059(3)
F(11)	0,074(4)	0,070(3)	0,44(1)	-0,007(5)	0,028(5)	0,005(3)
O(11)	0,059(2)	0,043(2)	0,059(2)	0,017(2)	0,026(2)	0,011(2)
O(12)	0,037(2)	0,058(2)	0,103(3)	0,010(2)	0,003(2)	0,004(2)
O(13)	0,063(3)	0,106(3)	0,096(3)	0,055(3)	-0,001(2)	0,028(3)
O(14)	0,074(3)	0,101(3)	0,044(2)	0,019(2)	0,001(2)	0,014(3)
O(15)	0,061(3)	0,046(2)	0,068(2)	0,004(2)	0,018(2)	0,014(2)
O(16)	0,046(2)	0,056(2)	0,059(2)	0,017(2)	-0,002(2)	0,019(2)
C(11)	0,079(5)	0,053(3)	0,057(3)	0,024(3)	-0,019(3)	0,009(3)
C(12)	0,101(5)	0,054(3)	0,051(3)	0,025(3)	0,021(3)	0,015(4)
C(13)	0,055(4)	0,054(3)	0,084(4)	0,000(3)	0,038(3)	0,003(3)
C(14)	0,045(4)	0,053(3)	0,105(5)	0,008(3)	0,035(4)	-0,001(3)
C(15)	0,033(4)	0,074(4)	0,128(6)	0,005(4)	-0,002(4)	0,014(3)
C(16)	0,055(4)	0,08(5)	0,136(7)	0,030(5)	-0,031(4)	0,022(4)

Tabelle 10.22.2.2: [Ag(18K6)(SbF₆): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(17)	0,076(6)	0,178(9)	0,103(6)	0,103(7)	-0,019(5)	-0,005(6)
C(18)	0,092(6)	0,150(8)	0,051(4)	0,039(4)	-0,004(4)	-0,018(6)
C(19)	0,091(5)	0,102(6)	0,063(4)	0,015(4)	0,040(4)	0,027(5)
C(26)	0,095(5)	0,074(4)	0,067(4)	-0,011(3)	0,041(4)	0,018(4)
C(27)	0,055(4)	0,045(3)	0,118(6)	0,018(3)	0,027(4)	0,019(3)
C(28)	0,041(3)	0,056(3)	0,112(5)	0,040(3)	0,006(3)	0,020(3)

10.23 [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆)Tabelle 10.23.1: [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,3736(1)	-0,3361(1)	-0,4060(1)	0,066(1)
O(1)	0,315(1)	-0,1341(8)	-0,3972(6)	0,095(3)
O(11)	0,3388(5)	-0,3328(6)	-0,5390(3)	0,056(1)
O(12)	0,1275(7)	-0,3611(6)	-0,5023(4)	0,066(2)
O(13)	0,1814(8)	-0,3443(8)	-0,3600(4)	0,077(2)
O(14)	0,4259(9)	-0,3855(9)	-0,2562(5)	0,089(2)
O(15)	0,6014(8)	-0,2837(7)	-0,3084(4)	0,070(2)
O(16)	0,5658(6)	-0,2822(6)	-0,4478(3)	0,058(1)
C(1)	0,278(3)	-0,033(2)	-0,442(1)	0,129(7)
C(2)	0,362(3)	-0,013(2)	-0,475(1)	0,145(9)
C(11)	0,4383(8)	-0,3657(7)	-0,5555(4)	0,050(2)
C(12)	0,2121(8)	-0,358(1)	-0,5894(5)	0,062(2)
C(13)	0,1176(9)	-0,305(1)	-0,5646(6)	0,068(2)
C(14)	0,039(1)	-0,315(1)	-0,4775(7)	0,079(3)
C(15)	0,057(1)	-0,372(1)	-0,4104(7)	0,084(4)
C(16)	0,199(1)	-0,381(1)	-0,2941(7)	0,085(3)
C(17)	0,326(1)	-0,340(1)	-0,2424(7)	0,082(3)
C(18)	0,551(1)	-0,339(1)	-0,2127(6)	0,080(3)
C(19)	0,593(1)	-0,241(1)	-0,2459(6)	0,089(4)
C(110)	0,669(1)	-0,204(1)	-0,3338(6)	0,074(3)
C(111)	0,6890(9)	-0,261(1)	-0,3919(5)	0,063(2)
C(112)	0,5635(7)	-0,3380(7)	-0,5052(4)	0,049(2)
C(113)	0,6716(9)	-0,3632(9)	-0,5178(6)	0,063(2)
C(114)	0,657(1)	-0,417(1)	-0,5805(6)	0,070(2)
C(115)	0,462(1)	-0,5521(9)	-0,3729(6)	0,070(3)
C(116)	0,427(1)	-0,4207(9)	-0,6157(5)	0,065(2)
Sb(1)	0,0416(1)	-0,0037(1)	-0,3139(1)	0,070(1)
F(1)	-0,004(2)	-0,059(3)	-0,4007(9)	0,28(2)
F(2)	0,2120(8)	-0,0633(8)	-0,2892(6)	0,114(3)
F(3)	0,098(1)	0,133(1)	-0,334(1)	0,219(9)
F(4)	0,092(1)	0,043(2)	-0,2232(7)	0,186(7)
F(5)	-0,1290(9)	0,054(1)	-0,3400(5)	0,120(3)
F(6)	-0,007(2)	-0,141(2)	-0,290(2)	0,26(1)

Tabelle 10.23.2: [Ag(B18K6)(EtOH)](SbF₆): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,058(1)	0,072(1)	0,068(1)	0,001(1)	0,025(1)	-0,002(1)
O(1)	0,115(8)	0,074(5)	0,109(7)	0,016(5)	0,058(6)	0,002(5)
O(11)	0,046(3)	0,066(4)	0,055(3)	-0,008(3)	0,018(2)	-0,001(2)
O(12)	0,056(3)	0,072(4)	0,075(4)	0,010(3)	0,030(3)	0,006(3)
O(13)	0,068(4)	0,091(5)	0,080(5)	0,005(4)	0,038(4)	-0,010(4)
O(14)	0,086(6)	0,090(6)	0,098(6)	-0,017(5)	0,044(5)	0,009(4)
O(15)	0,075(4)	0,079(5)	0,062(4)	-0,014(3)	0,033(3)	-0,013(3)
O(16)	0,043(3)	0,071(4)	0,053(3)	-0,009(3)	0,013(2)	-0,001(2)
C(1)	0,18(2)	0,10(1)	0,12(1)	-0,03(1)	0,07(1)	-0,02(1)
C(2)	0,19(3)	0,11(2)	0,16(2)	0,03(1)	0,11(2)	-0,00(1)
C(11)	0,054(4)	0,044(4)	0,054(4)	0,005(3)	0,023(3)	0,001(3)
C(12)	0,044(4)	0,080(6)	0,053(4)	0,001(4)	0,009(3)	-0,005(4)
C(13)	0,048(4)	0,066(6)	0,081(6)	0,005(5)	0,019(4)	0,005(4)
C(14)	0,048(4)	0,099(9)	0,088(8)	-0,004(6)	0,026(4)	0,008(5)
C(15)	0,047(4)	0,11(1)	0,101(9)	-0,021(7)	0,036(5)	-0,015(5)
C(16)	0,102(9)	0,089(8)	0,092(9)	0,017(6)	0,067(7)	0,005(6)
C(17)	0,097(8)	0,089(8)	0,074(7)	0,006(6)	0,050(6)	0,025(7)
C(18)	0,080(7)	0,090(8)	0,068(6)	-0,010(6)	0,027(5)	-0,010(6)
C(19)	0,097(9)	0,097(9)	0,067(7)	-0,032(6)	0,028(6)	-0,003(7)
C(110)	0,072(6)	0,082(7)	0,063(6)	-0,019(5)	0,022(4)	-0,019(5)
C(111)	0,049(4)	0,072(6)	0,064(5)	-0,002(4)	0,019(4)	-0,011(4)
C(112)	0,044(3)	0,051(4)	0,055(4)	0,008(3)	0,023(3)	0,005(3)
C(113)	0,056(4)	0,068(6)	0,068(6)	0,003(4)	0,030(4)	0,000(4)
C(114)	0,078(6)	0,076(6)	0,071(6)	0,004(5)	0,045(5)	0,007(5)
C(115)	0,105(8)	0,060(5)	0,064(6)	0,004(4)	0,052(6)	0,006(5)
C(116)	0,078(6)	0,059(5)	0,059(5)	0,006(4)	0,030(4)	-0,003(4)
Sb(1)	0,059(1)	0,075(1)	0,068(1)	0,001(1)	0,018(1)	0,011(1)
F(1)	0,15(1)	0,51(4)	0,15(1)	-0,14(2)	0,01(1)	0,11(2)
F(2)	0,068(4)	0,096(6)	0,168(9)	0,011(6)	0,037(5)	0,024(4)
F(3)	0,111(9)	0,18(1)	0,37(2)	0,16(2)	0,10(1)	0,060(9)
F(4)	0,13(1)	0,28(2)	0,118(9)	-0,05(1)	0,013(7)	0,07(1)
F(5)	0,072(5)	0,171(9)	0,115(7)	0,001(6)	0,034(4)	0,039(5)
F(6)	0,13(1)	0,16(1)	0,46(4)	0,13(2)	0,10(2)	-0,001(9)

10.24 [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄)Tabelle 10.24.1: [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄): Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	1,1126(1)	0,0164(1)	0,8451(1)	0,052(1)
Cl(01)	0,6009(1)	-0,3809(1)	0,7447(1)	0,063(1)
O(11)	1,0406(3)	0,1895(2)	0,6446(2)	0,051(1)
O(14)	1,1304(3)	-0,1524(3)	1,0624(2)	0,051(1)
O(12)	1,2084(3)	0,2857(2)	0,7631(2)	0,047(1)
O(13)	1,2956(3)	0,0753(3)	0,9506(2)	0,053(1)
O(16)	1,0029(3)	-0,0747(2)	0,6790(2)	0,052(1)
O(15)	1,0735(3)	-0,2622(2)	0,8777(2)	0,055(1)
C(17)	1,2706(4)	-0,1426(4)	1,0825(3)	0,054(1)
C(112)	0,8944(4)	0,0274(4)	0,6340(3)	0,047(1)
C(11)	0,9143(4)	0,1716(4)	0,6163(3)	0,046(1)
C(13)	1,2237(4)	0,3204(4)	0,6420(3)	0,051(1)
C(116)	0,8077(4)	0,2829(5)	0,5760(3)	0,059(1)
O(01)	0,7521(4)	-0,4128(4)	0,7011(5)	0,108(2)
C(18)	1,1176(4)	-0,3002(4)	1,0665(3)	0,058(1)
C(19)	1,1700(4)	-0,3466(4)	0,9520(4)	0,059(1)
O(02)	0,5614(6)	-0,5032(5)	0,8229(6)	0,139(2)
C(14)	1,3420(4)	0,2741(4)	0,8017(4)	0,056(1)
C(114)	0,6661(5)	0,1118(6)	0,5666(4)	0,073(1)
C(16)	1,2811(4)	0,0120(4)	1,0696(3)	0,057(1)
C(115)	0,6853(5)	0,2520(6)	0,5509(4)	0,070(1)
O(04)	0,5645(6)	-0,2588(5)	0,8006(5)	0,122(2)
C(110)	1,0976(5)	-0,3097(4)	0,7699(3)	0,059(1)
C(111)	0,9810(5)	-0,2220(4)	0,7065(3)	0,057(1)
C(113)	0,7715(5)	-0,0027(5)	0,6082(3)	0,063(1)
C(12)	1,0785(4)	0,3308(3)	0,6115(3)	0,050(1)
C(15)	1,3162(4)	0,2220(4)	0,9290(4)	0,055(1)
O(03)	0,5166(9)	-0,356(1)	0,6641(7)	0,209(4)
O(1)	1,3236(4)	-0,0419(3)	0,7021(3)	0,075(1)

Tabelle 10.24.2.1: [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,052(1)	0,045(1)	0,057(1)	-0,012(1)	-0,009(1)	-0,003(1)
Cl(01)	0,050(1)	0,048(1)	0,090(1)	-0,013(1)	-0,017(1)	-0,003(1)
O(11)	0,058(2)	0,040(1)	0,058(1)	0,002(1)	-0,022(1)	-0,014(1)
O(14)	0,043(1)	0,053(1)	0,050(1)	-0,006(1)	-0,009(1)	0,005(1)
O(12)	0,039(1)	0,048(1)	0,053(1)	-0,005(1)	-0,008(1)	-0,013(1)
O(13)	0,060(2)	0,052(1)	0,048(1)	-0,013(1)	-0,015(1)	-0,005(1)
O(16)	0,059(2)	0,046(1)	0,057(1)	-0,007(1)	-0,014(1)	-0,019(1)
O(15)	0,065(2)	0,040(1)	0,055(1)	-0,015(1)	-0,007(1)	0,005(1)
C(17)	0,042(2)	0,062(2)	0,052(2)	-0,004(2)	-0,013(1)	0,004(1)
C(112)	0,050(2)	0,060(2)	0,035(2)	-0,009(1)	-0,007(1)	-0,017(1)
C(11)	0,046(2)	0,056(2)	0,037(2)	-0,005(1)	-0,009(1)	-0,010(1)
C(13)	0,053(2)	0,043(2)	0,054(2)	0,000(1)	-0,001(1)	-0,019(1)
C(116)	0,055(2)	0,067(2)	0,050(2)	-0,003(2)	-0,012(2)	-0,005(2)
O(01)	0,061(2)	0,087(2)	0,172(5)	-0,048(3)	0,010(2)	-0,016(2)
C(18)	0,052(2)	0,051(2)	0,057(2)	0,009(2)	-0,008(2)	-0,004(1)
C(19)	0,053(2)	0,041(2)	0,072(2)	-0,010(2)	-0,006(2)	0,007(1)
O(02)	0,114(4)	0,082(3)	0,203(6)	0,013(3)	-0,011(4)	-0,040(3)

Tabelle 10.24.2.2: [Ag(B18K6)(H₂O)](ClO₄): Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(14)	0,041(2)	0,057(2)	0,075(2)	-0,008(2)	-0,013(2)	-0,019(1)
C(114)	0,047(2)	0,123(4)	0,054(2)	-0,019(2)	-0,010(2)	-0,023(2)
C(16)	0,054(2)	0,069(2)	0,047(2)	-0,014(2)	-0,014(2)	-0,001(2)
C(115)	0,048(2)	0,102(3)	0,054(2)	-0,005(2)	-0,014(2)	-0,003(2)
O(04)	0,122(4)	0,090(3)	0,157(5)	-0,064(3)	0,007(3)	-0,019(2)
C(110)	0,077(3)	0,037(1)	0,060(2)	-0,018(1)	0,003(2)	-0,010(1)
C(111)	0,079(3)	0,051(2)	0,051(2)	-0,021(2)	-0,004(2)	-0,028(2)
C(113)	0,059(3)	0,087(3)	0,052(2)	-0,021(2)	-0,005(2)	-0,030(2)
C(12)	0,063(2)	0,038(1)	0,044(2)	0,005(1)	-0,012(1)	-0,011(1)
C(15)	0,050(2)	0,053(2)	0,070(2)	-0,017(2)	-0,022(2)	-0,007(1)
O(03)	0,194(7)	0,271(9)	0,170(6)	-0,065(6)	-0,126(6)	0,060(7)
O(1)	0,067(2)	0,063(2)	0,089(2)	-0,023(2)	0,000(2)	-0,004(1)

10.25 [Ag₂(DB18K6)₂(EtOH)(H₂O)](SbF₆)₂Tabelle 10.25.1.1: [Ag₂(DB18K6)₂(EtOH)(H₂O)](SbF₆)₂: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(2)	0,2232(1)	0,3074(1)	0,0419(1)	0,059(1)
Ag(1)	0,2757(1)	0,6948(1)	-0,0431(1)	0,061(1)
O(1)	0,3558(8)	0,7306(9)	-0,1306(8)	0,079(4)
O(2)	0,1269(8)	0,2843(8)	0,129(1)	0,088(5)
O(11)	0,2779(7)	0,5564(9)	-0,1273(8)	0,071(4)
O(12)	0,1844(7)	0,6802(9)	-0,1655(7)	0,071(4)
O(13)	0,1940(7)	0,8335(8)	-0,0814(7)	0,068(4)
O(14)	0,2970(8)	0,8543(8)	0,0197(7)	0,072(4)
O(15)	0,3914(6)	0,7197(8)	0,0497(7)	0,058(3)
O(16)	0,3667(7)	0,5647(8)	-0,0165(7)	0,062(4)
O(21)	0,3090(7)	0,1698(8)	0,0850(7)	0,066(4)
O(22)	0,3139(7)	0,3071(8)	0,1690(7)	0,061(3)
O(23)	0,2236(7)	0,4462(6)	0,1236(6)	0,053(3)
O(24)	0,1283(6)	0,4298(8)	0,0128(7)	0,057(3)
O(25)	0,1039(8)	0,2780(9)	-0,0602(7)	0,069(4)
O(26)	0,2058(6)	0,1556(7)	-0,0097(7)	0,061(3)
C(1)	0,106(1)	0,209(1)	0,157(1)	0,083(6)
C(2)	0,100(2)	0,224(3)	0,234(2)	0,17(2)
C(11)	0,294(1)	0,484(1)	-0,093(1)	0,054(5)
C(12)	0,222(1)	0,547(1)	-0,1856(9)	0,058(5)
C(13)	0,215(1)	0,633(1)	-0,218(1)	0,086(8)
C(14)	0,157(1)	0,761(2)	-0,205(1)	0,083(7)
C(15)	0,138(1)	0,827(2)	-0,141(1)	0,100(9)
C(16)	0,169(1)	0,875(1)	-0,0255(8)	0,045(4)
C(17)	0,108(2)	0,901(2)	-0,015(2)	0,12(1)
C(18)	0,096(1)	0,952(2)	0,049(1)	0,089(7)
C(19)	0,158(1)	0,975(1)	0,099(1)	0,074(6)
C(21)	0,315(2)	0,119(1)	0,022(2)	0,095(9)
C(22)	0,366(1)	0,193(1)	0,140(1)	0,083(7)
C(23)	0,327(1)	0,235(1)	0,1918(9)	0,066(6)
C(24)	0,286(1)	0,364(1)	0,2199(9)	0,066(6)
C(25)	0,270(1)	0,447(1)	0,189(1)	0,081(7)
C(26)	0,201(1)	0,522(1)	0,089(1)	0,060(5)
C(27)	0,225(1)	0,595(1)	0,107(1)	0,086(8)

Tabelle 10.25.1.2: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
C(28)	0,204(1)	0,6673(9)	0,073(1)	0,074(7)
C(29)	0,147(1)	0,655(2)	0,007(1)	0,068(6)
C(220)	0,388(1)	0,081(1)	0,013(1)	0,069(6)
C(110)	0,212(1)	0,935(1)	0,087(1)	0,055(4)
C(111)	0,241(1)	0,895(1)	0,037(1)	0,058(5)
C(112)	0,354(1)	0,859(1)	0,0735(9)	0,056(5)
C(113)	0,413(1)	0,808(1)	0,048(1)	0,075(6)
C(114)	0,448(1)	0,662(1)	0,046(1)	0,063(6)
C(115)	0,4243(9)	0,582(1)	0,0473(9)	0,058(5)
C(116)	0,3533(9)	0,489(1)	-0,028(1)	0,046(4)
C(117)	0,3718(9)	0,426(1)	0,0098(9)	0,047(4)
C(118)	0,337(1)	0,342(1)	-0,023(1)	0,076(7)
C(119)	0,294(1)	0,335(2)	-0,077(2)	0,10(1)
C(120)	0,268(1)	0,407(1)	-0,115(1)	0,067(6)
C(210)	0,134(1)	0,593(1)	-0,002(2)	0,079(7)
C(211)	0,160(1)	0,513(1)	0,032(1)	0,054(5)
C(212)	0,080(1)	0,419(1)	-0,041(2)	0,090(8)
C(213)	0,049(1)	0,330(2)	-0,041(1)	0,086(8)
C(214)	0,082(1)	0,203(2)	-0,059(1)	0,090(8)
C(215)	0,146(1)	0,142(2)	-0,073(2)	0,098(9)
C(216)	0,273(1)	0,112(1)	-0,0254(9)	0,047(5)
C(217)	0,268(1)	0,060(1)	-0,097(1)	0,073(6)
C(218)	0,356(2)	0,034(2)	-0,097(1)	0,11(1)
C(219)	0,397(2)	0,039(2)	-0,044(1)	0,10(1)
Sb(2)	0,5277(1)	0,4643(1)	0,2395(1)	0,067(1)
F(7)	0,497(1)	0,376(1)	0,281(1)	0,172(8)
F(8)	0,4327(7)	0,496(1)	0,2174(9)	0,131(6)
F(9)	0,5308(9)	0,513(1)	0,3327(8)	0,142(7)
F(10)	0,5587(9)	0,561(1)	0,201(1)	0,143(7)
F(11)	0,6151(9)	0,416(2)	0,254(1)	0,19(1)
F(12)	0,531(1)	0,412(1)	0,149(1)	0,160(8)
Sb(1)	0,0282(1)	0,4670(1)	0,2398(1)	0,066(1)
F(4)	0,1242(9)	0,438(2)	0,265(1)	0,22(1)
F(3)	0,026(1)	0,426(1)	0,1461(8)	0,150(8)
F(5)	0,062(1)	0,563(2)	0,200(1)	0,176(9)
F(1)	-0,0646(8)	0,500(1)	0,2218(9)	0,115(5)
F(6)	0,0255(8)	0,5120(9)	0,3301(7)	0,102(4)
F(2)	-0,0077(9)	0,3667(8)	0,277(1)	0,125(6)

Tabelle 10.25.2.1: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(2)	0,059(1)	0,056(1)	0,063(1)	-0,008(1)	0,001(1)	-0,004(1)
Ag(1)	0,061(1)	0,066(1)	0,055(1)	-0,001(1)	-0,005(1)	0,006(1)
O(1)	0,09(1)	0,078(9)	0,072(9)	-0,019(8)	0,037(7)	-0,013(8)
O(2)	0,10(1)	0,047(7)	0,12(1)	0,0170(8)	0,014(9)	0,006(7)
O(11)	0,049(8)	0,09(1)	0,08(1)	-0,014(9)	0,011(6)	-0,015(7)
O(12)	0,075(9)	0,08(1)	0,051(8)	0,005(7)	-0,004(7)	0,016(7)
O(13)	0,077(9)	0,069(9)	0,059(9)	-0,008(8)	0,006(7)	0,022(7)
O(14)	0,10(1)	0,062(8)	0,055(7)	-0,055(7)	0,001(7)	-0,010(7)
O(15)	0,038(6)	0,064(8)	0,067(8)	-0,015(6)	-0,020(5)	-0,016(6)
O(16)	0,077(9)	0,051(8)	0,054(8)	0,0180(6)	-0,014(7)	0,002(7)
O(21)	0,073(9)	0,062(8)	0,061(9)	-0,002(7)	-0,017(7)	0,013(7)
O(22)	0,068(8)	0,063(8)	0,047(7)	-0,023(7)	-0,015(6)	0,006(7)
O(23)	0,074(8)	0,033(6)	0,047(7)	-0,002(5)	-0,022(6)	-0,008(6)
O(24)	0,051(7)	0,063(8)	0,055(8)	-0,018(7)	-0,008(6)	-0,001(6)
O(25)	0,08(1)	0,070(9)	0,061(8)	-0,004(7)	0,005(7)	0,014(8)
O(26)	0,049(7)	0,051(7)	0,082(9)	0,037(7)	0,003(6)	-0,003(5)
C(1)	0,11(2)	0,04(1)	0,09(2)	0,00(1)	0,01(1)	-0,04(1)
C(2)	0,13(3)	0,26(4)	0,10(2)	-0,01(3)	0,01(2)	-0,13(3)
C(11)	0,06(1)	0,036(9)	0,07(1)	0,029(9)	0,029(9)	0,003(8)
C(12)	0,05(1)	0,08(1)	0,05(1)	-0,016(9)	-0,016(8)	-0,016(9)
C(13)	0,06(1)	0,10(2)	0,09(2)	-0,07(2)	-0,03(1)	0,02(1)
C(14)	0,07(1)	0,11(2)	0,06(1)	0,01(1)	-0,05(1)	0,02(1)
C(15)	0,12(2)	0,12(2)	0,05(1)	-0,02(1)	-0,02(1)	0,07(2)
C(16)	0,07(1)	0,038(9)	0,028(7)	0,012(7)	-0,017(7)	0,006(8)
C(17)	0,12(2)	0,07(2)	0,18(3)	-0,04(2)	0,09(2)	-0,03(2)
C(18)	0,08(2)	0,13(2)	0,07(1)	-0,02(1)	0,03(1)	0,00(1)
C(19)	0,09(2)	0,06(1)	0,07(2)	0,02(1)	0,01(1)	0,01(1)
C(21)	0,12(2)	0,03(1)	0,14(2)	-0,01(1)	0,08(2)	0,01(1)
C(22)	0,09(2)	0,06(1)	0,09(2)	0,01(1)	-0,05(1)	0,03(1)
C(23)	0,08(1)	0,08(1)	0,034(8)	-0,017(9)	-0,040(8)	0,04(1)
C(24)	0,07(1)	0,09(2)	0,04(1)	0,03(1)	-0,009(9)	-0,01(1)
C(25)	0,07(1)	0,08(2)	0,10(2)	-0,01(1)	0,01(1)	0,01(1)
C(26)	0,05(1)	0,07(1)	0,07(1)	-0,04(1)	-0,006(9)	0,000(9)
C(27)	0,10(2)	0,05(1)	0,12(2)	0,00(1)	0,05(1)	0,04(1)
C(28)	0,13(2)	0,014(7)	0,09(2)	-0,026(9)	0,05(1)	-0,013(9)
C(29)	0,06(1)	0,08(2)	0,07(1)	0,01(1)	0,01(1)	0,02(1)
C(220)	0,10(2)	0,06(1)	0,04(1)	0,016(9)	-0,02(1)	0,05(1)
C(110)	0,08(1)	0,043(9)	0,041(9)	-0,002(8)	-0,008(8)	0,002(9)
C(111)	0,09(1)	0,05(1)	0,04(1)	-0,002(8)	-0,003(9)	-0,014(9)
C(112)	0,08(1)	0,05(1)	0,037(9)	-0,011(8)	-0,008(8)	-0,024(9)
C(113)	0,07(1)	0,07(1)	0,08(1)	0,05(1)	0,01(1)	0,03(1)
C(114)	0,04(1)	0,06(1)	0,08(2)	-0,03(1)	-0,022(9)	0,000(9)
C(115)	0,04(1)	0,09(1)	0,040(9)	0,011(9)	-0,024(8)	0,011(9)
C(116)	0,037(8)	0,05(1)	0,06(1)	-0,013(9)	0,010(7)	-0,008(7)
C(117)	0,06(1)	0,030(8)	0,052(9)	-0,007(7)	-0,005(7)	-0,006(7)
C(118)	0,11(2)	0,03(1)	0,09(2)	-0,02(1)	0,05(1)	-0,02(1)
C(119)	0,05(1)	0,16(3)	0,10(2)	0,03(2)	0,02(1)	-0,02(2)
C(120)	0,06(1)	0,08(1)	0,06(1)	-0,01(1)	-0,011(9)	-0,04(1)
C(210)	0,07(1)	0,05(1)	0,12(2)	0,00(1)	0,00(1)	0,01(1)
C(211)	0,05(1)	0,05(1)	0,07(1)	0,010(9)	0,019(9)	0,011(8)
C(212)	0,08(2)	0,06(1)	0,13(2)	-0,01(2)	0,03(2)	0,00(1)
C(213)	0,05(1)	0,14(2)	0,07(1)	0,02(2)	0,00(1)	-0,01(1)

Tabelle 10.25.2.2: $[\text{Ag}_2(\text{DB18K6})_2(\text{EtOH})(\text{H}_2\text{O})](\text{SbF}_6)_2$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(214)	0,08(1)	0,12(2)	0,07(1)	-0,06(1)	0,00(1)	-0,07(1)
C(215)	0,08(2)	0,10(2)	0,11(2)	-0,05(2)	-0,01(2)	0,01(1)
C(216)	0,07(1)	0,043(9)	0,023(7)	-0,007(7)	-0,020(7)	-0,008(8)
C(217)	0,09(2)	0,08(2)	0,05(1)	-0,01(1)	-0,01(1)	-0,00(1)
C(218)	0,21(3)	0,07(2)	0,07(2)	-0,01(1)	0,05(2)	0,07(2)
C(219)	0,16(3)	0,08(2)	0,07(2)	0,03(1)	0,01(2)	0,08(2)
Sb(2)	0,053(1)	0,090(1)	0,055(1)	0,008(1)	-0,005(1)	0,016(1)
F(7)	0,22(2)	0,19(2)	0,11(1)	-0,02(1)	0,06(1)	-0,01(2)
F(8)	0,055(8)	0,19(2)	0,14(1)	-0,03(1)	-0,036(8)	0,044(9)
F(9)	0,11(1)	0,23(2)	0,09(1)	-0,04(1)	0,008(9)	-0,08(1)
F(10)	0,16(2)	0,10(1)	0,17(2)	0,04(1)	-0,01(1)	-0,06(1)
F(11)	0,10(1)	0,36(3)	0,13(1)	0,10(2)	0,06(1)	0,14(2)
F(12)	0,27(2)	0,11(1)	0,11(1)	-0,01(1)	0,04(1)	0,05(1)
Sb(1)	0,057(1)	0,088(1)	0,052(1)	0,003(1)	-0,003(1)	0,006(1)
F(4)	0,07(1)	0,37(3)	0,21(2)	0,07(2)	-0,04(1)	0,04(2)
F(3)	0,16(2)	0,22(2)	0,065(9)	-0,06(1)	-0,015(9)	0,07(1)
F(5)	0,14(2)	0,26(2)	0,13(2)	0,08(2)	0,06(1)	-0,02(2)
F(1)	0,08(1)	0,12(1)	0,14(1)	0,03(1)	-0,019(9)	-0,010(8)
F(6)	0,12(1)	0,12(1)	0,066(8)	-0,018(8)	0,002(7)	-0,035(9)
F(2)	0,16(1)	0,062(8)	0,16(2)	0,036(9)	0,01(1)	-0,008(8)

10.26 [Ag(Krypt222)][Gd(NO₃)₄(H₂O)₂]Tabelle 10.26.1: [Ag(Krypt222)][Gd(NO₃)₄(H₂O)₂] : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ag(1)	0,2429(1)	0,3546(1)	0,3824(1)	0,045(1)
O(136)	0,239(2)	0,4993(9)	0,307(2)	0,07(1)
O(133)	0,251(2)	0,524(3)	0,468(7)	0,8(1)
O(113)	0,092(1)	0,3400(9)	0,388(1)	0,064(7)
O(126)	0,395(1)	0,3138(8)	0,374(1)	0,046(6)
O(116)	0,177(1)	0,246(1)	0,311(1)	0,064(7)
O(123)	0,304(1)	0,254(1)	0,469(2)	0,072(9)
C(132)	0,248(3)	0,477(2)	0,483(4)	0,27(5)
N(11)	0,197(1)	0,365(2)	0,497(2)	0,068(9)
N(12)	0,287(1)	0,356(2)	0,271(1)	0,055(8)
C(125)	0,409(2)	0,251(2)	0,398(2)	0,11(2)
C(137)	0,265(3)	0,485(3)	0,243(4)	0,23(5)
C(117)	0,201(2)	0,261(2)	0,237(2)	0,07(1)
C(118)	0,273(2)	0,277(3)	0,243(3)	0,10(2)
C(111)	0,123(2)	0,386(2)	0,501(2)	0,08(1)
C(128)	0,365(2)	0,371(3)	0,266(2)	0,09(2)
C(131)	0,243(3)	0,416(2)	0,540(2)	0,14(2)
C(138)	0,255(2)	0,414(3)	0,220(2)	0,13(2)
C(134)	0,240(3)	0,566(3)	0,418(6)	0,36(8)
C(112)	0,073(2)	0,329(2)	0,462(2)	0,07(1)
C(127)	0,408(2)	0,320(3)	0,306(3)	0,11(2)
C(135)	0,261(3)	0,551(7)	0,340(4)	0,25(5)
C(124)	0,381(2)	0,238(2)	0,475(2)	0,10(2)
C(114)	0,068(2)	0,272(2)	0,338(2)	0,09(2)
C(122)	0,276(4)	0,256(2)	0,539(2)	0,14(3)
C(115)	0,111(3)	0,227(2)	0,327(2)	0,10(2)
C(121)	0,202(2)	0,289(3)	0,527(2)	0,09(2)
Gd(1)	0	0,50704(1)	0,25	0,052(1)
O(6)	-0,009(2)	0,617(2)	0,326(1)	0,10(1)
O(2)	0,048(2)	0,386(1)	0,197(2)	0,083(9)
O(5)	0,103(1)	0,586(2)	0,228(1)	0,066(8)
O(3)	0,106(1)	0,387(1)	0,099(2)	0,088(9)
O(7)	-0,105(2)	0,684(1)	0,332(2)	0,17(2)
O(1)	-0,069(2)	0,487(1)	0,360(2)	0,14(2)
O(4)	0,092(1)	0,461(1)	0,325(2)	0,13(2)
N(2)	-0,070(2)	0,627(1)	0,310(1)	0,047(7)
N(1)	0,070(2)	0,416(2)	0,141(2)	0,07(1)
Gd(2)	0	0	0,5	0,072(1)
O(12)	0,001(8)	0,06(1)	0,390(7)	1,1(3)
O(11)	0,027(1)	0,100(2)	0,578(2)	0,10(1)
N(4)	-0,027(4)	0,106(3)	0,410(3)	0,18(3)
O(9)	0,108(2)	0,075(1)	0,507(1)	0,087(9)
O(10)	0,124(2)	0,151(1)	0,596(2)	0,17(2)
O(14)	-0,075(2)	0,128(2)	0,353(3)	0,17(2)
O(8)	0,100(2)	-0,034(2)	0,431(2)	0,21(3)
N(3)	0,097(2)	0,108(2)	0,558(2)	0,069(9)
O(13)	-0,074(2)	0,060(2)	0,416(3)	0,24(3)

Tabelle 10.26.2: [Ag(Krypt222)][Gd(NO₃)₄(H₂O)₂]: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ag(1)	0,039(1)	0,053(1)	0,042(1)	-0,004(1)	0,001(1)	0,008(1)
O(136)	0,07(2)	0,000(8)	0,13(3)	0,01(1)	-0,05(2)	-0,02(1)
O(133)	0,16(4)	0,15(3)	2,0(3)	-0,68(9)	-0,31(9)	0,08(3)
O(113)	0,10(2)	0,01(1)	0,08(2)	-0,04(1)	-0,03(1)	0,03(1)
O(126)	0,07(1)	0,000(8)	0,07(2)	0,007(8)	-0,02(1)	-0,002(8)
O(116)	0,07(2)	0,06(2)	0,06(2)	-0,01(1)	0,01(1)	-0,03(1)
O(123)	0,03(1)	0,10(2)	0,09(2)	0,01(1)	0,04(1)	0,02(1)
C(132)	0,20(5)	0,01(1)	0,6(1)	0,17(4)	-0,35(7)	-0,10(2)
N(11)	0,06(2)	0,11(3)	0,04(2)	-0,04(2)	-0,02(1)	0,03(2)
N(12)	0,04(1)	0,09(2)	0,04(2)	0,01(1)	0,00(1)	-0,03(2)
C(125)	0,07(3)	0,18(5)	0,07(4)	0,07(3)	0,03(2)	0,09(3)
C(137)	0,22(6)	0,13(4)	0,34(8)	0,26(6)	0,19(6)	0,12(4)
C(117)	0,05(2)	0,15(4)	0,01(2)	-0,05(2)	-0,01(1)	0,05(2)
C(118)	0,03(2)	0,13(4)	0,12(4)	-0,06(3)	0,03(2)	0,01(2)
C(111)	0,06(2)	0,13(4)	0,04(2)	0,03(2)	0,01(2)	0,05(2)
C(128)	0,05(2)	0,15(4)	0,06(3)	0,03(3)	0,02(2)	0,01(2)
C(131)	0,20(5)	0,10(3)	0,11(4)	-0,06(3)	-0,05(4)	-0,09(4)
C(138)	0,06(2)	0,25(6)	0,07(3)	0,09(4)	-0,03(2)	-0,05(4)
C(134)	0,09(4)	0,11(4)	0,9(2)	-0,35(9)	-0,22(8)	0,11(4)
C(112)	0,04(2)	0,12(3)	0,06(3)	0,05(2)	-0,00(2)	-0,03(2)
C(127)	0,07(3)	0,19(5)	0,09(4)	0,06(4)	0,03(3)	0,04(3)
C(135)	0,09(5)	0,4(1)	0,23(9)	0,17(9)	0,05(5)	0,18(7)
C(124)	0,12(4)	0,12(4)	0,05(3)	0,02(2)	-0,01(2)	0,05(3)
C(114)	0,06(2)	0,09(3)	0,13(4)	-0,08(3)	-0,06(2)	0,03(2)
C(122)	0,27(8)	0,05(2)	0,09(4)	-0,04(2)	0,12(5)	-0,06(3)
C(115)	0,23(6)	0,05(2)	0,03(3)	-0,04(2)	-0,02(3)	-0,03(3)
C(121)	0,09(3)	0,14(4)	0,04(3)	-0,01(2)	-0,04(2)	0,08(3)
Gd(1)	0,047(1)	0,059(2)	0,049(2)	0	-0,004(1)	0
O(6)	0,11(2)	0,12(3)	0,06(2)	-0,02(2)	0,02(2)	-0,1(2)
O(2)	0,08(2)	0,08(2)	0,09(2)	0,03(2)	0,03(2)	0,01(2)
O(5)	0,06(2)	0,12(2)	0,02(2)	0,01(1)	-0,01(1)	-0,04(2)
O(3)	0,10(2)	0,07(2)	0,09(2)	0,03(2)	0,07(2)	0,01(2)
O(7)	0,33(5)	0,02(1)	0,16(3)	0,06(2)	0,19(3)	0,09(2)
O(1)	0,24(4)	0,02(1)	0,16(3)	0,02(1)	0,13(3)	0,02(2)
O(4)	0,04(1)	0,03(1)	0,33(5)	0,00(2)	0,00(2)	0,01(1)
N(2)	0,08(2)	0,03(1)	0,03(2)	-0,01(1)	0,01(2)	-0,03(1)
N(1)	0,06(2)	0,05(2)	0,10(3)	-0,08(2)	0,00(2)	-0,02(2)
Gd(2)	0,073(2)	0,066(2)	0,078(2)	-0,037(2)	0,031(2)	-0,028(2)
O(12)	0,9(3)	1,8(5)	0,6(2)	-1,0(3)	0,7(2)	-1,0(3)
O(11)	0,06(2)	0,14(3)	0,11(3)	-0,02(2)	0,03(2)	-0,07(2)
N(4)	0,25(7)	0,10(3)	0,19(6)	0,05(4)	0,15(5)	0,11(4)
O(9)	0,14(2)	0,09(2)	0,03(2)	-0,05(1)	-0,02(2)	0,01(2)
O(10)	0,19(3)	0,01(1)	0,31(5)	0,02(2)	-0,15(3)	-0,07(2)
O(14)	0,20(4)	0,13(3)	0,19(5)	-0,07(3)	-0,07(4)	-0,11(3)
O(8)	0,11(2)	0,33(5)	0,19(3)	-0,26(4)	0,14(2)	-0,18(3)
N(3)	0,09(2)	0,08(2)	0,04(2)	-0,01(2)	0,02(2)	0,02(2)
O(13)	0,08(2)	0,11(3)	0,54(9)	0,26(5)	0,05(3)	0,03(2)

10.27 Ag₂La(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.27.1: Ag₂La(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
La(1)	1,0000	0,2168(1)	0,2500	0,033(1)
Ag(1)	1,1163(1)	-0,4008(1)	0,3854(1)	0,059(1)
O(5)	0,9548(2)	-0,6060(2)	0,1970(2)	0,052(1)
C(23)	1,2877(2)	-0,6799(3)	0,4162(3)	0,034(1)
C(14)	0,9359(3)	-0,0910(3)	0,3172(3)	0,039(1)
O(1)	0,8134(3)	-0,4198(3)	0,3765(3)	0,072(1)
C(24)	1,3339(2)	-0,6517(3)	0,4901(3)	0,030(1)
O(3)	0,9045(3)	-0,4981(3)	0,4494(3)	0,081(2)
C(26)	1,2993(3)	-0,4867(3)	0,4579(3)	0,043(1)
N(12)	0,8447(3)	-0,0018(4)	0,2185(3)	0,064(1)
O(11)	0,9388(3)	0,0770(3)	0,2954(3)	0,078(1)
C(16)	0,9441(3)	-0,2635(3)	0,3279(4)	0,046(1)
C(25)	1,3396(3)	-0,5545(3)	0,5098(3)	0,040(1)
N(1)	0,8544(3)	-0,4885(3)	0,3866(3)	0,055(1)
C(21)	1,2527(2)	-0,5161(3)	0,3848(3)	0,036(1)
C(22)	1,2469(3)	-0,6122(3)	0,3637(3)	0,038(1)
C(13)	0,9892(3)	-0,0849(4)	0,3899(3)	0,046(1)
C(15)	0,9133(3)	-0,1818(4)	0,2866(3)	0,042(1)
N(11)	1,0292(3)	-0,3405(3)	0,4410(3)	0,052(1)
N(21)	1,2096(2)	-0,4450(3)	0,3330(3)	0,048(1)
C(17)	0,9058(3)	-0,0002(4)	0,2759(3)	0,048(1)
C(11)	0,9971(3)	-0,2562(4)	0,4000(3)	0,042(1)
O(2)	0,8465(5)	-0,5470(5)	0,3295(4)	0,152(4)
C(12)	1,0195(3)	-0,1659(4)	0,4311(4)	0,048(1)
N(2)	1,0000	-0,5588(4)	0,2500	0,050(2)
O(21)	1,4095(2)	-0,6909(3)	0,6206(3)	0,059(1)
N(22)	1,3811(2)	-0,8109(3)	0,5297(3)	0,041(1)
C(27)	1,3780(2)	-0,7201(3)	0,5503(3)	0,033(1)
O(7)	1,0666(4)	0,2770(6)	0,1427(6)	0,060(3)
O(6)	0,8575(5)	0,2340(5)	0,2691(7)	0,068(3)
N(3)	1,107(1)	0,2480(7)	0,1425(9)	0,113(8)
O(8)	1,193(1)	0,2316(6)	0,134(1)	0,268(9)
O(10)	1,2979(4)	0,3025(9)	0,0997(7)	0,092(4)
N(4)	1,2384(7)	0,2766(7)	0,0982(8)	0,067(3)
O(9)	1,1807(9)	0,272(1)	0,043(2)	0,18(1)
O(4)	1,0000	-0,4708(3)	0,2500	0,089(3)

Tabelle 10.27.2: $\text{Ag}_2\text{La}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
La(1)	0,052(1)	0,018(1)	0,026(1)	0	-0,002(1)	0
Ag(1)	0,049(1)	0,053(1)	0,074(1)	0,008(1)	0,011(1)	0,021(1)
O(5)	0,069(2)	0,031(2)	0,044(2)	-0,004(1)	-0,016(2)	-0,005(2)
C(23)	0,031(2)	0,033(2)	0,036(3)	-0,005(2)	0,002(2)	0,000(2)
C(14)	0,036(2)	0,046(2)	0,038(3)	0,006(2)	0,016(2)	-0,005(2)
O(1)	0,082(3)	0,045(2)	0,076(3)	-0,014(2)	-0,015(3)	0,019(2)
C(24)	0,026(2)	0,035(2)	0,028(2)	0,001(2)	0,005(2)	0,002(2)
O(3)	0,101(4)	0,055(3)	0,065(4)	-0,001(2)	-0,029(3)	0,019(2)
C(26)	0,046(3)	0,032(2)	0,047(3)	-0,002(2)	0,000(2)	0,007(2)
N(12)	0,075(3)	0,056(3)	0,054(3)	0,022(2)	-0,002(3)	0,002(2)
O(11)	0,110(4)	0,054(2)	0,065(3)	0,018(2)	0,007(3)	-0,031(2)
C(16)	0,049(3)	0,040(2)	0,050(3)	-0,004(2)	0,012(3)	0,001(2)
C(25)	0,039(2)	0,038(2)	0,038(3)	-0,009(2)	-0,005(2)	0,002(2)
N(1)	0,080(3)	0,032(2)	0,047(3)	-0,004(2)	0,002(3)	0,007(2)
C(21)	0,033(2)	0,035(2)	0,040(3)	0,001(2)	0,009(2)	0,007(2)
C(22)	0,033(2)	0,045(2)	0,031(3)	-0,003(2)	-0,003(2)	0,005(2)
C(13)	0,046(3)	0,046(3)	0,045(3)	0,001(2)	0,005(2)	-0,007(2)
C(15)	0,041(3)	0,051(3)	0,033(3)	0,002(2)	0,001(2)	-0,005(2)
N(11)	0,052(3)	0,050(2)	0,052(3)	0,007(2)	0,009(2)	0,010(2)
N(21)	0,051(2)	0,044(2)	0,044(3)	0,003(2)	-0,003(2)	0,018(2)
C(17)	0,054(3)	0,050(3)	0,043(3)	0,012(2)	0,019(3)	-0,012(2)
C(11)	0,036(2)	0,051(2)	0,041(3)	0,007(2)	0,015(2)	0,004(2)
O(2)	0,251(9)	0,092(4)	0,076(4)	-0,047(3)	-0,049(5)	0,088(5)
C(12)	0,043(3)	0,060(3)	0,038(3)	-0,001(2)	-0,002(2)	-0,005(2)
N(2)	0,069(4)	0,021(2)	0,049(4)	0	-0,013(3)	0
O(21)	0,074(3)	0,043(2)	0,044(2)	-0,008(2)	-0,023(2)	0,016(2)
N(22)	0,051(2)	0,033(2)	0,035(2)	0,001(1)	0,003(2)	0,008(2)
C(27)	0,032(2)	0,034(2)	0,033(2)	-0,002(2)	0,003(2)	0,004(2)
O(7)	0,061(5)	0,051(4)	0,090(7)	0,047(5)	0,067(5)	0,041(4)
O(6)	0,063(5)	0,032(4)	0,112(8)	0,011(4)	0,024(5)	0,007(3)
N(3)	0,27(2)	0,037(5)	0,080(9)	-0,032(5)	0,14(1)	-0,049(9)
O(8)	0,49(2)	0,089(5)	0,33(2)	0,032(8)	0,34(2)	0,036(9)
O(10)	0,031(4)	0,15(1)	0,084(8)	0,066(7)	-0,014(4)	-0,041(5)
N(4)	0,083(8)	0,053(5)	0,066(7)	0,015(5)	0,013(7)	0,010(5)
O(9)	0,09(1)	0,18(2)	0,21(2)	-0,09(2)	-0,08(1)	0,03(1)
O(4)	0,114(5)	0,020(2)	0,104(6)	0	-0,044(4)	0

10.28 Ag₂Ce(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.28.1: Ag₂Ce(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Ce(1)	1	0,2169(1)	0,2500	0,020(1)
Ag(1)	1,1167(1)	-0,4007(1)	0,3854(1)	0,050(1)
O(5)	0,9548(4)	-0,6062(3)	0,1972(3)	0,040(1)
C(23)	1,2888(4)	-0,6813(5)	0,4171(4)	0,029(2)
C(14)	0,9371(5)	-0,0898(5)	0,3173(5)	0,034(2)
O(1)	0,8147(5)	-0,4187(5)	0,3765(4)	0,070(2)
C(24)	1,3350(4)	-0,6520(5)	0,4905(4)	0,023(1)
O(3)	0,9057(5)	-0,4981(5)	0,4493(4)	0,072(2)
C(26)	1,2986(5)	-0,4874(5)	0,4585(5)	0,035(2)
N(12)	0,8453(5)	0,0003(5)	0,2197(4)	0,057(2)
O(11)	0,9403(5)	0,0790(5)	0,2967(4)	0,080(3)
C(16)	0,9451(5)	-0,2625(6)	0,3273(5)	0,039(2)
C(25)	1,3404(5)	-0,5550(5)	0,5106(5)	0,036(2)
N(1)	0,8552(5)	-0,4878(4)	0,3859(4)	0,044(2)
C(21)	1,2530(4)	-0,5172(5)	0,3850(4)	0,029(2)
C(22)	1,2471(5)	-0,6133(5)	0,3641(5)	0,033(2)
C(13)	0,9908(5)	-0,0839(6)	0,3909(5)	0,037(2)
C(15)	0,9143(5)	-0,1802(5)	0,2870(5)	0,037(2)
N(11)	1,0295(4)	-0,3403(5)	0,4408(5)	0,046(2)
N(21)	1,2093(4)	-0,4462(5)	0,3336(4)	0,041(2)
C(17)	0,9063(6)	0,0016(6)	0,2769(5)	0,045(2)
C(11)	0,9976(5)	-0,2561(6)	0,3996(5)	0,036(2)
O(2)	0,8461(7)	-0,5489(7)	0,3303(5)	0,132(5)
C(12)	1,0208(5)	-0,1651(6)	0,4320(5)	0,044(2)
N(2)	1	-0,5596(5)	0,2500	0,035(2)
O(21)	1,4102(4)	-0,6918(4)	0,6223(4)	0,054(2)
N(22)	1,3821(4)	-0,8107(4)	0,5305(4)	0,030(1)
C(27)	1,3784(4)	-0,7202(5)	0,5514(4)	0,027(1)
O(7)	1,0634(7)	0,2741(9)	0,1415(9)	0,060(5)
O(6)	0,8618(8)	0,2323(8)	0,268(1)	0,060(4)
N(3)	1,111(1)	0,249(1)	0,148(1)	0,067(7)
O(8)	1,188(1)	0,2305(9)	0,130(1)	0,26(1)
O(10)	1,3022(9)	0,293(2)	0,096(2)	0,086(9)
N(4)	1,271(3)	0,311(4)	0,108(2)	0,17(3)
O(9)	1,215(2)	0,275(2)	0,068(3)	0,26(3)
O(4)	1	-0,4719(6)	0,2500	0,078(4)

Tabelle 10.28.2: $\text{Ag}_2\text{Ce}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ce(1)	0,024(1)	0,014(1)	0,020(1)	0	0,000(1)	0
Ag(1)	0,033(1)	0,050(1)	0,068(1)	0,010(1)	0,011(1)	0,021(1)
O(5)	0,048(4)	0,029(3)	0,036(3)	-0,004(2)	-0,009(3)	-0,002(2)
C(23)	0,021(4)	0,028(3)	0,034(4)	-0,003(3)	0,000(3)	0,001(3)
C(14)	0,027(4)	0,043(4)	0,036(4)	0,012(3)	0,014(4)	-0,008(3)
O(1)	0,082(6)	0,039(4)	0,071(5)	-0,017(3)	-0,024(4)	0,021(3)
C(24)	0,016(3)	0,028(3)	0,025(3)	0,000(2)	0,004(3)	0,002(3)
O(3)	0,085(6)	0,049(4)	0,064(5)	-0,001(3)	-0,027(4)	0,015(4)
C(26)	0,028(4)	0,025(4)	0,049(4)	0,001(3)	0,000(4)	0,008(3)
N(12)	0,074(7)	0,050(4)	0,040(4)	0,017(3)	-0,007(4)	-0,004(4)
O(11)	0,126(8)	0,053(4)	0,050(4)	0,020(3)	-0,006(4)	-0,051(4)
C(16)	0,028(5)	0,037(4)	0,049(5)	-0,003(3)	-0,001(4)	-0,001(3)
C(25)	0,036(5)	0,035(4)	0,032(4)	-0,007(3)	-0,007(4)	0,000(3)
N(1)	0,057(5)	0,027(3)	0,044(4)	-0,005(3)	0,001(4)	0,002(3)
C(21)	0,023(4)	0,033(4)	0,033(4)	0,005(3)	0,008(3)	0,012(3)
C(22)	0,030(4)	0,036(4)	0,027(4)	0,000(3)	-0,009(3)	0,006(3)
C(13)	0,028(4)	0,044(4)	0,038(4)	0,002(3)	0,003(4)	-0,008(3)
C(15)	0,035(5)	0,043(4)	0,029(4)	0,000(3)	-0,003(3)	-0,011(3)
N(11)	0,034(4)	0,050(4)	0,050(4)	0,011(3)	0,003(3)	0,005(3)
N(21)	0,034(4)	0,041(4)	0,045(4)	0,005(3)	0,004(3)	0,020(3)
C(17)	0,063(7)	0,052(5)	0,027(4)	0,007(3)	0,023(5)	-0,024(4)
C(11)	0,025(4)	0,047(4)	0,038(4)	0,004(3)	0,011(4)	0,008(3)
O(2)	0,19(1)	0,098(7)	0,081(6)	-0,058(5)	-0,050(7)	0,079(7)
C(12)	0,036(5)	0,056(5)	0,034(4)	-0,005(3)	-0,007(4)	-0,011(4)
N(2)	0,037(6)	0,013(4)	0,045(5)	0	-0,011(4)	0
O(21)	0,063(5)	0,033(3)	0,045(3)	-0,010(2)	-0,034(3)	0,017(3)
N(22)	0,034(4)	0,029(3)	0,029(3)	0,000(2)	0,007(3)	0,006(3)
C(27)	0,023(4)	0,026(3)	0,030(3)	0,003(3)	0,004(3)	0,007(3)
O(7)	0,048(8)	0,065(8)	0,09(1)	0,071(8)	0,073(8)	0,056(7)
O(6)	0,045(9)	0,034(7)	0,09(1)	0,015(6)	-0,009(8)	0,003(5)
N(3)	0,10(2)	0,08(1)	0,046(9)	-0,041(8)	0,07(1)	-0,07(1)
O(8)	0,41(3)	0,087(9)	0,39(2)	-0,01(1)	0,35(3)	0,03(1)
O(10)	0,010(7)	0,12(2)	0,12(2)	0,06(1)	0,010(9)	-0,012(9)
N(4)	0,19(5)	0,27(5)	0,06(2)	0,08(2)	0,04(3)	0,16(4)
O(9)	0,35(5)	0,09(2)	0,48(6)	-0,04(2)	0,43(5)	-0,02(2)
O(4)	0,087(9)	0,016(4)	0,105(8)	0	-0,046(6)	0

10.29 Ag₂Pr(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.29.1: Ag₂Pr(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Pr(1)	1	0,2187(1)	0,2500	0,030(1)
Ag(1)	1,1165(1)	-0,3993(1)	0,3863(1)	0,060(1)
O(5)	0,9545(3)	-0,6059(3)	0,1971(3)	0,050(1)
C(23)	1,2881(3)	-0,6797(4)	0,4170(4)	0,032(1)
C(14)	0,9367(3)	-0,0877(4)	0,3186(4)	0,039(2)
O(1)	0,8150(3)	-0,4184(3)	0,3757(4)	0,072(2)
C(24)	1,3338(3)	-0,6524(4)	0,4916(4)	0,028(1)
O(3)	0,9043(3)	-0,4987(4)	0,4481(4)	0,088(3)
C(26)	1,2990(3)	-0,4877(4)	0,4605(4)	0,044(2)
N(12)	0,8457(3)	0,0038(4)	0,2210(4)	0,062(2)
O(11)	0,9414(3)	0,0809(4)	0,2974(4)	0,078(2)
C(16)	0,9439(4)	-0,2600(5)	0,3270(5)	0,046(2)
C(25)	1,3392(3)	-0,5546(4)	0,5119(4)	0,039(2)
N(1)	0,8551(4)	-0,4882(4)	0,3854(4)	0,059(2)
C(21)	1,2532(3)	-0,5160(4)	0,3866(4)	0,034(1)
C(22)	1,2476(3)	-0,6124(4)	0,3654(4)	0,037(1)
C(13)	0,9897(3)	-0,0818(5)	0,3921(4)	0,043(2)
C(15)	0,9136(3)	-0,1780(4)	0,2868(4)	0,041(2)
N(11)	1,0285(3)	-0,3388(4)	0,4417(4)	0,054(2)
N(21)	1,2092(3)	-0,4460(4)	0,3339(4)	0,050(2)
C(17)	0,9070(4)	0,0043(5)	0,2775(4)	0,049(2)
C(11)	0,9969(3)	-0,2541(4)	0,4006(4)	0,041(2)
O(2)	0,8444(6)	-0,5478(5)	0,3304(5)	0,174(5)
C(12)	1,0194(3)	-0,1644(5)	0,4325(4)	0,048(2)
N(2)	1	-0,5607(4)	0,2500	0,048(2)
O(21)	1,4104(3)	-0,6927(3)	0,6234(3)	0,059(1)
N(22)	1,3822(3)	-0,8115(3)	0,5308(3)	0,038(1)
C(27)	1,3783(3)	-0,7213(4)	0,5520(4)	0,033(1)
O(7)	1,0638(5)	0,2780(7)	0,1456(8)	0,053(4)
O(6)	0,8592(5)	0,2330(6)	0,269(1)	0,069(3)
N(3)	1,099(2)	0,254(1)	0,143(1)	0,102(9)
O(8)	1,190(1)	0,2305(6)	0,134(1)	0,250(9)
O(10)	1,2982(5)	0,3013(9)	0,0999(7)	0,084(5)
N(4)	1,2412(9)	0,281(1)	0,100(1)	0,076(4)
O(9)	1,181(1)	0,270(2)	0,049(2)	0,21(1)
O(4)	1	-0,4726(4)	0,2500	0,097(3)

Tabelle 10.29.2: $\text{Ag}_2\text{Pr}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Pr(1)	0,044(1)	0,017(1)	0,026(1)	0	-0,002(1)	0
Ag(1)	0,050(1)	0,052(1)	0,075(1)	0,007(1)	0,009(1)	0,021(1)
O(5)	0,066(3)	0,031(2)	0,041(3)	-0,009(2)	-0,015(2)	-0,004(2)
C(23)	0,028(3)	0,027(3)	0,036(4)	0,000(2)	-0,002(3)	-0,002(2)
C(14)	0,035(3)	0,050(4)	0,034(4)	0,006(3)	0,015(3)	-0,009(3)
O(1)	0,091(4)	0,044(3)	0,066(4)	-0,015(2)	-0,019(3)	0,022(3)
C(24)	0,021(3)	0,030(3)	0,033(4)	-0,004(2)	0,006(2)	0,000(2)
O(3)	0,111(5)	0,057(4)	0,072(5)	-0,005(3)	-0,031(4)	0,025(3)
C(26)	0,051(4)	0,031(3)	0,042(4)	-0,003(3)	-0,004(3)	0,002(3)
N(12)	0,077(4)	0,053(3)	0,048(4)	0,021(3)	-0,005(3)	-0,009(3)
O(11)	0,116(5)	0,060(3)	0,050(4)	0,014(3)	-0,001(3)	-0,035(3)
C(16)	0,047(4)	0,040(4)	0,050(5)	-0,003(3)	0,010(3)	0,000(3)
C(25)	0,040(3)	0,028(3)	0,041(4)	-0,006(3)	-0,006(3)	0,000(2)
N(1)	0,092(5)	0,030(3)	0,044(4)	-0,005(3)	-0,008(3)	0,013(3)
C(21)	0,028(3)	0,035(3)	0,040(4)	0,003(3)	0,009(3)	0,009(2)
C(22)	0,037(3)	0,039(3)	0,030(4)	-0,005(3)	-0,004(3)	0,000(2)
C(13)	0,042(4)	0,047(4)	0,039(4)	-0,002(3)	0,005(3)	-0,009(3)
C(15)	0,037(3)	0,050(4)	0,032(4)	-0,004(3)	0,003(3)	-0,008(3)
N(11)	0,050(3)	0,049(3)	0,057(4)	0,005(3)	0,0003	0,010(3)
N(21)	0,051(3)	0,041(3)	0,049(4)	0,005(3)	-0,006(3)	0,018(2)
C(17)	0,061(4)	0,050(4)	0,034(4)	0,009(3)	0,011(3)	-0,016(3)
C(11)	0,039(3)	0,043(3)	0,044(4)	0,001(3)	0,019(3)	0,006(3)
O(2)	0,30(1)	0,090(5)	0,083(6)	-0,045(5)	-0,062(7)	0,104(7)
C(12)	0,037(4)	0,060(4)	0,042(4)	0,000(3)	0,000(3)	-0,007(3)
N(2)	0,069(5)	0,018(3)	0,047(5)	0	-0,012(4)	0
O(21)	0,075(3)	0,040(3)	0,048(3)	-0,012(2)	-0,017(2)	0,017(2)
N(22)	0,046(3)	0,035(3)	0,028(3)	-0,004(2)	-0,003(2)	0,006(2)
C(27)	0,030(3)	0,033(3)	0,034(3)	-0,006(3)	0,002(2)	0,002(2)
O(7)	0,048(5)	0,052(6)	0,08(1)	0,045(6)	0,066(6)	0,053(5)
O(6)	0,049(6)	0,031(5)	0,13(1)	0,017(6)	0,031(6)	0,011(4)
N(3)	0,24(2)	0,055(9)	0,07(1)	-0,043(8)	0,15(2)	-0,08(1)
O(8)	0,51(2)	0,063(5)	0,27(2)	0,016(7)	0,27(2)	0,018(9)
O(10)	0,023(5)	0,14(1)	0,075(8)	0,056(7)	-0,009(5)	-0,045(6)
N(4)	0,10(1)	0,052(7)	0,08(1)	0,028(8)	0,011(9)	0,001(8)
O(9)	0,10(1)	0,22(2)	0,24(3)	-0,13(2)	-0,10(2)	0,04(1)
O(4)	0,127(7)	0,020(3)	0,106(7)	0	-0,059(6)	0

10.30 Ag₂Nd(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.30.1: Ag₂Nd(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Nd(1)	0	0,2801(1)	0,2500	0,030(1)
Ag(1)	0,3836(1)	0,6017(1)	0,6131(1)	0,061(1)
O(21)	0,0902(3)	0,3066(4)	0,3758(3)	0,063(2)
O(5)	0,0458(3)	0,1070(3)	0,3026(3)	0,053(1)
O(4)	0	-0,0286(5)	0,2500	0,103(4)
O(11)	0,0578(4)	0,4168(4)	0,2023(4)	0,079(2)
N(2)	0	0,0594(5)	0,2500	0,053(2)
N(21)	0,2903(3)	0,5560(4)	0,6652(4)	0,051(1)
N(12)	0,1554(4)	0,4941(5)	0,2778(4)	0,062(2)
N(11)	-0,0280(4)	0,8393(5)	0,0590(4)	0,056(2)
N(22)	0,1180(3)	0,1880(4)	0,4694(3)	0,040(1)
C(27)	0,1219(3)	0,2787(4)	0,4479(4)	0,035(1)
C(24)	0,1658(3)	0,3476(4)	0,5079(3)	0,030(1)
C(25)	0,2116(3)	0,3206(4)	0,5821(4)	0,035(1)
C(26)	0,2526(3)	0,3876(4)	0,6356(4)	0,037(1)
C(21)	0,2472(3)	0,4842(4)	0,6127(4)	0,036(1)
C(22)	0,2006(4)	0,5125(4)	0,5385(4)	0,042(1)
C(23)	0,1606(3)	0,4463(4)	0,4873(4)	0,041(1)
C(17)	0,0917(4)	0,4942(5)	0,2215(4)	0,049(2)
C(14)	0,0635(4)	0,5855(5)	0,1811(4)	0,042(1)
C(15)	0,0100(4)	0,5809(5)	0,1066(4)	0,049(2)
C(16)	-0,0195(4)	0,6641(6)	0,0672(4)	0,050(2)
C(11)	0,0037(4)	0,7535(5)	0,1001(4)	0,044(1)
C(12)	0,0565(4)	0,7581(5)	0,1736(4)	0,047(2)
C(13)	0,0866(4)	0,6759(5)	0,2137(4)	0,046(2)
O(3)	0,1546(8)	-0,0464(6)	0,6705(5)	0,187(6)
O(2)	0,0951(4)	0,0006(4)	0,5514(4)	0,089(2)
O(1)	0,1852(3)	0,0819(4)	0,6248(4)	0,071(2)
N(1)	0,1451(4)	0,0119(4)	0,6148(4)	0,059(2)
O(7)	0,0640(5)	0,2222(7)	0,1432(7)	0,058(4)
O(6)	0,1416(6)	0,2677(7)	0,2352(8)	0,062(3)
N(3)	0,111(1)	0,251(1)	0,150(1)	0,084(6)
O(10)	0,2974(6)	0,801(1)	0,6011(8)	0,091(5)
N(4)	0,2377(9)	0,780(1)	0,6010(9)	0,068(4)
O(9)	0,188(1)	0,7299(7)	0,629(1)	0,219(9)
O(8)	0,183(1)	0,777(2)	0,544(2)	0,18(1)

Tabelle 10.30.2: $\text{Ag}_2\text{Nd}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Nd(1)	0,041(1)	0,019(1)	0,028(1)	0	-0,001(1)	0
Ag(1)	0,049(1)	0,054(1)	0,079(1)	-0,006(1)	0,010(1)	-0,021(1)
O(21)	0,075(4)	0,043(2)	0,053(3)	0,017(2)	-0,027(3)	-0,022(3)
O(5)	0,065(3)	0,031(2)	0,049(3)	-0,007(2)	-0,014(2)	-0,002(2)
O(4)	0,142(9)	0,018(3)	0,108(7)	0	-0,064(6)	0
O(11)	0,115(5)	0,058(3)	0,056(3)	0,017(3)	0,001(3)	-0,043(3)
N(2)	0,070(6)	0,025(3)	0,055(5)	0	-0,006(4)	0
N(21)	0,050(3)	0,048(3)	0,050(3)	-0,004(3)	-0,001(3)	-0,02(3)
N(12)	0,070(4)	0,052(3)	0,056(4)	0,018(3)	-0,003(3)	-0,008(3)
N(11)	0,058(4)	0,053(3)	0,055(4)	-0,003(3)	0,010(3)	0,007(3)
N(22)	0,047(3)	0,035(2)	0,033(3)	-0,001(2)	-0,001(2)	-0,007(2)
C(27)	0,034(3)	0,035(3)	0,033(3)	0,006(2)	0,003(2)	-0,002(2)
C(24)	0,026(3)	0,029(2)	0,036(3)	0,000(2)	0,007(2)	0,000(2)
C(25)	0,034(3)	0,030(3)	0,039(3)	0,007(2)	0,001(2)	-0,001(2)
C(26)	0,029(3)	0,037(3)	0,039(3)	0,004(2)	-0,006(2)	-0,001(2)
C(21)	0,031(3)	0,034(3)	0,041(3)	-0,001(2)	0,005(2)	-0,004(2)
C(22)	0,047(4)	0,033(3)	0,044(3)	0,006(3)	0,002(3)	-0,006(3)
C(23)	0,038(3)	0,036(3)	0,042(3)	0,008(3)	-0,006(2)	-0,003(3)
C(17)	0,061(4)	0,051(4)	0,036(3)	0,011(3)	0,013(3)	-0,020(3)
C(14)	0,037(3)	0,054(4)	0,037(3)	0,006(3)	0,014(3)	-0,007(3)
C(15)	0,045(4)	0,052(4)	0,049(4)	-0,007(3)	0,008(3)	-0,014(3)
C(16)	0,041(4)	0,064(4)	0,043(3)	-0,006(3)	0,001(3)	-0,005(3)
C(11)	0,037(3)	0,048(3)	0,049(4)	0,005(3)	0,016(3)	0,006(3)
C(12)	0,044(4)	0,044(3)	0,053(4)	-0,007(3)	0,011(3)	-0,004(3)
O(3)	0,33(2)	0,101(6)	0,084(5)	0,047(5)	-0,051(7)	-0,133(9)
O(2)	0,105(5)	0,054(3)	0,084(4)	0,003(3)	-0,036(4)	-0,023(3)
O(1)	0,077(4)	0,045(3)	0,077(4)	0,009(3)	-0,013(3)	-0,019(3)
N(1)	0,085(5)	0,036(3)	0,047(3)	0,005(3)	-0,002(3)	-0,012(3)
O(7)	0,043(5)	0,059(6)	0,092(8)	-0,067(6)	0,060(6)	-0,046(5)
O(6)	0,055(7)	0,043(6)	0,088(8)	0,012(5)	0,013(6)	0,002(5)
N(3)	0,18(2)	0,046(7)	0,059(9)	0,032(7)	0,08(1)	0,06(1)
O(10)	0,031(6)	0,15(1)	0,081(8)	0,057(8)	-0,008(5)	-0,035(7)
N(4)	0,07(1)	0,069(9)	0,064(8)	0,024(7)	0,015(7)	0,011(7)
O(9)	0,40(2)	0,076(6)	0,27(2)	0,017(8)	0,27(2)	0,022(9)
O(8)	0,07(1)	0,26(3)	0,18(2)	-0,06(2)	-0,04(1)	0,00(1)

10.31 Ag₂Sm(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.31.1: Ag₂Sm(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Sm(1)	1	0,2206(1)	0,2500	0,031(1)
Ag(1)	1,1167(1)	-0,3977(1)	0,3876(1)	0,064(1)
O(5)	0,9537(3)	-0,6075(3)	0,1979(3)	0,055(1)
C(23)	1,2888(3)	-0,6811(4)	0,4186(3)	0,037(1)
C(14)	0,9372(3)	-0,0831(4)	0,3197(3)	0,041(1)
O(1)	0,8165(3)	-0,4173(4)	0,3747(3)	0,075(2)
C(24)	1,3354(2)	-0,6532(3)	0,4938(3)	0,032(1)
O(3)	0,9064(4)	-0,499(4)	0,4474(4)	0,096(2)
C(26)	1,2988(3)	-0,4874(4)	0,4623(4)	0,047(1)
N(12)	0,8454(4)	0,0085(5)	0,2227(4)	0,067(2)
O(11)	0,9439(4)	0,0855(4)	0,2980(3)	0,083(2)
C(16)	0,9441(3)	-0,2567(5)	0,3271(4)	0,049(1)
C(25)	1,3394(3)	-0,5551(4)	0,5140(3)	0,044(1)
N(1)	0,8554(4)	-0,4884(4)	0,3847(3)	0,064(2)
C(21)	1,2527(3)	-0,5159(4)	0,3874(3)	0,039(1)
C(22)	1,2480(3)	-0,6128(4)	0,3653(3)	0,042(1)
C(13)	0,9900(3)	-0,0794(5)	0,3935(4)	0,048(1)
C(15)	0,9141(3)	-0,1737(5)	0,2864(3)	0,048(1)
N(11)	1,0282(3)	-0,3378(4)	0,4410(4)	0,058(1)
N(21)	1,2092(3)	-0,4456(4)	0,3358(3)	0,056(1)
C(17)	0,9086(4)	0,0081(5)	0,2788(3)	0,052(1)
C(11)	0,9967(3)	-0,2518(5)	0,4008(4)	0,045(1)
O(2)	0,8438(8)	-0,5478(6)	0,3288(5)	0,192(6)
C(12)	1,0196(3)	-0,1625(5)	0,4338(4)	0,051(1)
N(2)	1	-0,5605(5)	0,2500	0,059(2)
O(21)	1,4103(3)	-0,6937(3)	0,6261(3)	0,061(1)
N(22)	1,3837(3)	-0,8126(3)	0,5321(3)	0,042(1)
C(27)	1,3789(3)	-0,7214(4)	0,5540(3)	0,036(1)
O(7)	1,0637(5)	0,2783(6)	0,1455(7)	0,062(3)
O(6)	0,8593(6)	0,2315(7)	0,2641(7)	0,063(2)
N(3)	1,110(1)	0,248(1)	0,1514(9)	0,089(6)
O(8)	1,188(1)	0,2282(6)	0,131(1)	0,238(9)
O(10)	1,2966(5)	0,299(1)	0,1015(7)	0,088(4)
N(4)	1,2367(7)	0,2790(9)	0,1034(9)	0,068(3)
O(9)	1,183(1)	0,286(2)	0,041(2)	0,17(1)
O(4)	1	-0,4716(5)	0,2500	0,108(4)

Tabelle 10.31.2: $\text{Ag}_2\text{Sm}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Sm(1)	0,043(1)	0,022(1)	0,026(1)	0	0,000(1)	0
Ag(1)	0,055(1)	0,058(1)	0,079(1)	0,007(1)	0,011(1)	0,020(1)
O(5)	0,073(3)	0,035(2)	0,046(2)	-0,007(2)	-0,012(2)	-0,001(2)
C(23)	0,037(2)	0,035(2)	0,035(2)	-0,007(2)	0,000(2)	0,002(2)
C(14)	0,039(2)	0,049(3)	0,036(2)	0,002(2)	0,013(2)	-0,011(2)
O(1)	0,091(4)	0,046(3)	0,073(3)	-0,013(2)	-0,013(3)	0,019(2)
C(24)	0,029(2)	0,034(2)	0,033(2)	-0,001(2)	0,004(2)	0,002(2)
O(3)	0,125(5)	0,060(3)	0,076(4)	-0,003(3)	-0,037(3)	0,025(3)
C(26)	0,052(3)	0,037(3)	0,048(3)	-0,004(2)	0,000(2)	0,004(2)
N(12)	0,077(4)	0,059(3)	0,057(3)	0,022(3)	-0,006(3)	-0,011(3)
O(11)	0,127(5)	0,063(3)	0,053(3)	0,014(2)	0,002(3)	-0,046(3)
C(16)	0,050(3)	0,045(3)	0,050(3)	-0,007(2)	0,009(2)	-0,006(2)
C(25)	0,045(3)	0,039(3)	0,042(3)	-0,009(2)	-0,005(2)	0,001(2)
N(1)	0,098(4)	0,038(3)	0,047(3)	-0,004(2)	-0,003(3)	0,014(3)
C(21)	0,039(2)	0,037(2)	0,039(2)	0,002(2)	0,006(2)	0,008(2)
C(22)	0,041(3)	0,045(3)	0,035(2)	-0,003(2)	-0,003(2)	0,004(2)
C(13)	0,048(3)	0,051(3)	0,044(3)	-0,002(2)	0,006(2)	-0,012(3)
C(15)	0,047(3)	0,058(3)	0,037(2)	-0,002(2)	0,005(2)	-0,009(3)
N(11)	0,059(3)	0,057(3)	0,056(3)	0,003(2)	0,011(2)	0,013(3)
N(21)	0,061(3)	0,052(3)	0,047(3)	0,001(2)	-0,002(2)	0,019(2)
C(17)	0,068(4)	0,055(3)	0,034(2)	0,006(2)	0,012(2)	-0,022(3)
C(11)	0,042(3)	0,051(3)	0,045(3)	0,001(2)	0,015(2)	0,004(2)
O(2)	0,35(2)	0,105(6)	0,077(4)	-0,047(4)	-0,063(7)	0,128(8)
C(12)	0,047(3)	0,061(4)	0,041(3)	-0,004(3)	0,001(2)	-0,007(3)
N(2)	0,087(5)	0,023(3)	0,052(4)	0	-0,020(4)	0
O(21)	0,072(3)	0,046(2)	0,048(2)	-0,016(2)	-0,022(2)	0,017(2)
N(22)	0,051(2)	0,035(2)	0,035(2)	-0,001(2)	-0,001(2)	0,009(2)
C(27)	0,035(2)	0,037(2)	0,034(2)	-0,003(2)	0,001(2)	0,004(2)
O(7)	0,051(5)	0,055(5)	0,099(7)	0,053(5)	0,061(5)	0,042(4)
O(6)	0,066(6)	0,047(5)	0,075(6)	0,009(4)	0,012(5)	0,004(4)
N(3)	0,17(2)	0,059(7)	0,068(8)	-0,030(6)	0,08(1)	-0,07(1)
O(8)	0,42(2)	0,074(6)	0,32(2)	0,013(7)	0,31(2)	0,023(8)
O(10)	0,032(4)	0,15(1)	0,078(7)	0,052(7)	-0,004(4)	-0,030(6)
N(4)	0,066(7)	0,065(8)	0,073(8)	0,025(6)	0,017(6)	0,010(6)
O(9)	0,09(1)	0,28(3)	0,15(2)	-0,06(2)	0,02(1)	-0,01(2)
O(4)	0,154(9)	0,022(3)	0,106(6)	0	-0,061(6)	0

10.32 Ag₂Gd(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.32.1: Ag₂Gd(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Gd(1)	1	0,2229(1)	0,2500	0,029(1)
Ag(1)	1,1162(1)	-0,3957(1)	0,3890(1)	0,060(1)
O(5)	0,9529(3)	-0,6069(3)	0,1981(3)	0,061(2)
C(23)	1,2891(3)	-0,6782(4)	0,4182(4)	0,035(1)
C(14)	0,9366(3)	-0,0803(4)	0,3199(4)	0,035(1)
O(1)	0,8180(3)	-0,4155(4)	0,3725(4)	0,067(2)
C(24)	1,3341(3)	-0,6528(4)	0,4949(3)	0,028(1)
O(3)	0,9042(4)	-0,4998(4)	0,4474(4)	0,098(3)
C(26)	1,2989(3)	-0,4860(4)	0,4657(4)	0,041(1)
N(12)	0,8441(3)	0,0140(5)	0,2251(4)	0,059(2)
O(11)	0,9451(3)	0,0883(4)	0,2988(3)	0,071(2)
C(16)	0,9420(4)	-0,2535(5)	0,3249(4)	0,047(2)
C(25)	1,3387(3)	-0,5542(4)	0,5164(4)	0,037(1)
N(1)	0,8545(4)	-0,4875(4)	0,3846(4)	0,068(2)
C(21)	1,2529(3)	-0,5139(4)	0,3890(4)	0,034(1)
C(22)	1,2479(3)	-0,6097(4)	0,3655(4)	0,034(1)
C(13)	0,9907(3)	-0,0775(5)	0,3956(4)	0,046(2)
C(15)	0,9133(3)	-0,1699(5)	0,2862(4)	0,043(1)
N(11)	1,0268(3)	-0,3358(4)	0,4405(4)	0,056(2)
N(21)	1,2099(3)	-0,4415(4)	0,3376(4)	0,051(1)
C(17)	0,9088(4)	0,0127(5)	0,2796(4)	0,043(2)
C(11)	0,9949(3)	-0,2499(5)	0,3993(4)	0,042(1)
O(2)	0,8414(9)	-0,5470(7)	0,3293(6)	0,247(9)
C(12)	1,0189(3)	-0,1621(5)	0,4346(4)	0,047(2)
N(2)	1	-0,5599(5)	0,2500	0,070(3)
O(21)	1,4097(3)	-0,6949(3)	0,6274(3)	0,053(1)
N(22)	1,3826(3)	-0,8116(3)	0,5313(3)	0,037(1)
C(27)	1,3787(3)	-0,7236(4)	0,5548(3)	0,031(1)
O(7)	1,0638(4)	0,2825(6)	0,1480(8)	0,050(3)
O(6)	0,8574(5)	0,2315(6)	0,2633(7)	0,054(2)
N(3)	1,1079(15)	0,251(1)	0,149(1)	0,106(8)
O(8)	1,1840(7)	0,2296(6)	0,1249(9)	0,178(6)
O(10)	1,2966(7)	0,295(1)	0,0997(8)	0,091(4)
N(4)	1,2344(7)	0,2839(9)	0,1050(9)	0,059(3)
O(9)	1,183(1)	0,295(3)	0,041(2)	0,24(2)
O(4)	1	-0,4702(5)	0,2500	0,137(6)

Tabelle 10.32.2: Ag₂Gd(Aba)₄(NO₃)₅: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10⁻²⁰ m²] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Gd(1)	0,040(1)	0,015(1)	0,027(1)	0	0,000(1)	0
Ag(1)	0,049(1)	0,050(1)	0,080(1)	0,004(1)	0,014(1)	0,022(1)
O(5)	0,078(4)	0,029(2)	0,058(3)	-0,012(2)	-0,024(3)	0,003(2)
C(23)	0,029(3)	0,033(3)	0,040(3)	-0,011(3)	0,001(2)	0,000(2)
C(14)	0,030(3)	0,041(3)	0,037(3)	-0,004(3)	0,016(2)	-0,009(2)
O(1)	0,076(4)	0,041(3)	0,072(4)	-0,014(3)	-0,014(3)	0,017(2)
C(24)	0,022(2)	0,029(3)	0,032(3)	-0,001(2)	0,006(2)	0,001(2)
O(3)	0,125(6)	0,062(4)	0,080(5)	-0,008(3)	-0,034(4)	0,041(4)
C(26)	0,043(3)	0,029(3)	0,047(3)	-0,006(3)	0,004(3)	0,008(2)
N(12)	0,062(4)	0,056(4)	0,052(3)	0,023(3)	-0,003(3)	-0,010(3)
O(11)	0,103(4)	0,056(3)	0,051(3)	0,010(3)	0,011(3)	-0,044(3)
C(16)	0,052(4)	0,044(3)	0,049(4)	-0,012(3)	0,016(3)	-0,004(3)
C(25)	0,033(3)	0,033(3)	0,041(3)	-0,009(3)	0,001(2)	-0,001(2)
N(1)	0,108(5)	0,038(3)	0,047(4)	-0,009(3)	-0,009(3)	0,027(3)
C(21)	0,028(3)	0,030(3)	0,043(3)	0,000(2)	0,008(2)	0,007(2)
C(22)	0,030(3)	0,035(3)	0,034(3)	-0,004(2)	0,000(2)	0,002(2)
C(13)	0,041(3)	0,051(4)	0,047(4)	-0,008(3)	0,012(3)	-0,013(3)
C(15)	0,042(3)	0,050(4)	0,035(3)	-0,003(3)	0,006(2)	-0,008(3)
N(11)	0,059(4)	0,049(3)	0,058(4)	-0,007(3)	0,011(3)	0,011(3)
N(21)	0,051(3)	0,047(3)	0,049(3)	0,001(3)	0,000(2)	0,020(3)
C(17)	0,051(4)	0,051(4)	0,031(3)	0,004(3)	0,020(3)	-0,019(3)
C(11)	0,033(3)	0,046(3)	0,050(4)	-0,001(3)	0,016(3)	0,005(3)
O(2)	0,44(2)	0,139(8)	0,090(6)	-0,068(6)	-0,096(9)	0,20(1)
C(12)	0,038(3)	0,058(4)	0,042(3)	-0,004(3)	0,005(3)	-0,002(3)
N(2)	0,103(7)	0,019(4)	0,064(6)	0	-0,034(5)	0
O(21)	0,058(3)	0,040(2)	0,047(3)	-0,013(2)	-0,016(2)	0,017(2)
N(22)	0,043(3)	0,032(2)	0,034(3)	0,001(2)	0,002(2)	0,006(2)
C(27)	0,024(2)	0,033(3)	0,033(3)	-0,006(2)	0,003(2)	0,003(2)
O(7)	0,023(4)	0,036(5)	0,110(9)	0,058(5)	0,052(5)	0,034(3)
O(6)	0,053(6)	0,030(5)	0,076(7)	0,017(5)	0,012(5)	0,002(4)
N(3)	0,26(3)	0,033(7)	0,060(9)	-0,027(7)	0,11(1)	-0,07(1)
O(8)	0,27(1)	0,067(5)	0,27(1)	0,003(6)	0,22(1)	0,007(6)
O(10)	0,050(7)	0,13(1)	0,094(9)	0,046(8)	0,007(6)	-0,024(7)
N(4)	0,055(8)	0,051(7)	0,074(9)	0,023(6)	0,022(6)	0,006(6)
O(9)	0,06(1)	0,48(5)	0,16(2)	0,06(3)	-0,02(1)	-0,04(2)
O(4)	0,23(1)	0,011(3)	0,113(8)	0	-0,088(8)	0

10.33 Ag₂Tb(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.33.1: Ag₂Tb(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Tb(1)	1	0,2205(1)	0,2500	0,031(1)
Ag(1)	1,1170(1)	-0,3971(1)	0,3882(1)	0,062(1)
O(5)	0,9534(3)	-0,6088(3)	0,1983(3)	0,058(1)
C(23)	1,2897(3)	-0,6817(4)	0,4202(4)	0,037(1)
C(14)	0,9373(3)	-0,0819(4)	0,3204(4)	0,039(1)
O(1)	0,8170(3)	-0,4175(3)	0,3755(4)	0,073(2)
C(24)	1,3354(2)	-0,6533(3)	0,4953(3)	0,031(1)
O(3)	0,9079(4)	-0,4994(4)	0,4459(4)	0,090(3)
C(26)	1,2987(3)	-0,4874(4)	0,4635(4)	0,046(1)
N(12)	0,8451(4)	0,0105(4)	0,2236(4)	0,065(2)
O(11)	0,9446(4)	0,0872(4)	0,2974(4)	0,074(2)
C(16)	0,9443(3)	-0,2564(4)	0,3269(4)	0,049(1)
C(25)	1,3395(3)	-0,5541(4)	0,5162(4)	0,042(1)
N(1)	0,8564(4)	-0,4888(4)	0,3845(4)	0,062(2)
C(21)	1,2527(3)	-0,5166(4)	0,3887(4)	0,039(1)
C(22)	1,2484(3)	-0,6139(4)	0,3668(4)	0,039(1)
C(13)	0,9904(3)	-0,0778(4)	0,3949(4)	0,047(1)
C(15)	0,9141(3)	-0,1729(4)	0,2868(4)	0,047(1)
N(11)	1,0283(3)	-0,3375(4)	0,4414(4)	0,056(1)
N(21)	1,2090(3)	-0,4455(4)	0,3360(4)	0,053(1)
C(17)	0,9085(4)	0,0101(4)	0,2793(4)	0,049(1)
C(11)	0,9970(3)	-0,2509(4)	0,4000(4)	0,044(1)
O(2)	0,8428(8)	-0,5491(6)	0,3281(5)	0,186(6)
C(12)	1,0197(3)	-0,1609(5)	0,4344(4)	0,051(1)
N(2)	1	-0,5617(5)	0,2500	0,059(2)
O(21)	1,4119(3)	-0,6931(3)	0,6279(3)	0,056(1)
N(22)	1,3849(3)	-0,8119(3)	0,5335(3)	0,041(1)
C(27)	1,3802(3)	-0,7216(4)	0,5555(3)	0,035(1)
O(7)	1,0666(5)	0,2835(6)	0,1531(8)	0,049(3)
O(6)	0,8615(6)	0,2314(7)	0,268(1)	0,094(5)
N(3)	1,092(2)	0,2502(9)	0,142(1)	0,16(1)
O(8)	1,189(1)	0,2282(6)	0,133(1)	0,24(1)
O(10)	1,2967(5)	0,299(1)	0,1031(7)	0,083(4)
N(4)	1,2338(7)	0,2789(9)	0,1040(9)	0,066(3)
O(9)	1,1821(9)	0,289(2)	0,044(1)	0,151(9)
O(4)	1	-0,4727(5)	0,2500	0,114(4)

Tabelle 10.33.2: $\text{Ag}_2\text{Tb}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Tb(1)	0,041(1)	0,020(1)	0,028(1)	0	0,000(1)	0
Ag(1)	0,053(1)	0,054(1)	0,078(1)	0,006(1)	0,010(1)	0,020(1)
O(5)	0,072(3)	0,035(2)	0,053(3)	-0,009(2)	-0,016(2)	0,000(2)
C(23)	0,039(2)	0,035(2)	0,033(3)	-0,006(2)	-0,001(2)	0,001(2)
C(14)	0,041(3)	0,045(3)	0,033(3)	0,002(2)	0,013(2)	-0,011(2)
O(1)	0,087(4)	0,045(2)	0,073(4)	-0,016(2)	-0,015(3)	0,020(2)
C(24)	0,029(2)	0,030(2)	0,033(3)	-0,002(2)	0,003(2)	0,001(2)
O(3)	0,108(5)	0,058(3)	0,080(5)	-0,005(3)	-0,032(4)	0,022(3)
C(26)	0,049(3)	0,030(2)	0,052(4)	-0,003(2)	-0,002(2)	0,007(2)
N(12)	0,081(4)	0,055(3)	0,051(4)	0,021(3)	-0,004(3)	-0,012(3)
O(11)	0,111(4)	0,060(3)	0,048(3)	0,010(2)	0,006(3)	-0,041(3)
C(16)	0,050(3)	0,039(3)	0,056(4)	-0,007(2)	0,008(3)	-0,003(2)
C(25)	0,044(3)	0,033(2)	0,042(3)	-0,009(2)	-0,004(2)	0,000(2)
N(1)	0,094(4)	0,036(2)	0,047(4)	-0,004(2)	-0,007(3)	0,014(3)
C(21)	0,037(2)	0,039(2)	0,041(3)	0,001(2)	0,007(2)	0,005(2)
C(22)	0,041(3)	0,041(3)	0,031(3)	-0,004(2)	-0,002(2)	0,000(2)
C(13)	0,044(3)	0,050(3)	0,045(4)	-0,004(2)	0,005(2)	-0,013(2)
C(15)	0,051(3)	0,053(3)	0,036(4)	-0,001(2)	0,005(2)	-0,009(2)
N(11)	0,057(3)	0,050(3)	0,060(4)	0,002(2)	0,010(3)	0,007(2)
N(21)	0,059(3)	0,044(3)	0,050(3)	0,001(2)	0,000(2)	0,021(2)
C(17)	0,065(4)	0,049(3)	0,034(4)	0,005(2)	0,015(3)	-0,017(3)
C(11)	0,044(3)	0,049(3)	0,043(4)	0,002(2)	0,016(2)	0,001(2)
O(2)	0,33(2)	0,091(5)	0,085(6)	-0,049(4)	-0,066(7)	0,117(8)
C(12)	0,047(3)	0,061(3)	0,041(4)	-0,005(3)	0,001(2)	-0,005(3)
N(2)	0,086(5)	0,027(3)	0,049(5)	0	-0,020(4)	0
O(21)	0,066(3)	0,041(2)	0,047(3)	-0,012(2)	-0,019(2)	0,016(2)
N(22)	0,055(3)	0,033(2)	0,030(3)	-0,001(2)	-0,001(2)	0,007(2)
C(27)	0,032(2)	0,038(2)	0,033(3)	-0,004(2)	0,001(2)	0,003(2)
O(7)	0,050(4)	0,024(4)	0,088(8)	0,026(4)	0,051(5)	0,023(3)
O(6)	0,064(6)	0,039(5)	0,19(2)	0,024(7)	0,046(8)	0,008(4)
N(3)	0,43(4)	0,028(6)	0,06(1)	-0,027(6)	0,16(2)	-0,06(1)
O(8)	0,42(2)	0,065(5)	0,34(2)	0,004(7)	0,32(2)	0,007(8)
O(10)	0,035(4)	0,13(1)	0,073(8)	0,052(7)	-0,005(4)	-0,028(5)
N(4)	0,064(7)	0,055(6)	0,075(9)	0,022(6)	0,009(6)	0,004(5)
O(9)	0,072(9)	0,27(3)	0,10(2)	-0,02(2)	-0,013(9)	0,01(1)
O(4)	0,170(9)	0,023(3)	0,105(7)	0	-0,067(7)	0

10.34 Ag₂Dy(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.34.1: Ag₂Dy(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	U _{eq}
Dy(1)	1	0,2205(1)	0,2500	0,029(1)
Ag(1)	1,1173(1)	-0,3969(1)	0,3887(1)	0,063(1)
O(5)	0,9539(2)	-0,6094(3)	0,1984(3)	0,056(1)
C(23)	1,2900(2)	-0,6819(3)	0,4208(3)	0,037(1)
C(14)	0,9374(3)	-0,0811(4)	0,3201(3)	0,038(1)
O(1)	0,8177(3)	-0,4181(3)	0,3758(3)	0,072(1)
C(24)	1,3363(2)	-0,6536(3)	0,4961(3)	0,030(1)
O(3)	0,9088(4)	-0,4994(4)	0,4456(4)	0,091(3)
C(26)	1,2986(3)	-0,4877(4)	0,4637(3)	0,045(1)
N(12)	0,8451(3)	0,0109(4)	0,2240(3)	0,064(1)
O(11)	0,9447(3)	0,0882(3)	0,2970(3)	0,074(2)
C(16)	0,9442(3)	-0,2552(4)	0,3273(4)	0,047(1)
C(25)	1,3395(3)	-0,5546(3)	0,5164(3)	0,042(1)
N(1)	0,8568(3)	-0,4886(3)	0,3840(3)	0,062(1)
C(21)	1,2528(3)	-0,5169(3)	0,3894(3)	0,038(1)
C(22)	1,2485(3)	-0,6145(4)	0,3673(3)	0,039(1)
C(13)	0,9905(3)	-0,0768(4)	0,3945(3)	0,046(1)
C(15)	0,9142(3)	-0,1720(4)	0,2869(3)	0,045(1)
N(11)	1,0284(3)	-0,3374(4)	0,4413(3)	0,056(1)
N(21)	1,2089(3)	-0,4467(3)	0,3368(3)	0,051(1)
C(17)	0,9089(3)	0,0110(4)	0,2789(3)	0,048(1)
C(11)	0,9970(3)	-0,2504(4)	0,4010(3)	0,043(1)
O(2)	0,8446(7)	-0,5485(5)	0,3272(4)	0,180(5)
C(12)	1,0203(3)	-0,1605(4)	0,4347(4)	0,050(1)
N(2)	1	-0,5618(4)	0,2500	0,061(2)
O(21)	1,4123(2)	-0,6936(3)	0,6287(2)	0,054(1)
N(22)	1,3854(2)	-0,8122(3)	0,5340(3)	0,040(1)
C(27)	1,3805(2)	-0,7221(3)	0,5563(3)	0,033(1)
O(7)	1,0670(4)	0,2830(5)	0,1555(6)	0,047(2)
O(6)	0,8602(7)	0,2300(7)	0,2639(8)	0,078(3)
N(3)	1,094(2)	0,2506(9)	0,146(1)	0,16(1)
O(8)	1,191(1)	0,2277(5)	0,135(1)	0,245(9)
O(10)	1,2953(4)	0,2983(9)	0,1036(6)	0,081(3)
N(4)	1,234(6)	0,2787(7)	0,1043(7)	0,058(3)
O(9)	1,1831(8)	0,289(2)	0,043(1)	0,154(9)
O(4)	1	-0,4727(4)	0,2500	0,112(4)

Tabelle 10.34.2: $\text{Ag}_2\text{Dy}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Dy(1)	0,039(1)	0,019(1)	0,026(1)	0	0,000(1)	0
Ag(1)	0,053(1)	0,055(1)	0,079(1)	0,006(1)	0,011(1)	0,021(1)
O(5)	0,070(3)	0,040(2)	0,049(2)	-0,011(2)	-0,011(2)	0,000(2)
C(23)	0,036(2)	0,036(2)	0,034(2)	-0,008(2)	-0,001(2)	0,001(2)
C(14)	0,039(2)	0,042(2)	0,035(2)	0,004(2)	0,013(2)	-0,01(2)
O(1)	0,085(3)	0,045(2)	0,071(3)	-0,017(2)	-0,014(2)	0,018(2)
C(24)	0,026(2)	0,030(2)	0,032(2)	-0,003(2)	0,004(2)	0,001(2)
O(3)	0,115(5)	0,059(3)	0,076(4)	-0,004(3)	-0,031(3)	0,023(3)
C(26)	0,051(3)	0,032(2)	0,046(3)	-0,004(2)	-0,002(2)	0,004(2)
N(12)	0,075(3)	0,050(3)	0,056(3)	0,022(2)	-0,008(2)	-0,012(2)
O(11)	0,109(4)	0,055(2)	0,050(2)	0,012(2)	0,004(2)	-0,040(3)
C(16)	0,053(3)	0,040(2)	0,048(3)	-0,008(2)	0,010(2)	-0,005(2)
C(25)	0,045(3)	0,033(2)	0,040(2)	-0,009(2)	-0,004(2)	-0,001(2)
N(1)	0,098(4)	0,034(2)	0,045(3)	-0,004(2)	-0,007(3)	0,016(2)
C(21)	0,037(2)	0,039(2)	0,036(2)	0,002(2)	0,007(2)	0,010(2)
C(22)	0,040(2)	0,040(2)	0,033(2)	-0,005(2)	-0,003(2)	0,002(2)
C(13)	0,048(3)	0,046(3)	0,042(3)	-0,004(2)	0,005(2)	-0,012(2)
C(15)	0,044(3)	0,053(3)	0,037(2)	-0,002(2)	0,005(2)	-0,011(2)
N(11)	0,060(3)	0,051(3)	0,056(3)	0,003(2)	0,013(2)	0,011(2)
N(21)	0,056(3)	0,046(2)	0,046(2)	0,001(2)	-0,001(2)	0,018(2)
C(17)	0,064(3)	0,048(3)	0,032(2)	0,006(2)	0,014(2)	-0,017(2)
C(11)	0,037(2)	0,048(2)	0,046(3)	0,002(2)	0,013(2)	0,002(2)
O(2)	0,33(1)	0,094(5)	0,073(4)	-0,045(4)	-0,06(6)	0,116(7)
C(12)	0,049(3)	0,054(3)	0,041(3)	-0,003(2)	0,000(2)	-0,007(2)
N(2)	0,092(5)	0,021(3)	0,050(4)	0	-0,025(4)	0
O(21)	0,064(2)	0,040(2)	0,044(2)	-0,013(2)	-0,020(2)	0,017(2)
N(22)	0,052(2)	0,033(2)	0,031(2)	0,000(2)	-0,001(2)	0,009(2)
C(27)	0,032(2)	0,033(2)	0,032(2)	-0,004(2)	0,002(2)	0,003(2)
O(7)	0,051(4)	0,025(4)	0,082(7)	0,027(4)	0,052(4)	0,025(3)
O(6)	0,089(7)	0,052(5)	0,092(8)	0,013(5)	0,017(6)	0,010(5)
N(3)	0,41(4)	0,025(6)	0,078(9)	-0,023(6)	0,16(2)	-0,06(1)
O(8)	0,42(2)	0,063(5)	0,364(18)	0,006(6)	0,33(2)	0,010(7)
O(10)	0,029(4)	0,134(9)	0,071(6)	0,047(6)	-0,005(4)	-0,025(5)
N(4)	0,060(6)	0,057(6)	0,056(6)	0,021(5)	0,011(5)	0,004(5)
O(9)	0,069(8)	0,29(3)	0,10(1)	-0,00(1)	0,000(7)	0,02(1)
O(4)	0,174(9)	0,022(3)	0,099(6)	0	-0,061(6)	0

10.35 Ag₂Y(Aba)₄(NO₃)₅Tabelle 10.35.1: Ag₂Y(Aba)₄(NO₃)₅ : Atomlagen und isotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	x (a)	y (b)	z (c)	Ueq
Y(1)	1	0,2201(1)	0,2500	0,033(1)
Ag(1)	1,1177(1)	-0,3965(1)	0,3894(1)	0,064(1)
O(5)	0,9537(3)	-0,6106(3)	0,1981(3)	0,060(1)
C(23)	1,2904(3)	-0,6823(4)	0,4213(4)	0,039(1)
C(14)	0,9372(3)	-0,0808(4)	0,3201(4)	0,038(1)
O(1)	0,8178(3)	-0,4184(4)	0,3765(3)	0,072(2)
C(24)	1,3362(2)	-0,6534(4)	0,4962(3)	0,030(1)
O(3)	0,9100(3)	-0,4993(4)	0,4443(4)	0,088(2)
C(26)	1,2989(3)	-0,4876(4)	0,4650(4)	0,043(1)
N(12)	0,8439(3)	0,0124(5)	0,2242(4)	0,063(2)
O(11)	0,9437(3)	0,0888(4)	0,2961(3)	0,067(1)
C(16)	0,9450(3)	-0,2553(5)	0,3281(4)	0,049(2)
C(25)	1,3401(3)	-0,5547(4)	0,5166(4)	0,043(1)
N(1)	0,8583(4)	-0,4886(4)	0,3835(4)	0,066(2)
C(21)	1,2528(3)	-0,5177(4)	0,3899(4)	0,039(1)
C(22)	1,2489(3)	-0,6143(5)	0,3688(4)	0,043(1)
C(13)	0,9906(3)	-0,0753(5)	0,3945(4)	0,047(2)
C(15)	0,9142(3)	-0,1718(5)	0,2874(4)	0,047(2)
N(11)	1,0297(3)	-0,3352(4)	0,4428(4)	0,056(1)
N(21)	1,2091(3)	-0,4472(4)	0,3365(3)	0,051(1)
C(17)	0,9085(3)	0,0115(5)	0,2790(4)	0,048(2)
C(11)	0,9976(3)	-0,2495(5)	0,4016(4)	0,045(1)
O(2)	0,8475(6)	-0,5472(6)	0,3255(5)	0,176(5)
C(12)	1,0199(3)	-0,1598(5)	0,4351(4)	0,051(2)
N(2)	1	-0,5625(5)	0,2500	0,060(2)
O(21)	1,4129(2)	-0,6932(3)	0,6289(3)	0,050(1)
N(22)	1,3865(3)	-0,8136(4)	0,5347(3)	0,043(1)
C(27)	1,3811(3)	-0,7216(4)	0,5568(3)	0,035(1)
O(7)	1,0751(9)	0,282(1)	0,1666(9)	0,047(3)
O(6)	0,8690(8)	0,2346(8)	0,302(2)	0,22(1)
N(3)	1,056(1)	0,270(2)	0,135(1)	0,049(5)
O(8)	1,1934(8)	0,2278(7)	0,1358(9)	0,231(8)
O(10)	1,2949(4)	0,2985(9)	0,1053(6)	0,075(4)
N(4)	1,2321(6)	0,2814(8)	0,1035(7)	0,047(2)
O(9)	1,1809(7)	0,293(2)	0,0450(9)	0,134(7)
O(4)	1	-0,4732(5)	0,2500	0,118(4)

Tabelle 10.35.2: $\text{Ag}_2\text{Y}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$: Anisotrope thermische Auslenkungsparameter [10^{-20} m^2] mit Standardabweichungen.

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Y(1)	0,036(1)	0,027(1)	0,031(1)	0	-0,002(1)	0
Ag(1)	0,047(1)	0,061(1)	0,083(1)	0,007(1)	0,010(1)	0,021(1)
O(5)	0,066(3)	0,045(3)	0,056(3)	-0,011(2)	-0,016(2)	-0,002(2)
C(23)	0,034(3)	0,038(3)	0,041(3)	-0,007(2)	0,002(2)	-0,004(2)
C(14)	0,029(2)	0,048(3)	0,038(3)	0,002(3)	0,011(2)	-0,008(2)
O(1)	0,076(3)	0,051(3)	0,076(4)	-0,017(3)	-0,012(3)	0,017(3)
C(24)	0,022(2)	0,037(3)	0,032(3)	0,000(2)	0,004(2)	0,002(2)
O(3)	0,100(4)	0,067(4)	0,076(4)	-0,003(3)	-0,030(3)	0,022(3)
C(26)	0,045(3)	0,037(3)	0,044(4)	-0,003(3)	0,001(3)	0,009(2)
N(12)	0,063(3)	0,058(4)	0,058(4)	0,021(3)	-0,010(3)	-0,008(3)
O(11)	0,084(3)	0,059(3)	0,053(3)	0,008(2)	0,008(2)	-0,032(3)
C(16)	0,044(3)	0,043(4)	0,057(4)	-0,007(3)	0,009(3)	-0,006(3)
C(25)	0,034(3)	0,040(3)	0,047(4)	-0,007(3)	-0,007(2)	-0,001(2)
N(1)	0,087(4)	0,043(3)	0,054(4)	-0,006(3)	-0,010(3)	0,016(3)
C(21)	0,030(3)	0,045(3)	0,040(3)	0,002(3)	0,002(2)	0,007(2)
C(22)	0,031(3)	0,052(4)	0,039(3)	-0,004(3)	-0,009(2)	0,005(2)
C(13)	0,041(3)	0,054(4)	0,044(4)	-0,004(3)	0,002(2)	-0,011(3)
C(15)	0,042(3)	0,052(4)	0,043(4)	0,000(3)	0,003(3)	-0,005(3)
N(11)	0,049(3)	0,057(4)	0,062(4)	0,001(3)	0,011(3)	0,014(2)
N(21)	0,049(3)	0,053(3)	0,046(3)	0,002(3)	-0,002(2)	0,020(2)
C(17)	0,049(3)	0,056(4)	0,039(4)	0,001(3)	0,009(3)	-0,014(3)
C(11)	0,035(3)	0,050(4)	0,050(4)	-0,002(3)	0,014(3)	0,004(2)
O(2)	0,31(1)	0,100(6)	0,072(5)	-0,049(4)	-0,063(6)	0,112(7)
C(12)	0,030(3)	0,068(5)	0,049(4)	0,001(3)	-0,005(2)	0,001(3)
N(2)	0,084(6)	0,029(4)	0,053(5)	0	-0,016(4)	0
O(21)	0,051(2)	0,045(2)	0,041(3)	-0,011(2)	-0,016(2)	0,011(2)
N(22)	0,047(3)	0,039(3)	0,037(3)	-0,001(2)	-0,001(2)	0,007(2)
C(27)	0,032(2)	0,038(3)	0,035(3)	-0,004(2)	0,006(2)	0,004(2)
O(7)	0,048(8)	0,045(6)	0,05(1)	0,014(7)	0,009(6)	-0,008(6)
O(6)	0,10(1)	0,022(6)	0,59(4)	0,08(1)	0,19(2)	0,027(6)
N(3)	0,036(9)	0,08(1)	0,04(1)	0,030(9)	0,008(6)	0,020(8)
O(8)	0,37(2)	0,075(6)	0,35(2)	0,012(8)	0,30(2)	0,024(8)
O(10)	0,027(4)	0,12(1)	0,068(7)	0,044(6)	-0,006(4)	-0,027(5)
N(4)	0,050(6)	0,041(6)	0,051(7)	0,012(5)	0,012(5)	-0,002(5)
O(9)	0,060(7)	0,24(2)	0,09(1)	0,01(1)	-0,023(7)	0,01(1)
O(4)	0,18(1)	0,030(4)	0,102(7)	0	-0,064(7)	0

10.36 Rietveld-Verfeinerung

Tabelle 10.36: Rietveld-Verfeinerung des Produktgemischs $\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3) / \text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$.

	$\text{Ag}(\text{Aba})(\text{NO}_3)$	$\text{Ag}_2(\text{Aba})(\text{NO}_3)_2$
Raumgruppe, Z	$P2_1/c$ (Nr. 14), 4	Cc (Nr. 9), 4
a / pm	988,3(3)	1727,3(2)
b / pm	1227,9(4)	1004,4(2)
c / pm	825,0(3)	669,25(7)
$\beta / ^\circ$	112,48(3)	100,370(7)
$V / 10^6 \text{pm}^3$	925,1(4)	1142,2(2)
Anzahl der Reflexe	365	229
R_{Bragg}	0,0337	0,0359
R_{p}	0,0140	0,0140
wR_{p}	0,0194	0,0194
Anzahl der verfeinerten Parameter	47	47
Gewichtsanteil / %	27,4(5)	72,6(2)
Messgerät	STOE STADIP	STOE STADIP

Danksagung

Als erstes möchte ich mich ganz herzlich bei meinem Doktorvater Prof. Dr. Gerd Meyer für die Aufnahme in seinen Arbeitskreis, die interessante Aufgabenstellung und die nette Betreuung und Unterstützung während der Anfertigung dieser Arbeit bedanken.

Herrn Prof. Dr. Uwe Ruschewitz danke ich für die freundliche Übernahme des zweiten Gutachtens. Bei Herrn Prof. Dr. Ladislav Bohatý bedanke ich mich für die Übernahme des Disputationsvorsitzes.

Ferner danke ich:

Ingrid Müller für die Einkristallmessungen und ihr jederzeit offenes Ohr für jegliche Probleme. Dr. Ingo Pantenburg danke ich für die nützlichen Gespräche zu den Einkristalllösungen und die nette Betreuung seit der Examensarbeit.

Peter Kliesen danke ich für die spektroskopischen und DTA/TG-Messungen, sowie die stete Hilfe bei der Interpretation der Daten.

Horst Schumacher danke ich für die röntgenpulverdiffraktometrischen Messungen.

Dem gesamten Arbeitskreis Meyer danke ich für das immer gute und stets lustige Arbeitsklima, sowie diverse wissenschaftliche aber auch persönliche Gespräche.

Besonderer Dank gilt hierbei Tine, Thomas, Katja, Kathrin und Pascal für viele Hilfestellungen bei dieser Arbeit, motivierende Gespräche sowie ihre Freundschaft. Des Weiteren danke ich Thomas für den morgendlichen Kaffee, der mich vor allem gegen Ende dieser Arbeit „über Wasser“ hielt.

Dr. Volker von der Gönna und Pascal danke ich für die Hilfe und die sowohl wissenschaftlichen als auch aufmunternden Gespräche beim Erstellen dieser Arbeit.

Tagungsbeiträge

- [1] C. Link, G. Meyer
Two new isotypic lanthanide-silver 2D coordination polymers, $\text{Ag}_2\text{Ln}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$
(Ln = La, Nd)
XXI. Tage der Seltenen Erden – Terrae Rarae 2008, Bochum, Germany,
4.12-6.12.2008
- [2] C. Link, G. Meyer
Phase transition in $[\text{Ag}(\text{Pip})]\text{NO}_3$
17. Jahrestagung der DGK, Hannover, Germany, 9.3-12.3.2009
- [3] C. Link, G. Meyer
New isotypic rare earth-silver 2D coordination polymers $\text{Ag}_2\text{RE}(\text{Aba})_4(\text{NO}_3)_5$
7th International Conference on f-Elements, Köln, Germany, 23.8-27.8.2009

Erklärung

„Ich versichere, dass ich die von mir vorgelegte Dissertation selbstständig angefertigt, die benutzen Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben und die Stellen der Arbeit – einschließlich Tabellen, Karten, 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 der Promotionsordnung sind mir bekannt. Die von mir vorgelegte Dissertation ist von Prof. Dr. Gerd Meyer betreut worden.“

LEBENS LAUF

Persönliche Daten

Name	Caroline Heidrun Link
Familienstand	verheiratet
Staatsangehörigkeit	deutsch
Geburtsdatum	14.10.1984 in Bingen

Schulische Ausbildung/Studium

1990-1994	Besuch der Grundschule St. Johann in Konz
1994-2003	Besuch des Gymnasiums Konz
2003	Abitur am Gymnasium Konz
2003-2008	Studium von Chemie und Biologie auf Lehramt an der Universität zu Köln
2008	1. Staatsexamen für das Lehramt an Gymnasien und Gesamtschulen
Seit 2008	Promotionsstudium an der Universität zu Köln

Berufliche Erfahrungen

2005-2008	Studentische Hilfskraft an der Universität zu Köln
Seit 2008	Wissenschaftliche Mitarbeiterin an der Universität zu Köln

Köln, den 22.4.2010

Caroline Link