

III Experimenteller Teil

5 Allgemeines

5.1 Arbeitsmethoden und Geräte

Alle Arbeiten wurden in ausgeheizten Glas- oder PFA- (Polyperfluorethen-perfluorvinylether-Copolymerisat) Geräten unter Argon mittels Schlenktechnik oder im Vakuum (Glas bzw. Metallvakuumapparatur) durchgeführt. Die verwendeten Lösemittel wurden nach den üblichen Methoden gereinigt und getrocknet. Die käuflichen Ausgangssubstanzen wurden, falls nicht erwähnt, ohne vorherige Reinigung verwendet.

Die Handhabung hydrolyse- und sauerstoffempfindlicher Substanzen, die bei Raumtemperatur stabil sind, erfolgte unter Argonatmosphäre in einem Handschuhkasten der Firma Braun, Typ MB 150 B/G mit automatischer Trocknungseinrichtung.

Die NMR-Spektren wurden je nach Substanz bei Raumtemperatur oder unter Kühlung mit einem 400 MHz Multikern-Spektrometer der Firma Jeol, Typ Lambda 400 aufgenommen. Die chemischen Verschiebungen beziehen sich auf Tetramethylsilan (^1H ; ^{13}C) bzw. Trichlorfluormethan (^{19}F) als Standard, wobei negative Werte entsprechend der IUPAC-Übereinkunft niederfrequente Verschiebungen (Hochfeldverschiebung) beinhalten.

Die Raman-Messungen wurden je nach Substanz in abgeschmolzenen Glaskapillaren (0,2 mm bis 4 mm) oder in PFA-Röhrchen (4 mm) bei Raum- oder Tieftemperatur mit einem FT-Raman-Spektrometer der Firma Bruker, Typ RFS 100 durchgeführt. Die Anregung erfolgte mit einem Nd-YAG-Laser der Wellenlänge 1064 nm und Leistungen von 5 - 550 mW.

Die Einkristallmessungen erfolgten unter Stickstoffkühlung auf einem Vierkreisdiffraktometer, CAD4, der Firma Enraf-Nonius oder auf einem Bruker-Smart-CCD-1000-M-Diffraktometer mit Mo-K $_{\alpha}$ -Strahlung, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, Graphitmonochromator. Die Kristalle wurden zur Messung unter Schutzgas (N_2) und Kühlung in einer speziellen Apparatur [85] auf einen Glasfaden montiert. Nach empirischer Absorptionskorrektur (Ψ -Scan bzw. SADAB) erfolgte die Strukturlösung und Verfeinerung mit Hilfe der Programme SHELXS und SHELX (Version 93 und 97) [86]. Zur Visualisierung der Kristallstrukturen wurde das Programm DIAMOND (Crystal-Impact, Version 2.1d) [87] verwendet.

5.2 Ausgangssubstanzen

Acetonitril	Fa. Merck
Diethylether	Fa. Merck
Fluorwasserstoff	Spende der Fa. Bayer AG
Frigen 11, CFC ₁₃	stand im Arbeitskreis zur Verfügung
Methylenchlorid	Fa. Merck
Nitromethan	Fa. Merck
Perfluorbutansulfonsäurefluorid	Fa. Bayer
Perfluorhexan	Fa. ABCR
Sulfurylchloridfluorid	dargestellt nach Lit. [88]
Tetrahydrofuran	Fa. Merck
Toluol	Fa. Merck
Iodbenzol	Fa. Merck
p-Iodtoluol	Fa. Merck
Iodoxybenzol	dargestellt nach Lit. [89]
Phenyljodidchlorid	dargestellt nach Lit. [90]
Phenyljodtetrafluorid	dargestellt nach Lit. [64a]
Triphenyljod	dargestellt nach Lit. [52b]
Diphenylzink	dargestellt nach Lit. [91], gereinigt durch Vakuumsublimation
Phenyllithium, 1,6 M	Fa. Fluka
n-Butyllithium	Fa. Aldrich
p-Brom-trifluormethylbenzol	Fa. Aldrich
Chlor	Fa. Linde, über P ₂ O ₅ destilliert
Sauerstoff	Fa. Linde
Fluor	Fa. Solvay
Xenon	Fa. Linde
Iod	Fa. Merck, sublimiert und pulverisiert
Xenondifluorid	dargestellt nach Lit. [92]
Antimonpentafluorid	Fa. Aldrich
Iodpentafluorid	stand im Arbeitskreis zur Verfügung
1,1,3,3,5,5-Hexamethylpiperidiniumfluorid	dargestellt nach Lit. [93]
Tetramethylammoniumiodid	Fa. Merck
Tetramethylammoniumdifluoriodat	dargestellt nach Lit. [30]
Tetramethylammoniumtetrafluoriodat	dargestellt nach Lit. [36]
Tetraethylammoniumchlorid	Fa. Aldrich, in Acetonitril umkristallisiert und bei 60 °C im Vakuum getrocknet
Bortrichlorid	stand im Arbeitskreis zur Verfügung
Pentafluororthotellursäure	stand im Arbeitskreis zur Verfügung
Bor-tris-pentafluororthotellurat	dargestellt nach Lit. [94], gereinigt durch Vakuumsublimation
Xenon-bis-pentafluororthotellurat	stand im Arbeitskreis zur Verfügung

6 Synthesevorschriften und Kristallstrukturanalysen

6.1 Versuche zur Darstellung von Iodmonofluorid IF

a) Nach den von Schmeißer et al. beschriebenen Methoden [17]:

1. Aus den Elementen über die Tieftemperaturfluorierung:

Bei dieser Methode bereitete die Endpunkterkennung Schwierigkeiten, so dass keine Suspensionen, sondern nur Lösungen verwendet wurden.

1 g (3,9 mmol) frisch sublimiertes und fein verteiltes Iod wurden in einem Dreihalskolben mit Einleitungsrohr, KPG-Rührer und Gasableitung über eine -78 °C gekühlte Schutzfalle in 80 ml Frigen 11 unter intensivem Rühren bei -78 °C gelöst. Zu der violetten Lösung wurde anschließend solange vorgekühltes Fluor/Argon Gasgemisch im Verhältnis 1:7 eingeleitet, bis die Lösung nicht mehr violett, sondern hellrot gefärbt war. Nach Verdrängen des überschüssigen Fluors mit Argon wurde das Lösemittel im Vakuum bei -50 °C abgezogen. Zurück blieb ein grauweißes Pulver, das sich weit unterhalb von 0 °C zersetzte. Als Zersetzungsprodukte konnten I_2 und IF_5 nachgewiesen werden.

Das Pulver wurde auch von Laserlicht geringster Leistung zersetzt, so dass keine Raman-daten aufgenommen werden konnten. Röntgenaufnahmen bei tiefen Temperaturen wiesen die Substanz als röntgenamorph aus.

2. Über eine Komproportionierungsreaktion von IF_3 und I_2 :

5 g (19,7 mmol) frisch sublimiertes und fein verteiltes Iod wurden bei -45 °C in 150 ml Frigen 11 suspendiert und mit einem vorgekühlten Gasgemisch aus Fluor und Argon im Verhältnis 1:7 solange fluoriert, bis ein rein gelber Feststoff von IF_3 entstand und die Lösung farblos wurde. Nach Vertreiben von noch gelöstem überschüssigem Fluor wurden 9 g (35,4 mmol) fein verteiltes Iod und wenige Tropfen Pyridin zugegeben. Anschließend wurde diese Suspension bei -40 °C zehn Tage intensiv gerührt, wobei eine Farbaufhellung zu erkennen war. Das Produkt wurde durch Trennen der Lösung mittels eines Teflonschlauchs bei -40 °C isoliert und nach mehrmaligem Waschen mit kaltem F11 im Vakuum bei -40 °C getrocknet. Der erhaltene graue Feststoff verhält sich wie das oben beschriebene grau-weiße Produkt. Er ist thermisch instabil und als Zersetzungsprodukte konnten I_2 und IF_5 nachgewiesen werden.

b) Über die Zersetzungsreaktion von IF_3 in verschiedenen Lösemitteln:

Ca. 300 mg (1,6 mmol) IF_3 wurden in einem PFA-Reaktionsrohr (6,5 mm Innendurchmesser) bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ vorgelegt. Hierzu wurden 2 ml F11 an einer Vakuumapparatur kondensiert. Anschließend wurde das PFA-Röhrchen langsam unter Rühren auf $-28\text{ }^\circ\text{C}$, der Zersetzungstemperatur von IF_3 , erwärmt und bei dieser Temperatur für 3 h belassen. Nach Ablauf dieser Zeit wurde das Röhrchen langsam auf $-80\text{ }^\circ\text{C}$ gekühlt, wobei rot-schwarze Kristalle von ICl neben IF_5 erhalten wurden.

Wird die beschriebene Zersetzung von IF_3 in aHF oder in $\text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$ durchgeführt, kann nur Iod neben IF_5 nachgewiesen werden.

c) Umsetzung von Me_4NIF_2 mit verschiedenen Fluoridakzeptoren:

1. aHF: In ein PFA-Reaktionsrohr wurde frisch hergestelltes Me_4NIF_2 vorgelegt und dazu an einer Metallvakuumapparatur bei Stickstofftemperatur 2 ml aHF kondensiert. Beim Erwärmen der Probe auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ trat spontan eine Zersetzung auf, was an einem Farbumschlag nach braun-schwarz erkennbar war.
2. BF_3 : Zu einem mit frisch hergestelltem Me_4NIF_2 gefülltem PFA-Reaktionsrohr wurde an einer Metallvakuumapparatur bei Stickstofftemperatur 2 ml SO_2ClF und BF_3 kondensiert. Die Probe wurde langsam auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt, wobei sich die Suspension rot verfärbte. Nach Abziehen des überschüssigen BF_3 und des Lösemittels bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ blieb ein roter, amorpher Feststoff zurück, der aufgrund der schlechten Handhabbarkeit (Zersetzung beim Abfüllen an einer speziellen Tieftemperatur-Apparatur) nicht näher charakterisiert werden konnte.
3. AsF_5 : Zu einer Suspension von Me_4NIF_2 in SO_2ClF wurde an einer Metallvakuumapparatur bei Stickstofftemperatur AsF_5 kondensiert und langsam auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt. Die Suspension verfärbt sich rotbraun. Bei Raumtemperatur ändert sich die Farbe. Sie schlägt zu blau um. Bei tiefen Temperaturen erscheint die rotbraune Farbe wieder. Es liegt anscheinend ein Gleichgewicht zwischen $\text{I}_2^+\text{AsF}_6^-$ und der dimerisierten $\text{I}_4^{2+}\text{AsF}_6^-$ -Verbindung vor.
4. SbF_5 : Analog zu der oben beschriebenen Vorschrift wurde zu einer Me_4NIF_2 Suspension in SO_2ClF im dynamischen Vakuum SbF_5 kondensiert. Hier verfärbte sich die Suspension nach grün-schwarz. Nach Abziehen des überschüssigen SbF_5 und des Lösemittels wurde ein grünschwärzer Feststoff erhalten, der als $\text{I}_5^+\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$ identifiziert werden konnte.

6.1.1 bis-Heptaiod-hexafluorosilikat, $(\text{I}_7)^+ \text{SiF}_6^{2-} \cdot 12 \text{IF}_5 \cdot 6 \text{HF}$ **6.1.1.1 Synthese**

In einem PFA-Rohr (6,5 mm Innendurchmesser) wurden 222 mg (1 mmol) mit SiF_4 verunreinigtes IF_5 und 127 mg (0,5 mmol) I_2 in der Dry-box vorgelegt. Nach dem Aufkondensieren von wasserfreiem HF bei Stickstofftemperatur wurde das Reaktionsgemisch zunächst auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ und dann kurzfristig auf $-20\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt. Man erhielt eine braunschwarze Lösung. Nach anschließendem Abkühlen der Lösung auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ fielen braunschwarze Nadeln aus.

6.1.1.2 Kristall- und Strukturdaten von $(\text{I}_7)^+ \text{SiF}_6^{2-} \cdot 12 \text{IF}_5 \cdot 6 \text{HF}$ **Liste 1** Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$\text{F}_{72} \text{I}_{26} \text{H}_6 \text{Si}$	
Molmasse [g / mol]	4699,36	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	$\text{P}\bar{1}$	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 989,9(2)$	$\alpha = 68,56(0)$
	$b = 1281,73(19)$	$\beta = 77,07(0)$
	$c = 1743,9(4)$	$\gamma = 84,71(0)$
Zellvolumen [nm^3]	2,0073(6)	
Formeleinheiten pro Zelle	2	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,1 x 0,1 x 0,5	
Farbe und Kristallform	schwarzbraune Nadeln	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	203(2)	
Messbereich [°]	$1,28 < \theta < 30,53$	
Indexbereich	$-14 \leq h \leq 14, -18 \leq k \leq 18, -24 \leq l \leq 23$	
F(000)	2040	
Dichte (berechnet) [g/cm^3]	3,884	
Absorptionskoeffizient [mm^{-1}]	10,213	
Gemessene Reflexe	24484	
Unabhängige Reflexe	12083 [R(int) = 0,0403]	
Vollständigkeit zu $\theta = 30,53^\circ$	98,5 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F^2	
Reflexe / restraints / Parameter	12083 / 0 / 449	
Goodness-of-fit gegen F^2	0,936	
R mit [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0,0406, wR2 = 0,0918$	
R (alle Daten)	$R1 = 0,0654, wR2 = 0,1045$	
Extinktionskoeffizient	0,00055(5)	
Restelektronendichte max./min [$\text{e}/\text{Å}^{-3}$]	2,440 / -2,331	

Liste 2 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $(\text{I}_7)^+ \cdot 2\text{SiF}_6^{2-} \cdot 12\text{IF}_5 \cdot 6\text{HF}$. $U(\text{eq})$ ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	890(1)	5381(1)	3425(1)	21(1)
F(11)	2711(4)	5896(4)	3268(3)	31(1)
F(12)	-612(4)	4694(4)	3302(3)	37(1)
F(13)	1766(4)	4882(4)	2585(3)	40(1)
F(14)	1489(5)	3960(4)	4076(3)	40(1)
F(15)	676(5)	6649(4)	2489(3)	42(1)
I(2)	3752(1)	2131(1)	4610(1)	26(1)
F(21)	3982(4)	2037(4)	5684(3)	39(1)
F(22)	1867(4)	1759(4)	5093(3)	41(1)
F(23)	3909(5)	624(4)	5085(4)	49(1)
F(24)	3621(6)	1775(5)	3681(3)	58(2)
F(25)	5689(5)	2031(5)	4302(4)	55(1)
I(3)	5656(1)	5371(1)	2596(1)	24(1)
F(31)	4548(4)	4190(4)	2707(3)	41(1)
F(32)	6606(5)	5035(5)	1690(3)	49(1)
F(33)	7123(4)	6403(4)	2229(3)	46(1)
F(34)	6870(4)	4250(4)	3121(3)	33(1)
F(35)	4767(5)	6356(5)	1759(3)	50(1)
I(4)	984(1)	8969(1)	4079(1)	26(1)
F(41)	989(5)	7911(4)	5164(3)	41(1)
F(42)	1594(5)	9919(4)	2964(3)	50(1)
F(43)	1163(6)	7776(4)	3674(3)	52(1)
F(44)	1387(6)	10069(4)	4452(3)	51(1)
F(45)	2838(5)	8723(5)	3996(4)	56(2)
I(5)	1002(1)	7536(1)	-2969(1)	29(1)
F(51)	582(5)	6207(4)	-2036(3)	38(1)
F(52)	161(5)	8135(4)	-2179(3)	42(1)
F(53)	2553(5)	7693(4)	-2571(3)	45(1)
F(54)	-818(5)	7564(4)	-3108(3)	45(1)
F(55)	1131(5)	9069(4)	-3653(3)	43(1)
I(6)	-2686(1)	8915(1)	2411(1)	28(1)
F(61)	-2089(5)	10257(4)	1606(3)	47(1)
F(62)	-1148(5)	8413(4)	1777(3)	43(1)
F(63)	-1460(6)	9303(4)	2940(3)	52(1)
F(64)	-4056(6)	9851(5)	2742(4)	62(2)
F(65)	-3677(5)	8943(5)	1599(3)	52(1)
I(7)	1483(1)	10767(1)	550(1)	39(1)
I(8)	2882(1)	8917(1)	1384(1)	39(1)
I(9)	4258(1)	8420(1)	-100(1)	34(1)
I(10)	5620(1)	7973(1)	-1627(1)	47(1)
I(11)	6926(1)	6062(1)	-790(1)	43(1)
I(12)	1687(1)	6171(1)	-393(1)	49(1)
I(13)	33(1)	7022(1)	656(1)	54(1)
Si	5000	5000	5000	18(1)
F(1)	4437(4)	4352(3)	4457(2)	24(1)
F(2)	6238(4)	5627(3)	4143(2)	24(1)
F(3)	3891(3)	6094(3)	4660(2)	23(1)
F(311)	4771(4)	7427(4)	3108(3)	34(1)
F(312)	1351(4)	5520(4)	4976(3)	32(1)
F(211)	0(4)	6771(4)	3699(3)	39(1)

Liste 3 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $(\text{I}_7)^+ \text{SiF}_6^{2-} \cdot 12\text{IF}_5 \cdot 6\text{HF}$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form : $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	17(1)	25(1)	21(1)	-8(1)	-6(1)	0(1)
F(11)	18(2)	44(3)	33(2)	-14(2)	-4(2)	-7(2)
F(12)	27(2)	50(3)	44(3)	-27(2)	-10(2)	-4(2)
F(13)	31(2)	60(3)	43(3)	-38(3)	-3(2)	1(2)
F(14)	39(2)	25(2)	51(3)	-5(2)	-17(2)	4(2)
F(15)	47(3)	43(3)	28(2)	0(2)	-14(2)	4(2)
I(2)	29(1)	22(1)	25(1)	-7(1)	-2(1)	-3(1)
F(21)	40(2)	45(3)	27(2)	-6(2)	-7(2)	-9(2)
F(22)	28(2)	35(3)	53(3)	-11(2)	-4(2)	-4(2)
F(23)	54(3)	19(2)	63(4)	-8(2)	-5(2)	5(2)
F(24)	80(4)	67(4)	35(3)	-31(3)	2(3)	-27(3)
F(25)	30(2)	63(4)	65(4)	-27(3)	8(2)	-6(2)
I(3)	21(1)	29(1)	20(1)	-8(1)	-1(1)	1(1)
F(31)	31(2)	45(3)	58(3)	-29(3)	-12(2)	-1(2)
F(32)	44(3)	80(4)	26(3)	-30(3)	3(2)	10(2)
F(33)	34(2)	40(3)	50(3)	-6(2)	8(2)	-13(2)
F(34)	25(2)	34(2)	41(3)	-17(2)	-10(2)	9(2)
F(35)	50(3)	62(4)	27(3)	-4(2)	-14(2)	15(2)
I(4)	27(1)	24(1)	25(1)	-8(1)	-2(1)	-1(1)
F(41)	57(3)	36(3)	27(2)	-7(2)	-11(2)	-1(2)
F(42)	59(3)	44(3)	28(3)	-1(2)	6(2)	-1(2)
F(43)	89(4)	32(3)	46(3)	-25(2)	-18(3)	9(3)
F(44)	73(3)	36(3)	52(3)	-21(3)	-17(3)	-12(2)
F(45)	25(2)	72(4)	65(4)	-21(3)	-5(2)	7(2)
I(5)	37(1)	27(1)	24(1)	-13(1)	-7(1)	5(1)
F(51)	47(3)	35(3)	31(3)	-10(2)	-8(2)	3(2)
F(52)	57(3)	42(3)	30(3)	-21(2)	-1(2)	7(2)
F(53)	43(3)	56(3)	42(3)	-23(3)	-15(2)	-3(2)
F(54)	41(2)	41(3)	52(3)	-12(2)	-17(2)	3(2)
F(55)	64(3)	28(2)	33(3)	-7(2)	-8(2)	2(2)
I(6)	27(1)	24(1)	25(1)	0(1)	-4(1)	-1(1)
F(61)	46(3)	28(3)	45(3)	7(2)	-2(2)	-6(2)
F(62)	39(2)	42(3)	38(3)	-7(2)	1(2)	-1(2)
F(63)	65(3)	45(3)	48(3)	-9(3)	-22(3)	-19(2)
F(64)	56(3)	44(3)	62(4)	-7(3)	11(3)	13(2)
F(65)	50(3)	59(3)	33(3)	10(2)	-20(2)	-15(2)
I(7)	30(1)	50(1)	39(1)	-22(1)	0(1)	0(1)
I(8)	47(1)	40(1)	24(1)	-6(1)	-1(1)	-5(1)
I(9)	35(1)	30(1)	28(1)	0(1)	-7(1)	0(1)
I(10)	55(1)	53(1)	26(1)	-10(1)	-3(1)	7(1)
I(11)	42(1)	46(1)	40(1)	-20(1)	0(1)	3(1)
I(12)	64(1)	52(1)	32(1)	-20(1)	-6(1)	10(1)
I(13)	56(1)	72(1)	32(1)	-23(1)	-9(1)	24(1)
Si	16(1)	19(1)	17(1)	-5(1)	-3(1)	-3(1)
F(1)	24(2)	28(2)	22(2)	-9(2)	-7(1)	-6(2)
F(2)	21(2)	27(2)	21(2)	-6(2)	-1(1)	-3(1)
F(3)	20(2)	23(2)	25(2)	-7(2)	-5(1)	1(1)
F(311)	37(2)	35(3)	24(2)	-6(2)	-1(2)	-5(2)
F(312)	25(2)	40(3)	27(2)	-6(2)	-4(2)	-8(2)
F(211)	26(2)	30(2)	55(3)	-11(2)	0(2)	-8(2)

Liste 4 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $(I_7)^+ \cdot 2SiF_6^{2-} \cdot 12IF_5 \cdot 6HF$.

I(1)-F(13)	182,2(4)	I(4)-F(45)	181,5(4)
I(1)-F(15)	187,2(4)	I(4)-F(44)	186,1(5)
I(1)-F(14)	188,3(4)	I(4)-F(42)	187,3(5)
I(1)-F(12)	188,6(4)	I(4)-F(43)	188,4(5)
I(1)-F(11)	190,4(3)	I(4)-F(41)	188,4(5)
I(2)-F(23)	180,9(5)	I(5)-F(52)	182,1(5)
I(2)-F(24)	187,1(5)	I(5)-F(54)	186,6(4)
I(2)-F(25)	187,8(5)	I(5)-F(53)	187,4(4)
I(2)-F(22)	189,4(4)	I(5)-F(51)	187,7(5)
I(2)-F(21)	189,6(5)	I(5)-F(55)	188,8(5)
I(3)-F(32)	182,2(4)	I(6)-F(61)	182,5(4)
I(3)-F(35)	187,7(4)	I(6)-F(64)	186,2(5)
I(3)-F(31)	187,8(4)	I(6)-F(63)	187,6(5)
I(3)-F(34)	188,7(4)	I(6)-F(62)	188,1(5)
I(3)-F(33)	189,5(4)	I(6)-F(65)	188,3(5)
I(7)-I(8)	272,62(9)	I(10)-I(11)	272,91(9)
I(7)-I(13)#1	331,25(9)	I(11)-I(12)#2	324,96(10)
I(8)-I(9)	290,32(9)	I(12)-I(13)	264,72(9)
I(9)-I(10)	293,14(9)		
Si-F(1)#3	167,2(4)	Si-F(2)#3	169,3(4)
Si-F(1)	167,2(4)	Si-F(3)#3	170,9(4)
Si-F(2)	169,3(4)	Si-F(3)	170,9(4)
F(13)-I(1)-F(15)	80,3(2)	F(34)-I(3)-F(33)	88,1(2)
F(13)-I(1)-F(14)	80,5(2)	F(45)-I(4)-F(44)	81,1(3)
F(15)-I(1)-F(14)	160,5(2)	F(45)-I(4)-F(42)	80,9(2)
F(13)-I(1)-F(12)	80,40(19)	F(44)-I(4)-F(42)	89,7(2)
F(15)-I(1)-F(12)	90,3(2)	F(45)-I(4)-F(43)	81,4(3)
F(14)-I(1)-F(12)	89,2(2)	F(44)-I(4)-F(43)	162,5(2)
F(13)-I(1)-F(11)	80,77(19)	F(42)-I(4)-F(43)	87,6(2)
F(15)-I(1)-F(11)	86,88(19)	F(45)-I(4)-F(41)	80,5(2)
F(14)-I(1)-F(11)	87,34(19)	F(44)-I(4)-F(41)	88,4(2)
F(12)-I(1)-F(11)	161,16(19)	F(42)-I(4)-F(41)	161,4(2)
F(23)-I(2)-F(24)	82,2(3)	F(43)-I(4)-F(41)	88,7(2)
F(23)-I(2)-F(25)	82,7(2)	F(52)-I(5)-F(54)	81,5(2)
F(24)-I(2)-F(25)	88,5(3)	F(52)-I(5)-F(53)	80,5(2)
F(23)-I(2)-F(22)	79,9(2)	F(54)-I(5)-F(53)	162,0(2)
F(24)-I(2)-F(22)	90,4(2)	F(52)-I(5)-F(51)	80,8(2)
F(25)-I(2)-F(22)	162,5(2)	F(54)-I(5)-F(51)	88,1(2)
F(23)-I(2)-F(21)	81,2(2)	F(53)-I(5)-F(51)	88,7(2)
F(24)-I(2)-F(21)	163,3(2)	F(52)-I(5)-F(55)	81,1(2)
F(25)-I(2)-F(21)	87,9(2)	F(54)-I(5)-F(55)	88,6(2)
F(22)-I(2)-F(21)	88,1(2)	F(53)-I(5)-F(55)	89,0(2)
F(32)-I(3)-F(35)	80,2(2)	F(51)-I(5)-F(55)	161,9(2)
F(32)-I(3)-F(31)	81,7(2)	F(61)-I(6)-F(64)	80,6(2)
F(35)-I(3)-F(31)	90,3(2)	F(61)-I(6)-F(63)	80,5(2)
F(32)-I(3)-F(34)	80,3(2)	F(64)-I(6)-F(63)	91,0(3)
F(35)-I(3)-F(34)	160,4(2)	F(61)-I(6)-F(62)	80,6(2)
F(31)-I(3)-F(34)	86,3(2)	F(64)-I(6)-F(62)	161,1(2)
F(32)-I(3)-F(33)	80,8(2)	F(63)-I(6)-F(62)	88,3(2)
F(35)-I(3)-F(33)	89,4(2)	F(61)-I(6)-F(65)	81,2(2)
F(31)-I(3)-F(33)	162,3(2)	F(64)-I(6)-F(65)	87,8(3)

F(63)-I(6)-F(65)	161,6(2)	F(62)-I(6)-F(65)	86,9(2)
I(8)-I(7)-I(13)#1	173,72(3)	I(11)-I(10)-I(9)	94,57(3)
I(7)-I(8)-I(9)	95,82(2)	I(10)-I(11)-I(12)#2	173,76(3)
I(8)-I(9)-I(10)	178,49(2)		
F(1)#3-Si-F(1)	180,000(1)	F(2)-Si-F(3)#3	90,19(18)
F(1)#3-Si-F(2)	90,64(18)	F(2)#3-Si-F(3)#3	89,81(18)
F(1)-Si-F(2)	89,36(18)	F(1)#3-Si-F(3)	90,42(18)
F(1)#3-Si-F(2)#3	89,36(18)	F(1)-Si-F(3)	89,58(18)
F(1)-Si-F(2)#3	90,64(18)	F(2)-Si-F(3)	89,81(18)
F(2)-Si-F(2)#3	180,0(3)	F(2)#3-Si-F(3)	90,19(18)
F(1)#3-Si-F(3)#3	89,58(18)	F(3)#3-Si-F(3)	180,0(3)
F(1)-Si-F(3)#3	90,42(18)		

Verwendete Symmetrietransformation für Generierung äquivalenter Atome:

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

6.1.2 Heptaiod-hexafluorobromat, $I_7^+BrF_6^- \cdot 4 IF_5$

6.1.2.1 Synthese

In einem PFA-Rohr (6,5 mm Innendurchmesser) wurden 222 mg (1 mmol) IF_5 mit Spuren von BrF_5 (Verunreinigung) und 127 mg (0,5 mmol) I_2 in der Dry-box vorgelegt. Nach dem Aufkondensieren von wasserfreiem HF bei $-196^\circ C$ wurde das Reaktionsgemisch zunächst auf $-78^\circ C$ und dann kurzfristig auf $-20^\circ C$ erwärmt. Man erhielt eine braunschwarze Lösung. Nach anschließendem Abkühlen der Lösung auf $-78^\circ C$ fielen braunschwarze Nadeln aus.

6.1.2.2 Kristall- und Strukturdaten $I_7^+BrF_6^- \cdot 4 IF_5$

Liste 5 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	Br F ₂₆ I ₁₁	
Molmasse [g / mol]	1969,81	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P1	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 922,2(3)	$\alpha = 111,832(10)$
	b = 1276,1(3)	$\beta = 92,168(6)$
	c = 1468,4(5)	$\gamma = 95,482(6)$
Zellvolumen [nm ³]	1,5917(9)	
Formeleinheiten pro Zelle	2	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,1 x 0,1 x 0,4	
Farbe und Kristallform	schwarzbraune Nadeln	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	208(2)	
Messbereich [°]	1,50 < θ < 26,37	
Indexbereich	-11 <= h <= 11, -15 <= k <= 14, -18 <= l <= 18	
F(000)	1704	

Dichte (berechnet) [g/cm ³]	4,110
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	12,109
Gemessene Reflexe	14405
Unabhängige Reflexe	11170 [R(int) = 0,0437]
Vollständigkeit zu $\theta = 26,37^\circ$	99,9 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²
Reflexe / restraints / Parameter	11170 / 3 / 686
Goodness-of-fit gegen F ²	0,907
R mit [I>2sigma(I)]	R1 = 0,0514, wR2 = 0,1103
R (alle Daten)	R1 = 0,0915, wR2 = 0,1303
Extinktionskoeffizient	0,00014(4)
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	1,724 / -2,609

Liste 6 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}_7^+\text{BrF}_6^- \cdot 4\text{IF}_5$. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	6039(2)	-1939(2)	1537(1)	32(1)
I(11)	8972(2)	5389(2)	-218(1)	32(1)
I(2)	-2475(2)	108(2)	2644(1)	35(1)
I(21)	17386(2)	3342(2)	-1255(1)	36(1)
I(3)	-1389(2)	498(2)	959(1)	27(1)
I(31)	16295(2)	3008(2)	484(1)	26(1)
I(4)	-284(2)	874(2)	-740(1)	35(1)
I(41)	15104(2)	2585(2)	2127(1)	29(1)
I(5)	1264(2)	-7084(2)	328(1)	31(1)
I(51)	13630(2)	10546(2)	916(1)	27(1)
I(6)	3203(2)	-4663(2)	1648(2)	41(1)
I(61)	11769(2)	8170(2)	-472(1)	30(1)
I(7)	4186(2)	-4376(2)	69(1)	32(1)
I(71)	10872(2)	7791(2)	1096(1)	34(1)
I(8)	6280(2)	-2736(2)	-1994(1)	30(1)
F(81)	5512(19)	-1939(16)	-879(11)	51(5)
F(82)	4300(20)	-2989(19)	-2485(14)	73(6)
F(85)	5780(20)	-3943(16)	-1535(13)	61(6)
F(84)	7980(20)	-2320(20)	-1166(16)	96(9)
F(83)	6340(30)	-1384(17)	-2190(18)	98(9)
I(81)	8858(2)	5944(2)	3303(1)	25(1)
F(811)	9858(18)	6928(15)	2847(13)	50(5)
F(812)	7472(18)	5966(15)	2396(13)	48(5)
F(813)	7895(17)	7157(13)	4109(12)	47(4)
F(814)	9450(20)	4811(18)	2249(14)	64(6)
F(815)	7396(17)	4872(14)	3441(12)	45(4)
I(9)	7215(2)	-6318(1)	-4444(1)	22(1)
F(91)	8417(16)	-6399(15)	-3414(10)	40(4)
F(95)	5871(17)	-7093(15)	-3965(12)	44(5)
F(93)	5625(17)	-6441(15)	-5301(12)	44(4)
F(94)	7492(16)	-7803(12)	-5161(12)	37(4)
F(92)	6494(16)	-5062(13)	-3520(11)	40(4)
I(91)	8152(2)	9582(2)	5716(1)	31(1)
F(911)	7450(20)	10910(14)	6082(13)	52(5)
F(912)	6325(17)	9193(14)	6057(11)	46(4)

F(913)	7240(20)	9471(17)	4526(14)	69(6)
F(914)	9740(20)	10414(19)	5512(14)	72(6)
F(915)	8800(20)	10123(18)	7013(12)	61(5)
I(10)	3909(2)	267(2)	-2566(1)	27(1)
F(101)	3426(19)	1481(14)	-1546(13)	57(5)
F(102)	5768(16)	777(14)	-1901(13)	46(4)
F(103)	1931(19)	170(17)	-2916(13)	56(5)
F(104)	4320(20)	1352(18)	-3124(16)	75(7)
F(105)	3370(20)	-424(16)	-1691(14)	58(5)
I(111)	3652(2)	-3680(1)	-5147(1)	25(1)
F(111)	5440(20)	-3684(19)	-4458(13)	65(6)
F(113)	3537(16)	-2223(13)	-4188(10)	35(4)
F(112)	4156(17)	-4829(13)	-6268(12)	38(4)
F(114)	2217(14)	-3425(12)	-5993(10)	34(4)
F(115)	4805(17)	-2814(13)	-5618(12)	40(4)
I(112)	11886(2)	-6070(2)	-3100(1)	34(1)
F(121)	13440(20)	-6194(16)	-2458(13)	58(5)
F(123)	13278(16)	-5374(13)	-3628(12)	43(4)
F(122)	12321(19)	-7507(16)	-3973(12)	56(5)
F(124)	11980(20)	-4687(18)	-2015(12)	68(6)
F(125)	11000(20)	-6768(19)	-2333(15)	73(6)
I(113)	2686(2)	10251(2)	4222(1)	32(1)
F(133)	3460(50)	10770(30)	3500(40)	270(30)
F(132)	1010(20)	9379(18)	3574(15)	76(7)
F(134)	4680(30)	10790(20)	4760(20)	118(10)
F(131)	2700(30)	9540(30)	5119(18)	125(11)
F(135)	3490(20)	9024(17)	3548(16)	72(6)
Br(1)	-171(5)	-3131(4)	-3653(3)	67(1)
F(1)	1339(16)	-3811(15)	-3916(12)	48(5)
F(2)	-1170(17)	-4164(12)	-4625(10)	37(4)
F(3)	-1696(17)	-2471(14)	-3435(12)	46(4)
F(4)	256(16)	-2454(15)	-4425(11)	42(4)
F(5)	760(20)	-2073(16)	-2751(12)	56(5)
F(6)	-670(19)	-3832(16)	-2951(12)	53(5)
Br(2)	10748(4)	3106(3)	3819(2)	42(1)
F(7)	8947(18)	3043(16)	3458(13)	51(5)
F(8)	10510(20)	1771(13)	3865(15)	56(5)
F(9)	10919(19)	4512(13)	3930(13)	51(5)
F(10)	11180(20)	2728(17)	2679(11)	60(5)
F(11)	12499(17)	3253(19)	4284(14)	64(6)
F(12)	10262(14)	3598(11)	5033(10)	26(3)

Liste 7 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}_7^+ \text{BrF}_6^- \cdot 4\text{IF}_5$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form : $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	36(1)	27(1)	35(1)	15(1)	8(1)	3(1)
I(11)	30(1)	32(1)	42(1)	23(1)	8(1)	2(1)
I(2)	46(1)	33(1)	24(1)	10(1)	1(1)	-6(1)
I(21)	44(1)	37(1)	30(1)	16(1)	7(1)	-5(1)
I(3)	29(1)	23(1)	26(1)	7(1)	2(1)	0(1)
I(31)	26(1)	23(1)	29(1)	9(1)	0(1)	-2(1)
I(4)	43(1)	37(1)	25(1)	10(1)	8(1)	7(1)

I(41)	37(1)	25(1)	23(1)	7(1)	2(1)	-1(1)
I(5)	35(1)	30(1)	35(1)	18(1)	12(1)	10(1)
I(51)	28(1)	22(1)	33(1)	13(1)	5(1)	1(1)
I(6)	55(1)	39(1)	37(1)	21(1)	16(1)	7(1)
I(61)	34(1)	25(1)	30(1)	11(1)	6(1)	1(1)
I(7)	43(1)	28(1)	28(1)	14(1)	7(1)	5(1)
I(71)	35(1)	33(1)	37(1)	18(1)	7(1)	2(1)
I(8)	39(1)	28(1)	28(1)	12(1)	15(1)	10(1)
F(81)	54(12)	76(14)	27(9)	18(9)	19(8)	25(10)
F(82)	54(13)	87(16)	60(13)	6(12)	-13(10)	17(11)
F(85)	101(17)	57(13)	39(10)	29(10)	14(10)	24(11)
F(84)	64(15)	110(20)	71(15)	-18(14)	2(12)	21(13)
F(83)	150(20)	57(14)	130(20)	71(15)	106(18)	48(14)
I(81)	20(1)	25(1)	29(1)	9(1)	-1(1)	5(1)
F(811)	34(10)	49(12)	59(11)	17(10)	0(8)	-23(9)
F(812)	31(10)	46(11)	57(11)	7(9)	-13(8)	14(8)
F(813)	42(10)	33(10)	61(11)	10(9)	1(8)	14(8)
F(814)	60(13)	90(16)	59(12)	35(12)	25(10)	58(12)
F(815)	33(10)	49(11)	55(11)	21(9)	1(8)	5(8)
I(9)	18(1)	21(1)	27(1)	9(1)	3(1)	2(1)
F(91)	32(9)	76(13)	25(8)	33(9)	1(6)	15(8)
F(95)	31(9)	61(12)	60(11)	45(10)	22(8)	5(8)
F(93)	29(10)	63(12)	39(10)	21(9)	-8(7)	-1(8)
F(94)	23(8)	23(8)	52(10)	3(8)	6(7)	-8(6)
F(92)	36(9)	33(9)	49(10)	8(8)	24(7)	17(7)
I(91)	37(1)	35(1)	26(1)	15(1)	7(1)	16(1)
F(911)	77(14)	22(9)	57(12)	17(9)	-6(10)	1(9)
F(912)	42(10)	51(11)	34(9)	12(8)	-17(7)	-18(8)
F(913)	94(16)	66(14)	60(13)	38(11)	1(11)	18(11)
F(914)	53(13)	98(18)	57(13)	20(12)	21(10)	5(11)
F(915)	49(12)	92(16)	42(11)	27(11)	-2(9)	7(11)
I(10)	28(1)	26(1)	25(1)	8(1)	5(1)	1(1)
F(101)	44(11)	40(11)	68(12)	-4(9)	25(9)	11(8)
F(102)	29(9)	35(10)	69(12)	17(9)	-5(8)	-7(7)
F(103)	41(11)	78(14)	55(12)	25(11)	12(9)	29(10)
F(104)	95(17)	65(15)	95(17)	56(14)	42(13)	34(12)
F(105)	57(12)	58(13)	75(13)	41(11)	12(10)	14(10)
I(111)	19(1)	29(1)	27(1)	11(1)	2(1)	0(1)
F(111)	49(12)	120(18)	59(12)	76(13)	-27(9)	14(11)
F(113)	32(9)	36(9)	34(8)	10(7)	7(7)	5(7)
F(112)	34(10)	30(9)	44(10)	6(8)	12(7)	1(7)
F(114)	20(8)	41(9)	43(9)	24(8)	-19(6)	-13(7)
F(115)	36(10)	30(9)	64(11)	33(9)	6(8)	-8(7)
I(112)	24(1)	48(1)	22(1)	5(1)	-4(1)	9(1)
F(121)	69(14)	46(12)	48(11)	3(9)	6(10)	19(10)
F(123)	19(8)	35(10)	57(11)	-1(8)	-6(7)	-3(7)
F(122)	57(12)	59(13)	45(10)	12(10)	-4(9)	-3(9)
F(124)	74(14)	87(16)	32(10)	3(10)	0(9)	35(12)
F(125)	80(16)	95(18)	68(14)	56(14)	5(11)	9(13)
I(113)	39(1)	31(1)	24(1)	5(1)	4(1)	8(1)
F(133)	390(60)	90(20)	430(70)	170(40)	340(60)	150(30)
F(132)	55(13)	77(16)	74(14)	-3(12)	-12(10)	41(11)
F(134)	69(17)	100(20)	160(30)	11(19)	-7(16)	11(14)
F(131)	190(30)	140(30)	67(16)	55(19)	18(18)	50(20)
F(135)	75(15)	54(13)	91(16)	24(12)	4(12)	39(11)
Br(1)	62(3)	61(3)	71(3)	18(2)	14(2)	1(2)

F(1)	24(9)	52(11)	52(10)	-2(9)	9(7)	15(8)
F(2)	53(10)	18(8)	32(8)	8(7)	-4(7)	-16(7)
F(3)	34(9)	47(10)	55(10)	8(8)	27(8)	28(8)
F(4)	35(9)	66(12)	33(9)	31(9)	6(7)	-9(8)
F(5)	71(14)	45(11)	39(10)	7(9)	-17(9)	-11(10)
F(6)	51(12)	72(14)	45(10)	39(10)	-2(8)	-19(10)
Br(2)	41(2)	45(2)	37(2)	12(2)	3(1)	-1(2)
F(7)	36(10)	69(13)	58(11)	37(10)	-10(8)	1(9)
F(8)	75(14)	15(9)	89(15)	27(9)	35(11)	19(8)
F(9)	58(12)	26(9)	74(13)	22(9)	16(9)	7(8)
F(10)	61(13)	82(15)	20(9)	0(9)	0(8)	7(11)
F(11)	17(9)	123(19)	74(14)	63(14)	0(8)	3(10)
F(12)	27(8)	22(8)	31(8)	12(6)	-1(6)	8(6)

Liste 8 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $I_7^+BrF_6^- \cdot 4IF_5$.

I(1)-I(2)#1	270,8(3)	I(31)-I(41)	289,5(3)
I(1)-I(7)	331,0(3)	I(4)-I(5)#3	271,4(3)
I(11)-I(21)#2	272,5(3)	I(41)-I(51)#4	273,5(3)
I(11)-I(71)	324,1(3)	I(5)-I(4)#4	271,4(3)
I(2)-I(1)#2	270,8(3)	I(5)-I(6)	327,5(3)
I(2)-I(3)	289,5(3)	I(51)-I(41)#3	273,5(3)
I(21)-I(11)#1	272,5(3)	I(51)-I(61)	323,1(3)
I(21)-I(31)	293,8(3)	I(6)-I(7)	265,7(3)
I(3)-I(4)	291,1(3)	I(61)-I(71)	266,8(3)
I(8)-F(81)	178,9(15)	I(10)-F(101)	181,6(15)
I(8)-F(83)	184,8(18)	I(10)-F(103)	185,7(17)
I(8)-F(84)	186(2)	I(10)-F(105)	186,5(17)
I(8)-F(82)	188,8(19)	I(10)-F(104)	187,1(19)
I(8)-F(85)	192,4(18)	I(10)-F(102)	187,1(15)
I(81)-F(812)	182,1(16)	I(111)-F(115)	179,7(14)
I(81)-F(811)	182,5(16)	I(111)-F(112)	186,3(15)
I(81)-F(814)	182,8(18)	I(111)-F(113)	188,4(15)
I(81)-F(813)	188,8(15)	I(111)-F(111)	190,3(15)
I(81)-F(815)	189,8(16)	I(111)-F(114)	191,3(13)
I(9)-F(95)	183,2(14)	I(112)-F(121)	174(2)
I(9)-F(94)	184,2(15)	I(112)-F(125)	184,4(19)
I(9)-F(93)	185,2(15)	I(112)-F(123)	184,6(16)
I(9)-F(92)	187,2(14)	I(112)-F(124)	187,8(18)
I(9)-F(91)	188,1(14)	I(112)-F(122)	189,8(18)
I(91)-F(911)	177,0(17)	I(113)-F(133)	160(3)
I(91)-F(915)	182,3(17)	I(113)-F(135)	176,4(19)
I(91)-F(914)	183(2)	I(113)-F(132)	182(2)
I(91)-F(912)	185,1(16)	I(113)-F(131)	185(3)
I(91)-F(913)	185,8(19)	I(113)-F(134)	193(3)
Br(1)-F(5)	163,6(17)	Br(2)-F(10)	163,8(16)
Br(1)-F(6)	164,9(16)	Br(2)-F(11)	169,5(16)
Br(1)-F(3)	168,8(14)	Br(2)-F(7)	171,0(16)
Br(1)-F(1)	169,2(15)	Br(2)-F(8)	172,3(15)
Br(1)-F(4)	169,7(15)	Br(2)-F(9)	173,1(15)
Br(1)-F(2)	170,1(14)	Br(2)-F(12)	174,8(13)

I(2)#1-I(1)-I(7)	176,28(9)	I(51)#4-I(41)-I(31)	92,11(8)
I(21)#2-I(11)-I(71)	177,53(9)	I(4)#4-I(5)-I(6)	178,09(10)
I(1)#2-I(2)-I(3)	93,66(8)	I(41)#3-I(51)-I(61)	177,66(9)
I(11)#1-I(21)-I(31)	95,08(8)	I(7)-I(6)-I(5)	92,76(8)
I(2)-I(3)-I(4)	179,54(10)	I(71)-I(61)-I(51)	91,25(7)
I(41)-I(31)-I(21)	176,94(9)	I(6)-I(7)-I(1)	88,87(8)
I(5)#3-I(4)-I(3)	95,02(8)	I(61)-I(71)-I(11)	93,55(7)
F(81)-I(8)-F(83)	82,9(8)	F(101)-I(10)-F(103)	80,1(8)
F(81)-I(8)-F(84)	82,1(9)	F(101)-I(10)-F(105)	79,6(8)
F(83)-I(8)-F(84)	95,4(13)	F(103)-I(10)-F(105)	87,4(8)
F(81)-I(8)-F(82)	81,5(8)	F(101)-I(10)-F(104)	83,0(9)
F(83)-I(8)-F(82)	85,6(11)	F(103)-I(10)-F(104)	90,3(9)
F(84)-I(8)-F(82)	163,3(9)	F(105)-I(10)-F(104)	162,5(9)
F(81)-I(8)-F(85)	81,0(8)	F(101)-I(10)-F(102)	82,0(8)
F(83)-I(8)-F(85)	162,7(8)	F(103)-I(10)-F(102)	162,1(8)
F(84)-I(8)-F(85)	88,9(11)	F(105)-I(10)-F(102)	90,8(8)
F(82)-I(8)-F(85)	85,6(9)	F(104)-I(10)-F(102)	86,2(9)
F(812)-I(81)-F(811)	80,6(8)	F(115)-I(111)-F(112)	81,6(7)
F(812)-I(81)-F(814)	83,2(8)	F(115)-I(111)-F(113)	79,3(7)
F(811)-I(81)-F(814)	86,2(9)	F(112)-I(111)-F(113)	160,8(6)
F(812)-I(81)-F(813)	80,6(7)	F(115)-I(111)-F(111)	82,3(8)
F(811)-I(81)-F(813)	88,8(8)	F(112)-I(111)-F(111)	90,4(8)
F(814)-I(81)-F(813)	163,6(8)	F(113)-I(111)-F(111)	87,3(8)
F(812)-I(81)-F(815)	81,5(8)	F(115)-I(111)-F(114)	81,2(7)
F(811)-I(81)-F(815)	161,9(8)	F(112)-I(111)-F(114)	86,5(7)
F(814)-I(81)-F(815)	89,2(9)	F(113)-I(111)-F(114)	90,2(6)
F(813)-I(81)-F(815)	90,8(7)	F(111)-I(111)-F(114)	163,4(7)
F(95)-I(9)-F(94)	78,6(7)	F(121)-I(112)-F(125)	81,2(9)
F(95)-I(9)-F(93)	81,7(7)	F(121)-I(112)-F(123)	80,9(8)
F(94)-I(9)-F(93)	90,1(8)	F(125)-I(112)-F(123)	162,0(8)
F(95)-I(9)-F(92)	82,0(7)	F(121)-I(112)-F(124)	81,3(8)
F(94)-I(9)-F(92)	160,5(7)	F(125)-I(112)-F(124)	87,9(10)
F(93)-I(9)-F(92)	88,3(7)	F(123)-I(112)-F(124)	87,8(8)
F(95)-I(9)-F(91)	81,5(7)	F(121)-I(112)-F(122)	80,6(8)
F(94)-I(9)-F(91)	87,6(7)	F(125)-I(112)-F(122)	89,3(9)
F(93)-I(9)-F(91)	163,2(7)	F(123)-I(112)-F(122)	89,3(7)
F(92)-I(9)-F(91)	88,3(7)	F(124)-I(112)-F(122)	161,9(8)
F(911)-I(91)-F(915)	82,0(9)	F(133)-I(113)-F(135)	84,3(11)
F(911)-I(91)-F(914)	81,8(9)	F(133)-I(113)-F(132)	108(2)
F(915)-I(91)-F(914)	88,0(9)	F(135)-I(113)-F(132)	83,1(9)
F(911)-I(91)-F(912)	79,7(8)	F(133)-I(113)-F(131)	153(2)
F(915)-I(91)-F(912)	88,8(7)	F(135)-I(113)-F(131)	79,7(11)
F(914)-I(91)-F(912)	161,5(9)	F(132)-I(113)-F(131)	91,5(13)
F(911)-I(91)-F(913)	79,7(8)	F(133)-I(113)-F(134)	73(2)
F(915)-I(91)-F(913)	161,7(9)	F(135)-I(113)-F(134)	81,7(10)
F(914)-I(91)-F(913)	89,8(9)	F(132)-I(113)-F(134)	164,6(10)
F(912)-I(91)-F(913)	87,5(8)	F(131)-I(113)-F(134)	83,1(14)
F(5)-Br(1)-F(6)	94,0(9)	F(3)-Br(1)-F(4)	88,4(8)
F(5)-Br(1)-F(3)	91,0(9)	F(1)-Br(1)-F(4)	90,5(9)
F(6)-Br(1)-F(3)	90,3(9)	F(5)-Br(1)-F(2)	176,0(9)
F(5)-Br(1)-F(1)	90,7(9)	F(6)-Br(1)-F(2)	89,2(8)
F(6)-Br(1)-F(1)	90,8(9)	F(3)-Br(1)-F(2)	86,7(8)
F(3)-Br(1)-F(1)	177,9(9)	F(1)-Br(1)-F(2)	91,5(8)
F(5)-Br(1)-F(4)	89,2(9)	F(4)-Br(1)-F(2)	87,5(7)
F(6)-Br(1)-F(4)	176,5(9)	F(10)-Br(2)-F(11)	94,0(9)

F(10)-Br(2)-F(7)	91,0(9)	F(7)-Br(2)-F(9)	86,8(9)
F(11)-Br(2)-F(7)	174,6(10)	F(8)-Br(2)-F(9)	172,5(9)
F(10)-Br(2)-F(8)	97,9(10)	F(10)-Br(2)-F(12)	176,1(9)
F(11)-Br(2)-F(8)	88,7(10)	F(11)-Br(2)-F(12)	87,3(8)
F(7)-Br(2)-F(8)	92,7(9)	F(7)-Br(2)-F(12)	87,6(7)
F(10)-Br(2)-F(9)	89,6(9)	F(8)-Br(2)-F(12)	85,8(8)
F(11)-Br(2)-F(9)	91,1(10)	F(9)-Br(2)-F(12)	86,7(7)

Verwendete Symmetrietransformation für Generierung äquivalenter Atome:

#1 $x+1,y,z$ #2 $x-1,y,z$ #3 $x,y+1,z$ #4 $x,y-1,z$

6.2 Versuche zur Darstellung von Iod-pentafluoroorthotellurat

6.2.1 Pentaiodonium-iod(III)-tetrakis-pentafluoroorthotellurat, $I_5^+I(OTeF_5)_4^-$

6.2.1.1 Synthese und spektroskopische Daten

- a) 254 mg Iod (1 mmol) werden in ein PFA-Rohr (12 mm Innendurchmesser) mit Rührkern gegeben. Bei -196 °C werden hierzu im dynamischen Vakuum 609 mg (1mmol) $Xe(OTeF_5)_2$ und 5ml SO_2ClF kondensiert. Die Reaktionsmischung wird langsam unter Rühren auf -20 °C erwärmt, wobei eine Gasentwicklung einsetzt. Nach beendeter Reaktion werden bei -78 °C und anschließend bei -25 °C alle flüchtigen Bestandteile abgepumpt. Zurück bleibt ein braunschwarzer, hydrolyseempfindlicher, bei Raumtemperatur stabiler Feststoff. Die Kristallisation erfolgt in 8 mm Glasampullen in $C_4F_9SO_2F$ bzw. in SO_2ClF beim Abkühlen von Raumtemperatur auf -50 °C . Es kristallisieren grundsätzlich nur sehr feine rotbraune Nadeln aus.
- b) Auch die Umsetzung von 1,4 g (5,5 mmol) Iod mit 0,61 g (2,75 mmol) IF_5 und 3,4 g (4,68 mmol) $B(OTeF_5)_3$ in $C_4F_9SO_2F$ bei -30 °C liefert nur das hier beschriebene Produkt.

^{19}F -NMR ($C_4F_9SO_2F$): AB_4 -Muster für die $OTeF_5$ -Gruppe:

δ [ppm]: -43,2 (B-Teil), -44,9 (A-Teil); $J(AB) = 160\text{ Hz}$, $J(^{125}Te-F) = 3692\text{ Hz}$

Raman (krist., -60 °C):

$\bar{\nu}$ [cm^{-1}] = 82,77(s); 114,59(vs); 158,95(w); 198,48(m); 233,20(w); 296,84(vw);
329,63(vw); 421,23(w); 450,16(vw); 641,09(w); 676,77(w); 689,31(w);
703,77(vw); 758,74(vw); 805,99(vw)

6.2.1.2 Kristall- und Strukturdaten von $I_5^+I(OTeF_5)_4^-$ **Liste 9** Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$F_{15} I_{4,5} O_3 Te_3$	
Molmasse [g / mol]	1286,85	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	$P\bar{1}$	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 1138,31(13)$	$\alpha = 67,488(3)$
	$b = 1910,7(2)$	$\beta = 89,632(5)$
	$c = 2219,4(2)$	$\gamma = 77,260(3)$
Zellvolumen [nm ³]	4,3331(9)	
Formeleinheiten pro Zelle	6	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,1 x 0,1 x 0,4	
Farbe und Kristallform	rotbraune Nadeln	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	193(2)	
Messbereich [°]	$1,00 < \theta < 28,04$	
Indexbereich	$-15 \leq h \leq 15, -25 \leq k \leq 24, -29 \leq l \leq 29$	
F(000)	4428	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	3,945	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	10,549	
Gemessene Reflexe	46038	
Unabhängige Reflexe	20852 [R(int) = 0,0484]	
Vollständigkeit zu $\theta = 28,04^\circ$	99,3 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F^2	
Reflexe / restraints / Parameter	20852 / 0 / 919	
Goodness-of-fit gegen F^2	0,905	
R mit [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0,0375, wR2 = 0,0685$	
R (alle Daten)	$R1 = 0,0776, wR2 = 0,0800$	
Restelektronendichte max./min [$e/\text{Å}^{-3}$]	1,548 / -1,294	

Liste 10 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $I_5^+I(OTeF_5)_4^-$. U(eq) ist definiert als $\frac{1}{3}$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(11)	10878(1)	-373(1)	7861(1)	40(1)
I(12)	8640(1)	-444(1)	7569(1)	39(1)
I(13)	7440(1)	1058(1)	7532(1)	32(1)
I(14)	6244(1)	2592(1)	7546(1)	41(1)
I(15)	4060(1)	2309(1)	7806(1)	46(1)
I(16)	2519(1)	457(1)	8925(1)	24(1)
O(11)	1806(5)	856(3)	9602(3)	32(2)
Te(11)	2479(1)	1311(1)	10069(1)	41(1)
F(111)	3962(5)	698(4)	10133(4)	70(2)
F(112)	2148(7)	630(4)	10838(3)	76(2)
F(113)	1026(7)	1963(4)	10025(4)	91(3)
F(114)	3120(7)	1758(4)	10545(4)	79(2)
F(115)	2862(8)	2047(4)	9338(4)	94(3)
Te(12)	4441(1)	-283(1)	7869(1)	37(1)
O(12)	2987(5)	-77(4)	8190(3)	35(2)

F(121)	3767(6)	-511(6)	7247(4)	100(3)
F(122)	4787(6)	-1293(4)	8403(5)	98(3)
F(123)	5259(5)	-42(4)	8434(3)	57(2)
F(124)	4267(6)	712(4)	7270(3)	75(2)
F(125)	5897(5)	-486(5)	7530(4)	84(3)
O(13)	1986(5)	1626(3)	8189(3)	34(2)
Te(13)	423(1)	2177(1)	7839(1)	26(1)
F(131)	406(5)	1688(3)	7272(3)	46(2)
F(132)	-279(4)	1439(3)	8423(3)	41(1)
F(133)	277(5)	2707(3)	8373(3)	49(2)
F(134)	989(5)	2942(3)	7214(3)	52(2)
F(135)	-1097(4)	2729(3)	7477(3)	41(1)
O(14)	3288(6)	-606(3)	9653(3)	38(2)
Te(14)	2556(1)	-1351(1)	10195(1)	38(1)
F(141)	1033(5)	-743(4)	9922(4)	79(2)
F(142)	2658(9)	-1033(4)	10861(4)	98(3)
F(143)	4027(6)	-2027(4)	10476(4)	82(2)
F(144)	2403(7)	-1745(4)	9575(4)	82(2)
F(145)	1884(7)	-2108(3)	10747(4)	74(2)
I(21)	4452(1)	3571(1)	5531(1)	35(1)
I(22)	2151(1)	3633(1)	5808(1)	37(1)
I(23)	2093(1)	2129(1)	5822(1)	35(1)
I(24)	2023(1)	619(1)	5791(1)	51(1)
I(25)	-374(1)	912(1)	5572(1)	51(1)
I(26)	6892(1)	2797(1)	4441(1)	24(1)
O(21)	6814(5)	3293(4)	5185(3)	31(2)
Te(21)	8087(1)	3504(1)	5536(1)	27(1)
F(211)	9140(4)	3239(3)	4988(3)	42(1)
F(212)	7743(5)	4525(3)	4963(3)	58(2)
F(213)	7160(5)	3767(4)	6132(3)	56(2)
F(214)	8580(6)	2499(3)	6143(3)	59(2)
F(215)	9365(5)	3704(4)	5885(3)	53(2)
O(22)	6705(6)	2436(4)	3704(3)	42(2)
Te(22)	7897(1)	2155(1)	3217(1)	52(1)
F(221)	7171(10)	2887(8)	2493(4)	187(6)
F(222)	8849(9)	2639(8)	3387(7)	208(8)
F(223)	8614(11)	1294(6)	3907(5)	177(6)
F(224)	7045(14)	1547(8)	3079(7)	212(8)
F(225)	9064(8)	1859(4)	2735(4)	99(3)
O(23)	7098(5)	1590(4)	5142(3)	38(2)
Te(23)	5927(1)	1057(1)	5457(1)	31(1)
F(231)	4729(5)	1802(3)	4865(3)	50(2)
F(232)	5509(6)	1504(4)	6038(3)	56(2)
F(233)	7000(5)	258(3)	6087(3)	66(2)
F(234)	6223(6)	538(4)	4922(4)	74(2)
F(235)	4780(5)	499(3)	5778(3)	59(2)
Te(24)	5764(1)	4686(1)	3268(1)	45(1)
O(24)	7017(5)	3857(3)	3774(3)	34(2)
F(241)	6341(10)	4657(5)	2514(4)	123(4)
F(242)	6636(7)	5369(4)	3253(4)	95(3)
F(243)	5092(7)	4785(5)	3979(4)	97(3)
F(244)	4794(8)	4061(4)	3252(5)	131(4)
F(245)	4589(7)	5519(4)	2747(4)	89(3)
I(31)	-1402(1)	5843(1)	1306(1)	42(1)
I(32)	-3792(1)	6203(1)	1005(1)	38(1)
I(33)	-3862(1)	4745(1)	882(1)	31(1)

I(34)	-3943(1)	3272(1)	803(1)	40(1)
I(35)	-6264(1)	3335(1)	1056(1)	37(1)
I(36)	1459(1)	3957(1)	2249(1)	25(1)
O(31)	1854(5)	4252(4)	2991(3)	32(2)
Te(31)	821(1)	4544(1)	3551(1)	36(1)
F(311)	202(11)	5472(5)	2947(5)	187(7)
F(312)	-380(7)	4198(7)	3337(5)	142(5)
F(313)	1313(10)	3599(5)	4198(4)	148(5)
F(314)	1971(8)	4868(8)	3823(6)	167(6)
F(315)	-154(6)	4836(4)	4114(3)	69(2)
O(32)	1448(6)	2875(3)	2907(3)	38(2)
Te(32)	2760(1)	2053(1)	3352(1)	46(1)
F(321)	3215(11)	1953(8)	2624(5)	206(8)
F(322)	3724(7)	2650(4)	3309(6)	165(6)
F(323)	2310(9)	2004(6)	4122(4)	125(4)
F(324)	1833(10)	1374(4)	3430(6)	167(6)
F(325)	4014(7)	1225(4)	3796(4)	86(3)
O(33)	1412(5)	3569(4)	1431(3)	35(2)
Te(33)	129(1)	3383(1)	1068(1)	32(1)
F(331)	979(6)	3268(4)	409(3)	65(2)
F(332)	-504(6)	4409(3)	561(3)	66(2)
F(333)	-844(5)	3489(4)	1703(3)	59(2)
F(334)	590(6)	2332(3)	1541(4)	78(2)
F(335)	-1148(5)	3178(4)	718(4)	68(2)
O(34)	1139(5)	5186(3)	1603(3)	31(2)
Te(34)	2273(1)	5750(1)	1265(1)	28(1)
F(341)	2172(5)	6169(3)	1878(3)	48(2)
F(342)	1134(5)	6579(3)	716(3)	43(2)
F(343)	2551(5)	5393(3)	606(3)	49(2)
F(344)	3541(4)	4957(3)	1769(3)	44(2)
F(345)	3411(5)	6311(3)	910(3)	53(2)

Liste 11 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}_5^+\text{I}(\text{OTeF}_5)_4^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(11)	28(1)	48(1)	54(1)	-32(1)	-2(1)	-5(1)
I(12)	32(1)	41(1)	50(1)	-24(1)	-4(1)	-11(1)
I(13)	24(1)	37(1)	33(1)	-10(1)	-1(1)	-10(1)
I(14)	29(1)	30(1)	56(1)	-8(1)	7(1)	-9(1)
I(15)	26(1)	45(1)	59(1)	-13(1)	5(1)	-6(1)
I(16)	22(1)	25(1)	25(1)	-8(1)	-1(1)	-7(1)
O(11)	27(3)	36(4)	31(4)	-15(3)	-2(3)	-1(3)
Te(11)	52(1)	37(1)	37(1)	-18(1)	-10(1)	-6(1)
F(111)	45(4)	96(5)	85(5)	-56(5)	-16(4)	-8(4)
F(112)	113(6)	79(5)	36(4)	-18(4)	2(4)	-32(5)
F(113)	79(5)	84(5)	123(7)	-75(6)	-23(5)	17(4)
F(114)	109(6)	74(5)	74(5)	-51(5)	-26(5)	-18(4)
F(115)	139(7)	68(5)	77(6)	-4(4)	-19(5)	-74(5)
Te(12)	22(1)	47(1)	51(1)	-29(1)	3(1)	-8(1)
O(12)	18(3)	45(4)	49(5)	-24(4)	-1(3)	-11(3)
F(121)	54(4)	200(9)	117(7)	-132(7)	33(4)	-45(5)
F(122)	69(5)	39(4)	163(9)	-23(5)	10(5)	1(4)

F(123)	34(3)	91(5)	57(4)	-40(4)	-2(3)	-19(3)
F(124)	76(5)	75(5)	53(5)	3(4)	12(4)	-26(4)
F(125)	32(3)	125(7)	148(8)	-106(6)	37(4)	-30(4)
O(13)	24(3)	32(4)	37(4)	-1(3)	-4(3)	-10(3)
Te(13)	19(1)	31(1)	25(1)	-9(1)	0(1)	-5(1)
F(131)	42(3)	60(4)	39(4)	-28(3)	-7(3)	-1(3)
F(132)	28(3)	48(3)	40(4)	-8(3)	4(3)	-14(3)
F(133)	39(3)	61(4)	61(4)	-41(4)	-5(3)	-6(3)
F(134)	31(3)	45(3)	50(4)	11(3)	3(3)	-6(3)
F(135)	22(3)	44(3)	54(4)	-19(3)	-4(3)	-3(2)
O(14)	39(4)	29(3)	30(4)	4(3)	0(3)	-3(3)
Te(14)	47(1)	23(1)	42(1)	-9(1)	10(1)	-8(1)
F(141)	37(4)	52(4)	123(7)	-8(4)	25(4)	-9(3)
F(142)	186(9)	79(5)	56(5)	-37(4)	44(5)	-68(6)
F(143)	51(4)	42(4)	110(7)	7(4)	-2(4)	6(3)
F(144)	107(6)	81(5)	82(6)	-48(5)	17(5)	-41(5)
F(145)	97(5)	33(3)	88(6)	-14(4)	44(5)	-27(4)
I(21)	26(1)	42(1)	43(1)	-22(1)	7(1)	-12(1)
I(22)	26(1)	40(1)	47(1)	-18(1)	11(1)	-9(1)
I(23)	21(1)	37(1)	38(1)	-6(1)	3(1)	-7(1)
I(24)	28(1)	34(1)	85(1)	-16(1)	1(1)	-4(1)
I(25)	31(1)	47(1)	74(1)	-21(1)	4(1)	-13(1)
I(26)	23(1)	25(1)	24(1)	-8(1)	1(1)	-5(1)
O(21)	21(3)	43(4)	36(4)	-21(3)	2(3)	-9(3)
Te(21)	21(1)	32(1)	29(1)	-12(1)	2(1)	-9(1)
F(211)	24(3)	63(4)	47(4)	-32(3)	12(3)	-9(3)
F(212)	54(4)	32(3)	73(5)	-5(3)	6(4)	-9(3)
F(213)	41(3)	98(5)	61(4)	-57(4)	21(3)	-31(3)
F(214)	61(4)	48(4)	46(4)	4(3)	-15(3)	-6(3)
F(215)	28(3)	84(5)	68(5)	-52(4)	-4(3)	-14(3)
O(22)	55(4)	38(4)	43(5)	-22(4)	4(4)	-18(3)
Te(22)	83(1)	38(1)	44(1)	-25(1)	22(1)	-18(1)
F(221)	157(10)	245(14)	53(6)	2(7)	44(6)	54(10)
F(222)	117(8)	340(17)	407(19)	-350(17)	182(11)	-161(10)
F(223)	178(11)	121(8)	128(9)	7(7)	76(8)	68(8)
F(224)	299(17)	227(14)	295(17)	-234(14)	183(15)	-189(13)
F(225)	145(8)	72(5)	101(7)	-56(5)	65(6)	-26(5)
O(23)	24(3)	38(4)	41(4)	-4(3)	0(3)	-9(3)
Te(23)	21(1)	27(1)	40(1)	-7(1)	-3(1)	-6(1)
F(231)	33(3)	51(4)	50(4)	-7(3)	-14(3)	-4(3)
F(232)	61(4)	74(5)	41(4)	-27(4)	10(3)	-22(4)
F(233)	32(3)	46(4)	86(5)	11(4)	-14(3)	-10(3)
F(234)	60(4)	78(5)	115(6)	-73(5)	20(4)	-12(4)
F(235)	34(3)	39(3)	86(5)	-1(3)	10(3)	-14(3)
Te(24)	67(1)	25(1)	36(1)	-8(1)	-13(1)	-4(1)
O(24)	33(3)	27(3)	36(4)	-4(3)	2(3)	-11(3)
F(241)	198(10)	103(7)	39(5)	-28(5)	5(6)	23(7)
F(242)	100(6)	36(4)	130(8)	-10(5)	-15(5)	-22(4)
F(243)	82(5)	106(6)	77(6)	-32(5)	6(5)	25(5)
F(244)	110(7)	44(4)	209(11)	-19(6)	-102(7)	-9(4)
F(245)	115(6)	39(4)	81(6)	-5(4)	-55(5)	14(4)
I(31)	32(1)	35(1)	54(1)	-12(1)	-5(1)	-11(1)
I(32)	29(1)	35(1)	49(1)	-17(1)	-5(1)	-3(1)
I(33)	24(1)	37(1)	33(1)	-14(1)	1(1)	-6(1)
I(34)	32(1)	40(1)	53(1)	-25(1)	8(1)	-6(1)
I(35)	35(1)	37(1)	44(1)	-20(1)	6(1)	-10(1)

I(36)	25(1)	24(1)	25(1)	-10(1)	1(1)	-4(1)
O(31)	32(3)	38(4)	34(4)	-22(3)	3(3)	-9(3)
Te(31)	43(1)	33(1)	38(1)	-20(1)	12(1)	-10(1)
F(311)	239(13)	86(7)	110(8)	25(6)	105(9)	93(7)
F(312)	86(6)	280(13)	204(11)	-211(11)	85(7)	-116(8)
F(313)	215(11)	93(7)	57(6)	7(5)	58(7)	50(7)
F(314)	97(7)	327(16)	252(13)	-268(13)	98(8)	-117(9)
F(315)	83(5)	77(5)	73(5)	-53(4)	47(4)	-31(4)
O(32)	45(4)	25(3)	36(4)	-5(3)	0(3)	-3(3)
Te(32)	62(1)	25(1)	42(1)	-10(1)	-14(1)	1(1)
F(321)	209(12)	228(13)	107(9)	-100(9)	-37(8)	161(11)
F(322)	54(5)	41(4)	324(16)	11(7)	-65(7)	-9(4)
F(323)	133(8)	156(9)	51(6)	-31(6)	-22(5)	20(7)
F(324)	182(10)	32(4)	243(13)	-10(6)	-135(10)	-17(5)
F(325)	99(6)	37(4)	92(6)	-12(4)	-45(5)	22(4)
O(33)	32(3)	52(4)	31(4)	-27(4)	7(3)	-12(3)
Te(33)	29(1)	35(1)	34(1)	-15(1)	0(1)	-8(1)
F(331)	60(4)	109(6)	65(5)	-68(5)	21(4)	-34(4)
F(332)	71(5)	43(4)	62(5)	-2(3)	-10(4)	-6(3)
F(333)	42(3)	87(5)	60(4)	-36(4)	22(3)	-23(3)
F(334)	74(5)	35(4)	111(7)	-13(4)	-15(5)	-15(3)
F(335)	37(3)	103(6)	90(6)	-63(5)	2(4)	-22(4)
O(34)	23(3)	24(3)	39(4)	-2(3)	1(3)	-8(3)
Te(34)	22(1)	26(1)	32(1)	-10(1)	3(1)	-5(1)
F(341)	43(3)	54(4)	58(4)	-35(3)	-1(3)	-9(3)
F(342)	32(3)	31(3)	55(4)	-8(3)	-7(3)	-2(2)
F(343)	52(4)	51(4)	41(4)	-18(3)	9(3)	-5(3)
F(344)	23(3)	38(3)	68(4)	-21(3)	-4(3)	-2(2)
F(345)	30(3)	44(3)	81(5)	-20(3)	20(3)	-13(3)

Liste 12 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $I_5^+I(OTeF_5)_4^-$.

I(11)-I(12)	267,65(9)	I(13)-I(14)	295,81(9)
I(12)-I(13)	286,30(9)	I(14)-I(15)	267,17(9)
I(21)-I(22)	267,41(9)	I(23)-I(24)	293,16(10)
I(22)-I(23)	287,70(10)	I(24)-I(25)	266,96(10)
I(31)-I(32)	267,59(9)	I(33)-I(34)	290,71(10)
I(32)-I(33)	291,90(10)	I(34)-I(35)	268,37(9)
I(16)-O(11)	202,2(6)	Te(12)-F(124)	182,4(7)
I(16)-O(14)	205,5(6)	Te(12)-F(125)	184,1(6)
I(16)-O(13)	215,6(6)	O(13)-Te(13)	185,6(6)
I(16)-O(12)	223,8(6)	Te(13)-F(133)	181,9(5)
O(11)-Te(11)	184,5(6)	Te(13)-F(135)	182,1(5)
Te(11)-F(111)	180,1(6)	Te(13)-F(134)	182,3(5)
Te(11)-F(112)	180,5(7)	Te(13)-F(131)	183,4(5)
Te(11)-F(113)	181,6(7)	Te(13)-F(132)	184,1(5)
Te(11)-F(115)	182,0(7)	O(14)-Te(14)	183,6(6)
Te(11)-F(114)	183,2(6)	Te(14)-F(142)	181,2(7)
Te(12)-F(122)	178,9(7)	Te(14)-F(145)	181,5(6)
Te(12)-F(123)	181,6(6)	Te(14)-F(143)	181,8(6)
Te(12)-F(121)	181,7(6)	Te(14)-F(141)	181,8(6)
Te(12)-O(12)	182,0(6)	Te(14)-F(144)	182,9(7)

I(26)-O(22)	203,2(6)	Te(22)-F(223)	179,1(10)
I(26)-O(24)	203,6(6)	Te(22)-F(225)	182,9(7)
I(26)-O(21)	219,0(6)	O(23)-Te(23)	182,9(6)
I(26)-O(23)	219,2(6)	Te(23)-F(234)	180,4(6)
O(21)-Te(21)	183,9(6)	Te(23)-F(232)	181,1(6)
Te(21)-F(212)	182,9(6)	Te(23)-F(233)	182,9(6)
Te(21)-F(215)	183,0(5)	Te(23)-F(231)	182,9(5)
Te(21)-F(211)	183,4(5)	Te(23)-F(235)	183,5(5)
Te(21)-F(214)	183,5(6)	Te(24)-F(242)	179,7(7)
Te(21)-F(213)	183,6(5)	Te(24)-F(244)	180,5(7)
O(22)-Te(22)	184,4(7)	Te(24)-F(243)	180,6(8)
Te(22)-F(222)	169,9(8)	Te(24)-F(241)	180,9(8)
Te(22)-F(221)	173,5(10)	Te(24)-F(245)	182,5(6)
Te(22)-F(224)	177,7(10)	Te(24)-O(24)	186,2(6)
I(36)-O(31)	201,8(6)	Te(32)-F(324)	180,5(9)
I(36)-O(32)	202,7(6)	Te(32)-F(325)	182,7(6)
I(36)-O(34)	218,0(6)	O(33)-Te(33)	183,7(6)
I(36)-O(33)	221,1(6)	Te(33)-F(331)	180,5(6)
O(31)-Te(31)	186,0(6)	Te(33)-F(332)	182,4(6)
Te(31)-F(311)	175,6(8)	Te(33)-F(334)	182,7(6)
Te(31)-F(314)	176,6(8)	Te(33)-F(333)	183,0(6)
Te(31)-F(312)	178,2(7)	Te(33)-F(335)	183,5(6)
Te(31)-F(313)	179,2(8)	O(34)-Te(34)	183,7(6)
Te(31)-F(315)	182,9(6)	Te(34)-F(341)	181,7(5)
O(32)-Te(32)	186,3(6)	Te(34)-F(342)	181,9(5)
Te(32)-F(322)	172,8(8)	Te(34)-F(343)	183,4(6)
Te(32)-F(323)	175,5(8)	Te(34)-F(344)	184,2(5)
Te(32)-F(321)	176,0(9)	Te(34)-F(345)	184,4(5)
I(11)-I(12)-I(13)	96,56(3)	I(15)-I(14)-I(13)	97,35(3)
I(12)-I(13)-I(14)	177,72(3)		
I(21)-I(22)-I(23)	96,25(3)	I(25)-I(24)-I(23)	96,46(3)
I(22)-I(23)-I(24)	178,17(3)		
I(31)-I(32)-I(33)	95,79(3)	I(35)-I(34)-I(33)	96,15(3)
I(34)-I(33)-I(32)	178,21(3)		
O(11)-I(16)-O(14)	90,3(3)	F(113)-Te(11)-O(11)	91,0(3)
O(11)-I(16)-O(13)	89,3(2)	F(115)-Te(11)-O(11)	93,6(3)
O(14)-I(16)-O(13)	170,3(2)	F(114)-Te(11)-O(11)	178,6(3)
O(11)-I(16)-O(12)	168,9(2)	F(122)-Te(12)-F(123)	91,8(4)
O(14)-I(16)-O(12)	88,8(2)	F(122)-Te(12)-F(121)	90,0(4)
O(13)-I(16)-O(12)	93,5(2)	F(123)-Te(12)-F(121)	173,4(3)
Te(11)-O(11)-I(16)	129,5(3)	F(122)-Te(12)-O(12)	93,3(3)
F(111)-Te(11)-F(112)	91,3(4)	F(123)-Te(12)-O(12)	94,3(3)
F(111)-Te(11)-F(113)	176,4(3)	F(121)-Te(12)-O(12)	91,9(3)
F(112)-Te(11)-F(113)	89,1(4)	F(122)-Te(12)-F(124)	172,2(3)
F(111)-Te(11)-F(115)	89,0(4)	F(123)-Te(12)-F(124)	88,9(3)
F(112)-Te(11)-F(115)	174,4(3)	F(121)-Te(12)-F(124)	88,5(4)
F(113)-Te(11)-F(115)	90,3(4)	O(12)-Te(12)-F(124)	94,3(3)
F(111)-Te(11)-F(114)	88,3(3)	F(122)-Te(12)-F(125)	87,2(4)
F(112)-Te(11)-F(114)	86,9(3)	F(123)-Te(12)-F(125)	86,5(3)
F(113)-Te(11)-F(114)	88,2(3)	F(121)-Te(12)-F(125)	87,2(3)
F(115)-Te(11)-F(114)	87,5(3)	O(12)-Te(12)-F(125)	178,9(3)
F(111)-Te(11)-O(11)	92,5(3)	F(124)-Te(12)-F(125)	85,1(3)
F(112)-Te(11)-O(11)	92,0(3)	Te(12)-O(12)-I(16)	128,4(3)

Te(13)-O(13)-I(16)	126,5(3)	Te(14)-O(14)-I(16)	129,2(3)
F(133)-Te(13)-F(135)	87,7(2)	F(142)-Te(14)-F(145)	87,2(3)
F(133)-Te(13)-F(134)	90,8(3)	F(142)-Te(14)-F(143)	90,8(4)
F(135)-Te(13)-F(134)	87,7(2)	F(145)-Te(14)-F(143)	88,4(3)
F(133)-Te(13)-F(131)	174,1(2)	F(142)-Te(14)-F(141)	91,7(4)
F(135)-Te(13)-F(131)	86,5(2)	F(145)-Te(14)-F(141)	87,8(3)
F(134)-Te(13)-F(131)	89,7(3)	F(143)-Te(14)-F(141)	175,3(3)
F(133)-Te(13)-F(132)	90,5(3)	F(142)-Te(14)-F(144)	174,9(3)
F(135)-Te(13)-F(132)	87,4(2)	F(145)-Te(14)-F(144)	87,7(3)
F(134)-Te(13)-F(132)	174,8(2)	F(143)-Te(14)-F(144)	88,6(4)
F(131)-Te(13)-F(132)	88,4(3)	F(141)-Te(14)-F(144)	88,6(4)
F(133)-Te(13)-O(13)	92,8(3)	F(142)-Te(14)-O(14)	92,3(3)
F(135)-Te(13)-O(13)	178,7(3)	F(145)-Te(14)-O(14)	177,9(3)
F(134)-Te(13)-O(13)	91,1(2)	F(143)-Te(14)-O(14)	89,6(3)
F(131)-Te(13)-O(13)	93,0(3)	F(141)-Te(14)-O(14)	94,2(3)
F(132)-Te(13)-O(13)	93,8(2)	F(144)-Te(14)-O(14)	92,8(3)
O(22)-I(26)-O(24)	89,9(3)	F(224)-Te(22)-O(22)	89,2(4)
O(22)-I(26)-O(21)	171,3(2)	F(223)-Te(22)-O(22)	92,2(4)
O(24)-I(26)-O(21)	87,5(2)	F(225)-Te(22)-O(22)	178,7(3)
O(22)-I(26)-O(23)	88,8(3)	Te(23)-O(23)-I(26)	128,8(3)
O(24)-I(26)-O(23)	169,8(2)	F(234)-Te(23)-F(232)	173,2(3)
O(21)-I(26)-O(23)	95,2(2)	F(234)-Te(23)-F(233)	89,3(3)
Te(21)-O(21)-I(26)	126,4(3)	F(232)-Te(23)-F(233)	89,7(3)
F(212)-Te(21)-F(215)	87,2(3)	F(234)-Te(23)-F(231)	90,9(3)
F(212)-Te(21)-F(211)	90,3(3)	F(232)-Te(23)-F(231)	89,4(3)
F(215)-Te(21)-F(211)	86,4(2)	F(233)-Te(23)-F(231)	173,9(3)
F(212)-Te(21)-F(214)	173,8(3)	F(234)-Te(23)-O(23)	92,7(3)
F(215)-Te(21)-F(214)	86,6(3)	F(232)-Te(23)-O(23)	94,1(3)
F(211)-Te(21)-F(214)	88,7(3)	F(233)-Te(23)-O(23)	92,1(3)
F(212)-Te(21)-F(213)	90,7(3)	F(231)-Te(23)-O(23)	94,0(3)
F(215)-Te(21)-F(213)	88,3(2)	F(234)-Te(23)-F(235)	86,4(3)
F(211)-Te(21)-F(213)	174,5(2)	F(232)-Te(23)-F(235)	86,8(3)
F(214)-Te(21)-F(213)	89,8(3)	F(233)-Te(23)-F(235)	86,8(3)
F(212)-Te(21)-O(21)	93,2(3)	F(231)-Te(23)-F(235)	87,2(3)
F(215)-Te(21)-O(21)	179,4(3)	O(23)-Te(23)-F(235)	178,6(3)
F(211)-Te(21)-O(21)	93,2(2)	F(242)-Te(24)-F(244)	175,7(3)
F(214)-Te(21)-O(21)	93,0(3)	F(242)-Te(24)-F(243)	89,0(4)
F(213)-Te(21)-O(21)	92,2(3)	F(244)-Te(24)-F(243)	90,3(5)
Te(22)-O(22)-I(26)	127,4(4)	F(242)-Te(24)-F(241)	90,6(5)
F(222)-Te(22)-F(221)	98,2(8)	F(244)-Te(24)-F(241)	89,7(5)
F(222)-Te(22)-F(224)	173,1(7)	F(243)-Te(24)-F(241)	175,2(4)
F(221)-Te(22)-F(224)	87,4(7)	F(242)-Te(24)-F(245)	87,4(3)
F(222)-Te(22)-F(223)	89,4(7)	F(244)-Te(24)-F(245)	88,3(3)
F(221)-Te(22)-F(223)	170,9(7)	F(243)-Te(24)-F(245)	89,2(4)
F(224)-Te(22)-F(223)	84,7(7)	F(241)-Te(24)-F(245)	86,1(4)
F(222)-Te(22)-F(225)	86,7(4)	F(242)-Te(24)-O(24)	90,6(3)
F(221)-Te(22)-F(225)	88,0(4)	F(244)-Te(24)-O(24)	93,7(3)
F(224)-Te(22)-F(225)	89,5(4)	F(243)-Te(24)-O(24)	92,7(3)
F(223)-Te(22)-F(225)	87,5(4)	F(241)-Te(24)-O(24)	92,0(3)
F(222)-Te(22)-O(22)	94,6(3)	F(245)-Te(24)-O(24)	177,2(3)
F(221)-Te(22)-O(22)	92,2(4)	Te(24)-O(24)-I(26)	127,8(3)
O(31)-I(36)-O(32)	89,3(3)	O(32)-I(36)-O(33)	90,9(3)
O(31)-I(36)-O(34)	88,0(2)	O(34)-I(36)-O(33)	93,7(2)
O(32)-I(36)-O(34)	169,2(2)	Te(31)-O(31)-I(36)	128,8(3)
O(31)-I(36)-O(33)	168,8(2)	F(311)-Te(31)-F(314)	92,6(7)

F(311)-Te(31)-F(312)	89,5(7)	F(331)-Te(33)-F(332)	90,6(3)
F(314)-Te(31)-F(312)	175,7(4)	F(331)-Te(33)-F(334)	90,1(3)
F(311)-Te(31)-F(313)	174,5(5)	F(332)-Te(33)-F(334)	172,8(3)
F(314)-Te(31)-F(313)	90,5(6)	F(331)-Te(33)-F(333)	175,2(3)
F(312)-Te(31)-F(313)	87,2(6)	F(332)-Te(33)-F(333)	88,8(3)
F(311)-Te(31)-F(315)	87,5(3)	F(334)-Te(33)-F(333)	90,0(3)
F(314)-Te(31)-F(315)	88,4(3)	F(331)-Te(33)-F(335)	88,3(3)
F(312)-Te(31)-F(315)	87,8(3)	F(332)-Te(33)-F(335)	86,8(3)
F(313)-Te(31)-F(315)	88,0(3)	F(334)-Te(33)-F(335)	86,0(3)
F(311)-Te(31)-O(31)	92,9(3)	F(333)-Te(33)-F(335)	86,8(3)
F(314)-Te(31)-O(31)	89,7(3)	F(331)-Te(33)-O(33)	92,0(3)
F(312)-Te(31)-O(31)	94,0(3)	F(332)-Te(33)-O(33)	94,3(3)
F(313)-Te(31)-O(31)	91,7(3)	F(334)-Te(33)-O(33)	92,9(3)
F(315)-Te(31)-O(31)	178,1(3)	F(333)-Te(33)-O(33)	92,9(3)
Te(32)-O(32)-I(36)	128,5(3)	F(335)-Te(33)-O(33)	178,9(3)
F(322)-Te(32)-F(323)	94,1(6)	Te(34)-O(34)-I(36)	127,6(3)
F(322)-Te(32)-F(321)	92,3(7)	F(341)-Te(34)-F(342)	91,2(3)
F(323)-Te(32)-F(321)	171,5(6)	F(341)-Te(34)-F(343)	172,0(3)
F(322)-Te(32)-F(324)	176,2(4)	F(342)-Te(34)-F(343)	89,4(3)
F(323)-Te(32)-F(324)	85,3(6)	F(341)-Te(34)-O(34)	94,1(3)
F(321)-Te(32)-F(324)	87,9(7)	F(342)-Te(34)-O(34)	92,2(2)
F(322)-Te(32)-F(325)	87,5(3)	F(343)-Te(34)-O(34)	93,9(3)
F(323)-Te(32)-F(325)	86,6(4)	F(341)-Te(34)-F(344)	89,9(3)
F(321)-Te(32)-F(325)	88,2(4)	F(342)-Te(34)-F(344)	174,2(3)
F(324)-Te(32)-F(325)	88,6(4)	F(343)-Te(34)-F(344)	88,7(3)
F(322)-Te(32)-O(32)	94,3(3)	O(34)-Te(34)-F(344)	93,4(2)
F(323)-Te(32)-O(32)	92,9(4)	F(341)-Te(34)-F(345)	87,1(3)
F(321)-Te(32)-O(32)	92,2(3)	F(342)-Te(34)-F(345)	87,6(2)
F(324)-Te(32)-O(32)	89,5(3)	F(343)-Te(34)-F(345)	84,9(3)
F(325)-Te(32)-O(32)	178,1(3)	O(34)-Te(34)-F(345)	178,8(3)
Te(33)-O(33)-I(36)	128,7(3)	F(344)-Te(34)-F(345)	86,8(2)

6.3 Iodtrifluorid, IF₃

6.3.1 Synthese und spektroskopische Daten

a) Nach der von Schmeißer et al. beschriebenen Methode direkt aus den Elementen [34]:

In einem 100 ml Dreihalskolben mit Einleitungsrohr, KPG-Rührer und Gasableitung über eine auf -78 °C gekühlte Schutzfalle werden 7 g frisch sublimiertes und fein gemörstertes Iod in 80 ml Frigen 11 unter intensivem Rühren bei -45 °C suspendiert. Zu dieser violetten Suspension wird vorgekühltes, mit Argon im Verhältnis 1:7 verdünntes Fluor solange eingeleitet, bis ein gelber Feststoff entsteht und die Lösung farblos ist. Dann wird das in F11 gelöste überschüssige Fluor durch Argon verdrängt und das in F11 nicht lösliche IF₃ durch Trennen der F11-Lösung mittels eines Teflonschlauches isoliert. Der gelbe Feststoff wird zweimal mit auf -40 °C vorgekühltem F11 gewaschen, um letzte Reste nicht umgesetzten Iods zu entfernen, und anschließend bei -40 °C im Vakuum getrocknet. IF₃ ist ein zitronengelber Feststoff,

der äußerst hydrolyseempfindlich ist und sich bei ca. -28 °C zersetzt.

Kristallisationsversuche: In ein mit IF_3 bestücktes PFA-Rohr wird an einer Metallvakuumapparatur wasserfreie HF kondensiert und durch Öffnen der Apparatur bei -50 °C solange Zutritt für eine kleine Menge Wasser geschaffen, bis sich das IF_3 unter Umschütteln fast gelöst hat und die HF-Lösung eine gelbbraune Farbe angenommen hat. Erwärmen auf -30 °C und langsames Abkühlen auf -78 °C liefert IF_3 in Form zartgelber Plättchen, die für die Röntgenstrukturanalyse geeignet sind.

Ausbeute: nahezu quantitativ bezogen auf Iod.

b) Neue Methode:

In einem Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) mit Rührkern 150 mg (0,5 mmol) Me_4NIF_4 gefüllt. Hierzu werden bei Stickstofftemperatur an einer Metallvakuumapparatur 5 ml aHF kondensiert. Die Reaktionsmischung wird unter Rühren zunächst auf -78 °C , dann kurzfristig auf -40 °C erwärmt und wieder auf -78 °C gebracht. Es entsteht IF_3 in Form zartgelber Kristalle.

Raman (krist., -130 °C):

$\bar{\nu}$ [cm^{-1}] = 211(m), 328(vw), 427(vw), 487(s), 620(s), 631(w), siehe auch Literatur [33]

6.3.2 Kristall- und Strukturdaten für IF_3

Liste 13 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	IF_3	
Molmasse [g / mol]	183,89	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	Pcmn	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 465,00(10)	$\alpha = 90$
	b = 665,50(10)	$\beta = 90$
	c = 875,50(10)	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm^3]	0,27093(8)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,4 x 0,2 x 0,05	
Farbe und Kristallform	zitronengelbe Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,069	
Messtemperatur [K]	138(2)	
Messbereich [°]	$4,66 < \theta < 31,50$	
Indexbereich	$-6 \leq h \leq 6, -9 \leq k \leq 9, -12 \leq l \leq 12$	
F(000)	320	
Dichte (berechnet) [g/cm^3]	4,509	

Absorptionskoeffizient [mm^{-1}]	11,641
Gemessene Reflexe	2975
Unabhängige Reflexe	465 [$R(\text{int}) = 0,0826$]
Vollständigkeit zu $\theta = 31,50^\circ$	96,1 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F^2
Reflexe / restraints / Parameter	465 / 0 / 23
Goodness-of-fit gegen F^2	1,014
R mit [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0,0307$, $wR2 = 0,0626$
R (alle Daten)	$R1 = 0,0461$, $wR2 = 0,0657$
Extinktionskoeffizient	0,0056(12)
Restelektronendichte max./min [$e/\text{\AA}^{-3}$]	1,627 / -1,472

Liste 14 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für IF_3 . $U(\text{eq})$ ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
I(1)	199(1)	2500	6848(1)	10(1)
F(1)	847(7)	5436(4)	6669(3)	16(1)
F(2)	3528(8)	2500	5645(5)	16(1)

Liste 15 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für IF_3 . Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form : $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	10(1)	9(1)	11(1)	0	0(1)	0
F(1)	17(1)	13(2)	20(2)	1(1)	0(1)	0(1)
F(2)	10(2)	23(2)	15(2)	0	5(2)	0

Liste 16 Bindungslängen [pm] und -winkel [$^\circ$] für IF_3 .

I(1)-F(2)	187,2(4)	I(1)-F(1)#2	276,9(3)
I(1)-F(1)	198,3(3)	I(1)-F(1)#3	276,9(3)
I(1)-F(1)#1	198,3(3)		
F(2)-I(1)-F(1)	80,20(9)	F(1)#2-I(1)-I(1)#4	131,85(7)
F(2)-I(1)-F(1)#1	80,20(9)	F(1)#3-I(1)-I(1)#4	83,36(7)
F(1)-I(1)-F(1)#1	160,26(18)	F(2)-I(1)-I(1)#2	127,461(18)
F(2)-I(1)-F(1)#2	150,23(6)	F(1)-I(1)-I(1)#2	151,97(9)
F(1)-I(1)-F(1)#2	129,56(13)	F(1)#1-I(1)-I(1)#2	47,77(9)
F(1)#1-I(1)-F(1)#2	70,09(9)	F(1)#2-I(1)-I(1)#2	22,88(6)
F(2)-I(1)-F(1)#3	150,23(6)	F(1)#3-I(1)-I(1)#2	82,04(6)
F(1)-I(1)-F(1)#3	70,09(9)	I(1)#4-I(1)-I(1)#2	148,57(2)
F(1)#1-I(1)-F(1)#3	129,56(13)	F(2)-I(1)-I(1)#5	127,461(18)
F(1)#2-I(1)-F(1)#3	59,48(13)	F(1)-I(1)-I(1)#5	47,77(9)
F(2)-I(1)-I(1)#4	72,33(8)	F(1)#1-I(1)-I(1)#5	151,97(9)
F(1)-I(1)-I(1)#4	32,87(9)	F(1)#2-I(1)-I(1)#5	82,04(6)
F(1)#1-I(1)-I(1)#4	135,64(9)	F(1)#3-I(1)-I(1)#5	22,88(6)

I(1)#4-I(1)-I(1)#5	66,919(14)	F(1)#3-I(1)-I(1)#6	131,85(7)
I(1)#2-I(1)-I(1)#5	104,199(15)	I(1)#4-I(1)-I(1)#6	104,199(15)
F(2)-I(1)-I(1)#6	72,33(8)	I(1)#2-I(1)-I(1)#6	66,919(14)
F(1)-I(1)-I(1)#6	135,64(9)	I(1)#5-I(1)-I(1)#6	148,57(2)
F(1)#1-I(1)-I(1)#6	32,87(9)	I(1)-F(1)-I(1)#4	124,25(13)
F(1)#2-I(1)-I(1)#6	83,36(6)		

Verwendete Symmetrietransformation für Generierung äquivalenter Atome:

#1 $x, -y+1/2, z$ #2 $x-1/2, y-1/2, -z+3/2$ #3 $x-1/2, -y+1, -z+3/2$ #4 $x+1/2, y+1/2, -z+3/2$
 #5 $x-1/2, y+1/2, -z+3/2$ #6 $x+1/2, y-1/2, -z+3/2$

6.4 Difluoriodonium-hexafluoroantimonat, $\text{IF}_2^+\text{SbF}_6^-$

6.4.1 Synthese und spektroskopische Daten

Auf ca. 80 mg (0,4 mmol) IF_3 werden in einem PFA-Reaktionsrohr (6,5 mm Innendurchmesser) bei -196 °C 200 mg (0,9 mmol) SbF_5 und 2 ml aHF kondensiert. Die Reaktionsmischung wird unter Schütteln zunächst auf -78 °C und dann auf -50 °C erwärmt, bis sich IF_3 komplett umgesetzt hat. Anschließend werden bei -78 °C alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum abgepumpt. Zurück bleibt ein farbloser, hydrolyseempfindlicher Feststoff, der sich langsam oberhalb von $+10\text{ °C}$ zersetzt. Die Kristallisation erfolgt in PFA-Röhrchen (6,5 mm Innendurchmesser) in aHF durch langsames Abkühlen von 0 °C auf -78 °C . Es kristallisieren zartgelbe Plättchen aus.

Raman (krist., -80 °C):

$\bar{\nu}$ [cm^{-1}] = 82,77(vs); 119,41(m); 179,20(s); 187,87(m); 237,05(vs); 260,20(w);
 270,80(m); 282,38(m); 486,81(w); 521,52(w); 550,45(m); 636,27(m);
 659,42(m); 667,13(s); 694,13(w)

6.4.2 Kristall- und Strukturdaten von $\text{IF}_2^+\text{SbF}_6^-$

Liste 17 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$\text{F}_8 \text{I Sb}$	
Molmasse [g / mol]	400,65	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	$\text{Pca}2_1$	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 982,6(2)$	$\alpha = 90$
	$b = 668,00(13)$	$\beta = 90$
	$c = 993,4(2)$	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm^3]	0,6521(2)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,4 x 0,4 x 0,1	
Farbe und Kristallform	zartgelbe Plättchen	

Wellenlänge [pm]	71,073
Messtemperatur [K]	170(2)
Messbereich [°]	3,05 < θ < 30,53
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 14, -9 ≤ k ≤ 9, -13 ≤ l ≤ 14
F(000)	704
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	4,081
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	9,056
Gemessene Reflexe	7478
Unabhängige Reflexe	1929 [R(int) = 0,0320]
Vollständigkeit zu $\theta = 30,53^\circ$	99,9 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²
Reflexe / restraints / Parameter	1929 / 1 / 93
Goodness-of-fit gegen F ²	1,040
R mit [I > 2 σ (I)]	R1 = 0,0224, wR2 = 0,0539
R (alle Daten)	R1 = 0,0293, wR2 = 0,0566
Extinktionskoeffizient	0,0049(3)
Absoluter Strukturparameter (Flack)	0,48(6)
Restelektronendichte max./min [e/Å ⁻³]	1,120 / -0,959

Liste 18 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{IF}_2^+\text{SbF}_6^-$. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten Uij Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Sb	491(1)	1094(1)	1423(1)	15(1)
I	-2499(1)	3648(1)	-1079(1)	17(1)
F(1)	-3585(8)	5562(13)	-1828(8)	44(2)
F(2)	-1430(8)	5745(13)	-410(8)	37(2)
F(3)	1070(3)	3754(4)	1461(11)	25(1)
F(4)	-180(4)	-1482(5)	1537(14)	33(2)
F(5)	-1048(5)	1847(8)	410(5)	37(1)
F(6)	-594(4)	1811(7)	3002(5)	25(1)
F(8)	1695(11)	388(14)	2761(7)	58(3)
F(7)	1695(10)	498(16)	64(9)	72(4)

Liste 19 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{IF}_2^+\text{SbF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Sb	13(1)	13(1)	18(1)	2(1)	0(1)	0(1)
I	16(1)	15(1)	19(1)	1(1)	-2(1)	-1(1)
F(1)	37(4)	15(3)	82(6)	-5(3)	-35(4)	11(3)
F(2)	45(4)	20(3)	45(4)	-11(3)	-6(3)	-3(3)
F(3)	29(1)	15(1)	30(2)	7(3)	4(4)	-5(1)
F(4)	35(2)	16(1)	49(5)	5(3)	4(4)	-7(1)
F(5)	32(2)	39(2)	40(3)	3(2)	-20(2)	2(2)
F(6)	24(2)	25(2)	27(2)	-2(2)	10(2)	1(2)
F(8)	114(8)	27(5)	33(4)	10(3)	-51(4)	9(5)
F(7)	91(7)	28(5)	98(8)	-9(4)	70(6)	-20(5)

Liste 20 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{IF}_2^+\text{SbF}_6^-$.

Sb-F(7)	183.9(8)	Sb-F(3)	186.6(3)
Sb-F(8)	184.1(6)	Sb-F(5)	188.5(4)
Sb-F(4)	184.6(3)	Sb-F(6)	195.7(4)
I-F(1)	182.4(8)	I-F(6)#1	241.9(4)
I-F(2)	187.3(8)	F(6)-I#2	241.9(4)
I-F(5)	238.0(5)		
F(7)-Sb-F(8)	93.5(3)	F(4)-Sb-F(5)	89.7(3)
F(7)-Sb-F(4)	94.2(5)	F(3)-Sb-F(5)	90.0(3)
F(8)-Sb-F(4)	87.0(5)	F(7)-Sb-F(6)	173.0(4)
F(7)-Sb-F(3)	91.4(4)	F(8)-Sb-F(6)	80.4(3)
F(8)-Sb-F(3)	91.9(4)	F(4)-Sb-F(6)	89.1(4)
F(4)-Sb-F(3)	174.3(4)	F(3)-Sb-F(6)	85.2(3)
F(7)-Sb-F(5)	100.5(4)	F(5)-Sb-F(6)	85.7(2)
F(8)-Sb-F(5)	165.8(4)		
F(1)-I-F(2)	87.05(19)	F(2)-I-F(6)#1	161.4(3)
F(1)-I-F(5)	163.3(3)	F(5)-I-F(6)#1	116.22(14)
F(2)-I-F(5)	79.7(3)	Sb-F(5)-I	161.3(3)
F(1)-I-F(6)#1	75.4(3)	Sb-F(6)-I#2	148.1(2)

Verwendete Symmetrietransformation für Generierung äquivalenter Atome:

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

6.5 Iod-tris-pentafluororthotellurat, $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3$

6.5.1 Synthese und spektroskopische Daten

In einem Quarzgefäß werden auf 635 mg (2,5 mmol) Iod bei $-196\text{ }^\circ\text{C}$ 20 ml F11, 1,65 g (7,5 mmol) IF_5 und 9,13 g (12,5 mmol) $\text{B}(\text{OTeF}_5)_3$ im dynamischen Vakuum kondensiert. Das Reaktionsgemisch wird auf Raumtemperatur erwärmt und 2 h bei dieser Temperatur gerührt. Das dabei entstehende BF_3 wird gelegentlich abgepumpt. Nach beendeter Reaktion werden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Es bleibt eine orangerote Flüssigkeit zurück, die langsam kristallisiert. Die Ausbeute ist fast quantitativ. $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3$ ist sehr hydrolyseempfindlich und reagiert langsam mit F11 unter Fluor-Chlor-Austausch.

Aus Perfluorhexan können durch langsames Abkühlen auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ zartgelbe, plättchenförmige Kristalle erhalten werden, während aus $\text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$ solvathaltige gelbe Plättchen der Zusammensetzung $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3 \cdot \text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$ gezüchtet werden können.

^{19}F -NMR ($n\text{-C}_6\text{F}_{14}$): AB_4 -Muster für die OTeF_5 -Gruppen:

$$\delta [\text{ppm}] = -48,21 (\text{A-Teil}), -45,55 (\text{B-Teil}), J(\text{AB}) = 175 \text{ Hz}, J(^{125}\text{Te-F}) = 3699 \text{ Hz}$$

Raman (krist., 20 °C):

$\bar{\nu}$ [cm⁻¹]: 82,77(s); 129,05(vs); 161,84(w); 174,37(m); 234,16(s); 251,52(m); 296,84(w);
308,41(w); 322,88(m); 340,23(w); 388,45(w); 445,34(m); 462,70(m); 482,95(m);
596,74(w); 635,31(w); 663,27(s); 689,31(m); 700,88(m); 715,34(m); 730,7(w);
747,17(w); 758,74(w); 805,99(w)

6.5.2 Kristall- und Strukturdaten für I(OTeF₅)₃

Liste 21 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	F ₁₅ I O ₃ Te ₃	
Molmasse [g / mol]	842,70	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /c	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 1447,82(12)	α = 90
	b = 973,41(8)	β = 91,423(2)
	c = 1027,36(8)	γ = 90
Zellvolumen [nm ³]	1,4474(2)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,4 x 0,3 x 0,01	
Farbe und Kristallform	gelbe Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	145(2)	
Messbereich [°]	1,41 < θ < 31,46	
Indexbereich	-21 ≤ h ≤ 21, -13 ≤ k ≤ 14, -13 ≤ l ≤ 14	
F(000)	1472	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	3,867	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	8,313	
Gemessene Reflexe	14499	
Unabhängige Reflexe	4485 [R(int) = 0,1226]	
Vollständigkeit zu θ = 31,46°	93,3 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	4485 / 0 / 200	
Goodness-of-fit gegen F ²	0,953	
R mit [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0499, wR2 = 0,1192	
R (alle Daten)	R1 = 0,0742, wR2 = 0,1276	
Extinktionskoeffizient	0,00141(19)	
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	2,762 / -2,310	

Liste 22 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3$. $U(\text{eq})$ ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I	3084(1)	-252(1)	9717(1)	21(1)
Te(1)	4457(1)	2227(1)	8128(1)	22(1)
Te(2)	1137(1)	1412(1)	8737(1)	24(1)
Te(3)	2088(1)	-3435(1)	8973(1)	25(1)
O(1)	3750(4)	1624(6)	9477(5)	28(1)
F(11)	5189(4)	2844(5)	6827(5)	36(1)
F(12)	3557(4)	3371(5)	7496(5)	40(1)
F(13)	4947(4)	3580(6)	9147(5)	47(2)
F(14)	4053(4)	872(5)	7020(5)	36(1)
F(15)	5434(3)	1116(6)	8628(5)	43(1)
O(2)	2211(4)	354(5)	8381(5)	22(1)
F(21)	434(3)	180(5)	7846(5)	34(1)
F(22)	956(3)	476(5)	10257(4)	33(1)
F(23)	1840(4)	2658(5)	9648(5)	38(1)
F(24)	1319(4)	2342(5)	7235(5)	41(1)
F(25)	120(4)	2440(6)	9043(6)	47(2)
O(3)	2250(4)	-1895(6)	10020(5)	30(1)
F(31)	1419(5)	-4266(6)	10209(6)	55(2)
F(32)	2769(4)	-2686(6)	7665(5)	48(2)
F(33)	1037(4)	-2727(6)	8239(7)	53(2)
F(34)	1906(4)	-4923(5)	7918(6)	45(1)
F(35)	3127(4)	-4268(7)	9606(6)	61(2)

Liste 23 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I	23(1)	21(1)	19(1)	0(1)	-5(1)	-2(1)
Te(1)	22(1)	22(1)	21(1)	3(1)	-4(1)	-1(1)
Te(2)	27(1)	25(1)	21(1)	1(1)	-3(1)	4(1)
Te(3)	29(1)	20(1)	26(1)	-1(1)	-4(1)	-1(1)
O(1)	32(3)	33(3)	19(3)	-7(2)	-2(2)	-10(2)
F(11)	38(3)	44(3)	27(3)	11(2)	0(2)	-5(2)
F(12)	43(3)	39(3)	37(3)	5(2)	1(2)	20(2)
F(13)	66(4)	37(3)	37(3)	-3(2)	2(3)	-32(3)
F(14)	42(3)	37(3)	30(3)	-8(2)	-1(2)	-5(2)
F(15)	30(3)	52(3)	46(3)	19(3)	-6(2)	15(3)
O(2)	20(2)	29(3)	16(2)	-1(2)	-4(2)	-2(2)
F(21)	22(2)	42(3)	39(3)	-6(2)	-13(2)	-1(2)
F(22)	31(3)	43(3)	24(2)	6(2)	3(2)	-2(2)
F(23)	45(3)	33(3)	35(3)	-9(2)	-1(2)	-2(2)
F(24)	63(4)	29(3)	30(3)	9(2)	-4(2)	5(3)
F(25)	42(3)	57(4)	41(3)	-5(3)	-2(3)	24(3)
O(3)	46(4)	21(3)	21(3)	0(2)	1(2)	-1(3)
F(31)	80(5)	29(3)	57(4)	-5(3)	31(3)	-16(3)
F(32)	62(4)	61(4)	23(3)	-12(2)	6(3)	-27(3)

F(33)	42(3)	37(3)	78(4)	-11(3)	-27(3)	11(3)
F(34)	61(4)	28(3)	45(3)	-13(2)	-3(3)	-2(3)
F(35)	53(4)	65(4)	61(4)	-14(3)	-27(3)	29(3)

Liste 24 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für I(O₂TeF₅)₃.

I-O(2)	193,5(5)	Te(2)-F(24)	181,5(5)
I-O(3)	203,3(6)	Te(2)-F(23)	182,7(5)
I-O(1)	208,3(5)	Te(2)-F(22)	183,1(5)
Te(1)-F(13)	181,5(5)	Te(2)-O(2)	190,8(5)
Te(1)-F(12)	182,1(5)	Te(3)-F(31)	180,7(5)
Te(1)-F(11)	182,8(5)	Te(3)-F(35)	181,4(6)
Te(1)-F(14)	182,9(5)	Te(3)-F(33)	181,8(6)
Te(1)-O(1)	183,9(6)	Te(3)-F(34)	182,4(5)
Te(1)-F(15)	184,4(5)	Te(3)-F(32)	183,7(5)
Te(2)-F(21)	180,7(5)	Te(3)-O(3)	185,6(6)
Te(2)-F(25)	181,4(5)		
O(2)-I-O(3)	88,2(2)	F(24)-Te(2)-F(22)	179,8(3)
O(2)-I-O(1)	86,8(2)	F(23)-Te(2)-F(22)	89,0(2)
O(3)-I-O(1)	170,6(2)	F(21)-Te(2)-O(2)	89,8(2)
F(13)-Te(1)-F(12)	91,6(3)	F(25)-Te(2)-O(2)	178,7(2)
F(13)-Te(1)-F(11)	87,6(2)	F(24)-Te(2)-O(2)	88,2(2)
F(12)-Te(1)-F(11)	87,8(2)	F(23)-Te(2)-O(2)	90,6(2)
F(13)-Te(1)-F(14)	175,1(3)	F(22)-Te(2)-O(2)	91,7(2)
F(12)-Te(1)-F(14)	90,2(3)	F(31)-Te(3)-F(35)	90,1(3)
F(11)-Te(1)-F(14)	87,9(2)	F(31)-Te(3)-F(33)	90,2(3)
F(13)-Te(1)-O(1)	90,8(2)	F(35)-Te(3)-F(33)	174,9(3)
F(12)-Te(1)-O(1)	93,3(3)	F(31)-Te(3)-F(34)	89,4(3)
F(11)-Te(1)-O(1)	178,1(2)	F(35)-Te(3)-F(34)	88,0(3)
F(14)-Te(1)-O(1)	93,6(2)	F(33)-Te(3)-F(34)	87,0(3)
F(13)-Te(1)-F(15)	88,8(3)	F(31)-Te(3)-F(32)	176,7(3)
F(12)-Te(1)-F(15)	174,4(2)	F(35)-Te(3)-F(32)	89,1(3)
F(11)-Te(1)-F(15)	86,6(2)	F(33)-Te(3)-F(32)	90,3(3)
F(14)-Te(1)-F(15)	88,9(3)	F(34)-Te(3)-F(32)	87,3(2)
O(1)-Te(1)-F(15)	92,3(3)	F(31)-Te(3)-O(3)	90,9(2)
F(21)-Te(2)-F(25)	90,3(3)	F(35)-Te(3)-O(3)	93,5(3)
F(21)-Te(2)-F(24)	89,5(3)	F(33)-Te(3)-O(3)	91,5(3)
F(25)-Te(2)-F(24)	90,4(3)	F(34)-Te(3)-O(3)	178,4(3)
F(21)-Te(2)-F(23)	179,6(2)	F(32)-Te(3)-O(3)	92,3(2)
F(25)-Te(2)-F(23)	89,4(3)	Te(1)-O(1)-I	129,6(3)
F(24)-Te(2)-F(23)	90,8(2)	Te(2)-O(2)-I	123,3(3)
F(21)-Te(2)-F(22)	90,7(2)	Te(3)-O(3)-I	127,8(3)
F(25)-Te(2)-F(22)	89,6(2)		

6.5.3 Kristall- und Strukturdaten für I(OTeF₅)₃·C₄F₉SO₂F**Liste 25** Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₄ F ₂₅ I O ₅ S Te ₃	
Molmasse [g / mol]	1144,80	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /a	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 990,7(5)	α = 90
	b = 2446,0(10)	β = 114,72(2)
	c = 1051,4(4)	γ = 90
Zellvolumen [nm ³]	2,3143(17)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,5 x 0,5 x 0,1	
Farbe und Kristallform	orange-gelbe Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,069	
Messtemperatur [K]	145(2)	
Messbereich [°]	1,66 < θ < 30,51	
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 14, -34 ≤ k ≤ 34, -14 ≤ l ≤ 15	
F(000)	2056	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	3,286	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	5,399	
Gemessene Reflexe	27894	
Unabhängige Reflexe	7008 [R(int) = 0,0413]	
Vollständigkeit zu θ = 30,51°	99,3 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	7008 / 0 / 353	
Goodness-of-fit gegen F ²	1,047	
R mit [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0255, wR2 = 0,0588	
R (alle Daten)	R1 = 0,0312, wR2 = 0,0608	
Extinktionskoeffizient	0,00045(5)	
Restelektronendichte max./min [e/Å ⁻³]	0,806 / -0,824	

Liste 26 Atomkoordinaten (x 10⁴) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² x 10⁻¹) für I(OTeF₅)₃·C₄F₉SO₂F. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	7122(1)	566(1)	6270(1)	20(1)
Te(1)	6571(1)	-544(1)	8126(1)	21(1)
Te(2)	4504(1)	1320(1)	6773(1)	21(1)
Te(3)	9648(1)	1625(1)	7310(1)	23(1)
O(1)	6075(3)	-135(1)	6513(2)	25(1)
F(11)	7006(3)	-956(1)	9696(2)	41(1)
F(12)	8213(2)	-125(1)	9142(2)	38(1)
F(13)	4961(2)	-985(1)	7215(2)	31(1)
F(14)	5449(3)	-112(1)	8733(2)	40(1)
F(15)	7732(2)	-1010(1)	7660(2)	37(1)
O(2)	6303(2)	908(1)	7451(2)	21(1)
F(21)	4624(2)	1476(1)	5132(2)	41(1)
F(22)	2814(2)	1724(1)	6188(2)	39(1)

F(23)	4345(3)	1155(1)	8380(2)	44(1)
F(24)	3394(2)	717(1)	5931(3)	42(1)
F(25)	5577(2)	1925(1)	7582(3)	44(1)
O(3)	7839(2)	1330(1)	6074(2)	26(1)
F(31)	11417(2)	1918(1)	8479(2)	40(1)
F(32)	9667(2)	2070(1)	5928(2)	34(1)
F(33)	9732(3)	1187(1)	8761(2)	40(1)
F(34)	10682(2)	1101(1)	6843(3)	41(1)
F(35)	8731(3)	2155(1)	7870(2)	40(1)
S(1)	8747(1)	385(1)	3005(1)	25(1)
F(47)	7791(3)	-43(1)	1942(2)	41(1)
F(48)	10414(3)	2559(1)	3462(3)	59(1)
F(49)	9436(4)	2906(1)	1419(4)	75(1)
F(410)	8096(4)	2725(1)	2524(5)	89(1)
F(42)	6818(2)	971(1)	1038(2)	35(1)
F(44)	10174(2)	1433(1)	3580(2)	34(1)
F(43)	8928(2)	865(1)	906(2)	33(1)
F(41)	7657(3)	2001(1)	444(3)	56(1)
F(46)	10039(3)	1879(1)	1230(3)	44(1)
F(45)	7885(3)	1657(1)	3100(2)	41(1)
O(4)	8110(3)	472(1)	3961(3)	37(1)
O(5)	10243(3)	237(1)	3431(3)	40(1)
C(2)	8824(3)	1518(1)	2543(3)	25(1)
C(1)	8280(3)	966(1)	1759(3)	24(1)
C(3)	8931(4)	1986(2)	1593(4)	33(1)
C(4)	9215(5)	2556(2)	2284(5)	48(1)

Liste 27 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{I}(\text{OTeF}_5)_3 \cdot \text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	22(1)	18(1)	24(1)	-1(1)	13(1)	-1(1)
Te(1)	23(1)	20(1)	22(1)	1(1)	10(1)	-1(1)
Te(2)	19(1)	23(1)	22(1)	0(1)	9(1)	2(1)
Te(3)	25(1)	21(1)	24(1)	1(1)	12(1)	-4(1)
O(1)	32(1)	20(1)	23(1)	2(1)	11(1)	-5(1)
F(11)	46(1)	40(1)	31(1)	14(1)	10(1)	-2(1)
F(12)	37(1)	37(1)	29(1)	-2(1)	4(1)	-12(1)
F(13)	28(1)	29(1)	35(1)	2(1)	11(1)	-9(1)
F(14)	52(1)	40(1)	40(1)	-2(1)	31(1)	8(1)
F(15)	35(1)	29(1)	50(1)	-1(1)	20(1)	7(1)
O(2)	23(1)	20(1)	23(1)	1(1)	11(1)	3(1)
F(21)	39(1)	56(2)	31(1)	18(1)	19(1)	18(1)
F(22)	24(1)	47(1)	43(1)	3(1)	11(1)	12(1)
F(23)	42(1)	66(2)	34(1)	11(1)	26(1)	18(1)
F(24)	29(1)	37(1)	51(1)	-13(1)	8(1)	-8(1)
F(25)	32(1)	25(1)	62(2)	-12(1)	7(1)	3(1)
O(3)	26(1)	22(1)	28(1)	2(1)	11(1)	-6(1)
F(31)	33(1)	37(1)	41(1)	-1(1)	5(1)	-12(1)
F(32)	43(1)	30(1)	32(1)	3(1)	19(1)	-12(1)
F(33)	43(1)	43(1)	29(1)	10(1)	11(1)	-11(1)
F(34)	35(1)	31(1)	60(1)	-3(1)	24(1)	3(1)
F(35)	48(1)	35(1)	45(1)	-11(1)	28(1)	-2(1)

S(1)	29(1)	25(1)	24(1)	3(1)	13(1)	5(1)
F(47)	56(1)	29(1)	37(1)	-2(1)	19(1)	-7(1)
F(48)	66(2)	44(2)	55(2)	-18(1)	15(1)	-14(1)
F(49)	103(3)	28(1)	83(2)	6(1)	27(2)	-12(2)
F(410)	71(2)	39(2)	164(4)	-27(2)	57(2)	7(2)
F(42)	24(1)	40(1)	32(1)	7(1)	1(1)	-4(1)
F(44)	31(1)	34(1)	24(1)	-3(1)	0(1)	3(1)
F(43)	50(1)	31(1)	29(1)	-6(1)	26(1)	-8(1)
F(41)	54(2)	42(1)	42(1)	17(1)	-10(1)	-7(1)
F(46)	59(2)	34(1)	50(1)	-4(1)	34(1)	-8(1)
F(45)	44(1)	42(1)	44(1)	-7(1)	26(1)	9(1)
O(4)	47(2)	39(2)	32(1)	10(1)	24(1)	12(1)
O(5)	32(1)	38(2)	54(2)	11(1)	21(1)	14(1)
C(2)	24(1)	29(2)	21(1)	-2(1)	8(1)	4(1)
C(1)	24(1)	28(2)	18(1)	1(1)	8(1)	2(1)
C(3)	36(2)	23(2)	32(2)	1(1)	8(1)	1(1)
C(4)	51(2)	27(2)	64(3)	-5(2)	23(2)	2(2)

Liste 28 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für I(OTeF₅)₃C₄F₉SO₂F.

I(1)-O(2)	193,4(2)	Te(2)-F(22)	181,6(2)
I(1)-O(3)	203,9(2)	Te(2)-F(21)	181,9(2)
I(1)-O(1)	207,3(2)	Te(2)-F(24)	183,1(2)
Te(1)-F(11)	182,6(2)	Te(2)-O(2)	190,8(2)
Te(1)-F(15)	182,8(2)	Te(3)-F(31)	181,5(2)
Te(1)-F(13)	183,0(2)	Te(3)-F(35)	181,6(2)
Te(1)-F(14)	183,1(2)	Te(3)-F(32)	182,2(2)
Te(1)-F(12)	183,9(2)	Te(3)-F(34)	183,2(2)
Te(1)-O(1)	185,0(2)	Te(3)-F(33)	183,8(2)
Te(2)-F(23)	180,7(2)	Te(3)-O(3)	186,4(2)
Te(2)-F(25)	181,4(2)		
S(1)-O(5)	140,5(3)	F(44)-C(2)	134,1(3)
S(1)-O(4)	140,9(3)	F(43)-C(1)	132,7(4)
S(1)-F(47)	153,4(2)	F(41)-C(3)	133,3(4)
S(1)-C(1)	185,6(3)	F(46)-C(3)	133,1(5)
F(48)-C(4)	130,9(5)	F(45)-C(2)	133,5(4)
F(49)-C(4)	133,2(6)	C(2)-C(3)	155,2(5)
F(410)-C(4)	130,3(6)	C(2)-C(1)	155,7(5)
F(42)-C(1)	132,4(4)	C(3)-C(4)	154,3(6)
O(2)-I(1)-O(3)	85,79(10)	F(15)-Te(1)-O(1)	92,70(11)
O(2)-I(1)-O(1)	84,99(10)	F(13)-Te(1)-O(1)	89,99(10)
O(3)-I(1)-O(1)	169,39(10)	F(14)-Te(1)-O(1)	92,33(11)
F(11)-Te(1)-F(15)	87,70(11)	F(12)-Te(1)-O(1)	93,57(10)
F(11)-Te(1)-F(13)	88,40(10)	F(23)-Te(2)-F(25)	90,34(13)
F(15)-Te(1)-F(13)	89,97(11)	F(23)-Te(2)-F(22)	90,54(11)
F(11)-Te(1)-F(14)	87,27(11)	F(25)-Te(2)-F(22)	89,46(11)
F(15)-Te(1)-F(14)	174,97(10)	F(23)-Te(2)-F(21)	178,67(12)
F(13)-Te(1)-F(14)	89,99(11)	F(25)-Te(2)-F(21)	90,87(13)
F(11)-Te(1)-F(12)	88,04(10)	F(22)-Te(2)-F(21)	88,92(10)
F(15)-Te(1)-F(12)	90,03(11)	F(23)-Te(2)-F(24)	90,20(12)
F(13)-Te(1)-F(12)	176,44(9)	F(25)-Te(2)-F(24)	178,91(11)
F(14)-Te(1)-F(12)	89,71(12)	F(22)-Te(2)-F(24)	89,59(11)
F(11)-Te(1)-O(1)	178,34(10)	F(21)-Te(2)-F(24)	88,58(12)

F(23)-Te(2)-O(2)	88,04(10)	F(35)-Te(3)-F(33)	90,13(12)
F(25)-Te(2)-O(2)	89,04(10)	F(32)-Te(3)-F(33)	176,95(10)
F(22)-Te(2)-O(2)	177,93(10)	F(34)-Te(3)-F(33)	88,71(12)
F(21)-Te(2)-O(2)	92,53(9)	F(31)-Te(3)-O(3)	178,67(11)
F(24)-Te(2)-O(2)	91,93(10)	F(35)-Te(3)-O(3)	92,14(11)
F(31)-Te(3)-F(35)	88,38(11)	F(32)-Te(3)-O(3)	90,19(10)
F(31)-Te(3)-F(32)	88,58(10)	F(34)-Te(3)-O(3)	91,37(11)
F(35)-Te(3)-F(32)	90,33(11)	F(33)-Te(3)-O(3)	92,81(10)
F(31)-Te(3)-F(34)	88,14(11)	Te(1)-O(1)-I(1)	127,24(12)
F(35)-Te(3)-F(34)	176,36(11)	Te(2)-O(2)-I(1)	124,43(11)
F(32)-Te(3)-F(34)	90,65(11)	Te(3)-O(3)-I(1)	123,99(12)
F(31)-Te(3)-F(33)	88,42(11)		
O(5)-S(1)-O(4)	122,66(18)	F(42)-C(1)-S(1)	107,5(2)
O(5)-S(1)-F(47)	107,76(17)	F(43)-C(1)-S(1)	106,6(2)
O(4)-S(1)-F(47)	107,36(16)	C(2)-C(1)-S(1)	111,2(2)
O(5)-S(1)-C(1)	109,87(16)	F(46)-C(3)-F(41)	109,1(3)
O(4)-S(1)-C(1)	109,52(16)	F(46)-C(3)-C(4)	107,7(3)
F(47)-S(1)-C(1)	96,41(14)	F(41)-C(3)-C(4)	108,7(3)
F(45)-C(2)-F(44)	108,9(3)	F(46)-C(3)-C(2)	108,9(3)
F(45)-C(2)-C(3)	110,0(3)	F(41)-C(3)-C(2)	108,0(3)
F(44)-C(2)-C(3)	108,9(3)	C(4)-C(3)-C(2)	114,3(3)
F(45)-C(2)-C(1)	107,6(3)	F(410)-C(4)-F(48)	108,9(4)
F(44)-C(2)-C(1)	107,7(3)	F(410)-C(4)-F(49)	108,9(4)
C(3)-C(2)-C(1)	113,7(3)	F(48)-C(4)-F(49)	107,4(4)
F(42)-C(1)-F(43)	109,7(3)	F(410)-C(4)-C(3)	112,0(4)
F(42)-C(1)-C(2)	110,4(3)	F(48)-C(4)-C(3)	111,4(3)
F(43)-C(1)-C(2)	111,2(3)	F(49)-C(4)-C(3)	108,0(4)

6.6 4-Toluol-bis-4-trifluorphenyliod, 4-Toll(4-CF₃Ph)₂

6.6.1 Synthese und spektroskopische Daten

Zu einer Lösung von 1,4 g (6 mmol) 4-Brombenzotrifluorid in 7 ml Diethylether werden bei -78 °C 6 mmol n-BuLi getropft und für ca. eine Stunde gerührt. Anschließend wird diese Lösung mittels eines Teflonschlauches in eine bei -78 °C gerührte Suspension von 0,73 g (2,7 mmol) frisch hergestelltem 4-TollCl₂ in 5 ml Diethylether gedrückt. Man erhält eine klare gelb-braune Lösung, die innerhalb von 30 min einen gelben kristallinen Feststoff abscheidet. Nach zweistündigem Nachrühren bei -78 °C wird von der überstehenden Lösung abdekantiert, zweimal mit wenig gekühltem Diethylether gewaschen und im Hochvakuum bei -30 °C getrocknet.

4-Toll(4-CF₃Ph)₂ ist hydrolyseempfindlich und zersetzt sich bei 30 °C heftig. In Lösung wird bei 5 °C eine Zersetzung beobachtet. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle konnten aus Diethylether durch Lösen der Substanz bei -15 °C und langsames Abkühlen auf -80 °C erhalten werden.

$^1\text{H-NMR}$ (-50 °C, CDCl_3):

δ [ppm] = 2,3673 (s; 3H; Ph- CH_3), 7,1268 bis 7,769 (m; Ph-**H**)

$^{19}\text{F-NMR}$ (-50 °C, CDCl_3):

δ [ppm] = 62,313 (s; $-\text{CF}_3$; 1),

6.6.2 Thermolyse

- a) **des Feststoffs:** ca. 25 mg 4-Toll(4- CF_3Ph)₂ werden in einem PFA-Rohr (6 mm Innendurchmesser) gefüllt und unter Vakuum abgeschmolzen. Dieses Rohr wird in einen Autoklaven eingeschlossen und auf einem Sandbad bei 35 °C für 3 h gehalten. Nachfolgend wurde auf -78 °C gequench und die Thermolyseprodukte schließlich bei 20 °C vollständig mit CDCl_3 herausgelöst und sowohl NMR-spektroskopisch als auch mittels eines GC-MS-Spektrometers analysiert. Es können hierbei hauptsächlich die Zersetzungsprodukte 4-Iodtoluol und 4,4'-bis(Trifluormethyl)biphenyl identifiziert werden.
- b) **der Lösung:** ca. 25 mg 4-Toll(4- CF_3Ph)₂ werden in CD_2Cl_2 bei -30 °C gelöst und auf 5 °C gebracht und 30 min bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend werden die Thermolyseprodukte NMR-spektroskopisch und mit dem GC-MS-Spektrometer analysiert. Als Zersetzungsprodukte werden hauptsächlich 4-Iodtoluol, 4,4'-bis(Trifluormethyl)biphenyl, 4-Methyl-4'-(trifluormethyl)biphenyl und 4-Iodbenzotrifluorid identifiziert.

6.6.3 Kristall- und Strukturdaten für 4-Toll(4- CF_3Ph)₂

Liste 29 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{F}_6\text{I O}$	
Molmasse [g / mol]	582,35	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{a}$	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 788,10(10)$	$\alpha = 90$
	$b = 2850,4(4)$	$\beta = 102,040(10)$
	$c = 1115,00(10)$	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm^3]	2,4496(5)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,3 x 0,3 x 0,1	
Farbe und Kristallform	gelbe Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,069	
Messtemperatur [K]	173	
Messbereich [°]	$2,74 < \theta < 24,98$	

Indexbereich	-9<=h<=0, 0<=k<=33, -12<=l<=10
F(000)	1160
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	1,579
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	1,367
Gemessene Reflexe	4394
Unabhängige Reflexe	4095 [R(int) = 0,0196]
Vollständigkeit zu $\theta = 24,98^\circ$	94,9 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²
Reflexe / restraints / Parameter	4095 / 0 / 374
Goodness-of-fit gegen F ²	1,034
R mit [I>2sigma(I)]	R1 = 0,0302, wR2 = 0,0716
R (alle Daten)	R1 = 0,0501, wR2 = 0,0776
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	0,910 / -0,618

Liste 30 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für 4-Toll(4-CF₃Ph)₂. U(eq) ist definiert als $\frac{1}{3}$ des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	977(1)	616(1)	8843(1)	28(1)
F(11)	8618(3)	-464(1)	7737(3)	61(1)
F(12)	7098(4)	-649(1)	5990(3)	76(1)
F(13)	7098(4)	-1083(1)	7556(3)	57(1)
C(11)	2937(5)	176(1)	8036(3)	29(1)
C(12)	3696(5)	302(1)	7065(3)	28(1)
C(13)	5028(5)	36(1)	6776(3)	28(1)
C(14)	5604(5)	-364(1)	7452(3)	29(1)
C(15)	4843(5)	-496(1)	8415(4)	35(1)
C(16)	3524(5)	-228(1)	8703(4)	34(1)
C(17)	7090(5)	-641(1)	7168(4)	35(1)
F(21)	-4807(5)	2373(1)	10227(6)	144(2)
F(22)	-5578(6)	1831(2)	11148(4)	151(2)
F(23)	-6621(5)	1924(2)	9343(4)	123(2)
C(21)	-1151(5)	1097(1)	9263(3)	27(1)
C(22)	-773(5)	1458(1)	10109(3)	31(1)
C(23)	-2079(5)	1730(1)	10389(3)	29(1)
C(24)	-3795(5)	1640(1)	9833(3)	28(1)
C(25)	-4187(5)	1279(1)	8994(4)	32(1)
C(26)	-2865(5)	1010(1)	8711(4)	33(1)
C(27)	-5200(5)	1934(1)	10135(4)	36(1)
C(31)	117(4)	861(1)	7031(3)	24(1)
C(32)	232(5)	1332(1)	6790(4)	29(1)
C(33)	-305(5)	1488(1)	5593(3)	30(1)
C(34)	-979(5)	1179(1)	4655(3)	29(1)
C(35)	-1088(5)	708(1)	4929(4)	29(1)
C(36)	-531(5)	541(1)	6113(3)	28(1)
C(37)	-1557(7)	1349(2)	3358(4)	43(1)
O(1)	5476(3)	-2255(1)	4793(2)	34(1)
C(1)	3362(6)	-2309(2)	2931(5)	47(1)
C(2)	4444(6)	-1986(2)	3841(4)	43(1)
C(3)	6422(6)	-1968(2)	5729(4)	40(1)
C(4)	7546(6)	-2270(2)	6665(5)	46(1)

Liste 31 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für 4-Toll(4-CF₃Ph)₂. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
I(1)	29(1)	30(1)	26(1)	2(1)	8(1)	3(1)
F(11)	35(1)	51(2)	98(2)	-7(2)	15(1)	5(1)
F(12)	85(2)	98(2)	49(2)	5(2)	28(2)	52(2)
F(13)	57(2)	32(1)	85(2)	-2(1)	24(2)	9(1)
C(11)	28(2)	30(2)	28(2)	-3(2)	4(2)	2(2)
C(12)	28(2)	25(2)	30(2)	3(2)	6(2)	-1(2)
C(13)	30(2)	28(2)	27(2)	-3(2)	7(2)	-3(2)
C(14)	28(2)	28(2)	32(2)	-5(2)	4(2)	-1(2)
C(15)	37(2)	29(2)	39(2)	6(2)	7(2)	7(2)
C(16)	37(2)	34(2)	33(2)	3(2)	11(2)	5(2)
C(17)	39(2)	28(2)	40(2)	-2(2)	10(2)	4(2)
F(21)	87(3)	54(2)	312(7)	-47(3)	93(4)	5(2)
F(22)	171(4)	206(5)	110(3)	81(3)	109(3)	143(4)
F(23)	63(2)	177(4)	113(3)	-66(3)	-16(2)	67(3)
C(21)	28(2)	32(2)	24(2)	2(2)	12(2)	2(2)
C(22)	27(2)	38(2)	27(2)	-1(2)	4(2)	0(2)
C(23)	37(2)	30(2)	21(2)	-2(2)	8(2)	1(2)
C(24)	31(2)	30(2)	24(2)	6(2)	10(2)	4(2)
C(25)	27(2)	36(2)	34(2)	-2(2)	10(2)	-5(2)
C(26)	30(2)	34(2)	37(2)	-8(2)	13(2)	-4(2)
C(27)	39(2)	39(2)	32(2)	2(2)	13(2)	7(2)
C(31)	22(2)	27(2)	23(2)	1(1)	6(1)	3(1)
C(32)	28(2)	28(2)	31(2)	-5(2)	10(2)	-1(2)
C(33)	34(2)	25(2)	33(2)	3(2)	12(2)	2(2)
C(34)	27(2)	32(2)	31(2)	2(2)	10(2)	4(2)
C(35)	26(2)	34(2)	28(2)	-4(2)	7(2)	-1(2)
C(36)	27(2)	24(2)	33(2)	0(2)	8(2)	-1(1)
C(37)	51(3)	43(3)	34(2)	7(2)	6(2)	4(2)
O(1)	35(2)	34(1)	34(2)	-1(1)	9(1)	0(1)
C(1)	39(3)	61(3)	41(3)	8(2)	8(2)	-3(2)
C(2)	38(2)	41(2)	50(3)	4(2)	7(2)	9(2)
C(3)	37(2)	43(2)	41(3)	-6(2)	14(2)	-4(2)
C(4)	42(3)	57(3)	38(3)	-9(2)	7(2)	-2(2)

Liste 32 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für 4-Toll(4-CF₃Ph)₂.

I(1)-C(31)	211,1(3)	F(21)-C(27)	128,7(5)
I(1)-C(21)	228,9(4)	F(22)-C(27)	126,1(5)
I(1)-C(11)	231,3(4)	F(23)-C(27)	127,3(5)
F(11)-C(17)	133,8(5)	C(21)-C(22)	138,6(5)
F(12)-C(17)	131,5(5)	C(21)-C(26)	138,5(5)
F(13)-C(17)	133,3(4)	C(22)-C(23)	137,6(5)
C(11)-C(12)	139,0(5)	C(23)-C(24)	138,9(5)
C(11)-C(16)	139,6(5)	C(24)-C(25)	138,0(5)
C(12)-C(13)	138,6(5)	C(24)-C(27)	148,3(5)
C(13)-C(14)	139,0(5)	C(25)-C(26)	138,2(5)
C(14)-C(15)	138,6(6)	C(31)-C(32)	137,7(5)
C(14)-C(17)	150,0(5)	C(31)-C(36)	138,6(5)
C(15)-C(16)	138,1(6)	C(32)-C(33)	138,6(5)

C(33)-C(34)	138,5(5)	O(1)-C(3)	141,1(5)
C(34)-C(35)	138,3(5)	O(1)-C(2)	142,1(5)
C(34)-C(37)	150,3(6)	C(1)-C(2)	149,7(7)
C(35)-C(36)	138,6(5)	C(3)-C(4)	149,4(6)
C(31)-I(1)-C(21)	83,98(13)	C(25)-C(24)-C(23)	120,0(3)
C(31)-I(1)-C(11)	85,07(13)	C(25)-C(24)-C(27)	120,2(4)
C(21)-I(1)-C(11)	169,04(12)	C(23)-C(24)-C(27)	119,8(3)
C(12)-C(11)-C(16)	118,7(3)	C(24)-C(25)-C(26)	119,7(4)
C(12)-C(11)-I(1)	126,4(3)	C(25)-C(26)-C(21)	120,8(4)
C(16)-C(11)-I(1)	114,5(3)	C(25)-C(26)-I(1)	159,1(3)
C(13)-C(12)-C(11)	120,6(3)	C(21)-C(26)-I(1)	38,50(18)
C(13)-C(12)-I(1)	153,8(3)	F(22)-C(27)-F(23)	106,1(5)
C(11)-C(12)-I(1)	33,96(18)	F(22)-C(27)-F(21)	104,6(5)
C(12)-C(13)-C(14)	120,1(4)	F(23)-C(27)-F(21)	103,9(4)
C(15)-C(14)-C(13)	119,9(3)	F(22)-C(27)-C(24)	113,5(3)
C(15)-C(14)-C(17)	120,2(3)	F(23)-C(27)-C(24)	114,8(3)
C(13)-C(14)-C(17)	119,9(3)	F(21)-C(27)-C(24)	112,9(4)
C(16)-C(15)-C(14)	119,8(4)	C(32)-C(31)-C(36)	121,8(3)
C(15)-C(16)-C(11)	121,0(4)	C(32)-C(31)-I(1)	119,2(3)
C(15)-C(16)-I(1)	161,9(3)	C(36)-C(31)-I(1)	119,0(3)
C(11)-C(16)-I(1)	41,82(19)	C(31)-C(32)-C(33)	118,7(3)
F(12)-C(17)-F(13)	107,9(3)	C(31)-C(32)-I(1)	37,41(18)
F(12)-C(17)-F(11)	106,8(4)	C(33)-C(32)-I(1)	156,1(3)
F(13)-C(17)-F(11)	105,0(3)	C(34)-C(33)-C(32)	121,1(3)
F(12)-C(17)-C(14)	112,8(3)	C(35)-C(34)-C(33)	118,7(4)
F(13)-C(17)-C(14)	112,3(3)	C(35)-C(34)-C(37)	120,4(4)
F(11)-C(17)-C(14)	111,5(3)	C(33)-C(34)-C(37)	120,9(4)
C(22)-C(21)-C(26)	119,1(3)	C(34)-C(35)-C(36)	121,5(4)
C(22)-C(21)-I(1)	121,4(3)	C(35)-C(36)-C(31)	118,2(3)
C(26)-C(21)-I(1)	119,4(3)	C(35)-C(36)-I(1)	155,6(3)
C(23)-C(22)-C(21)	120,5(4)	C(31)-C(36)-I(1)	37,47(18)
C(23)-C(22)-I(1)	157,6(3)	C(3)-O(1)-C(2)	111,8(3)
C(21)-C(22)-I(1)	37,14(19)	O(1)-C(2)-C(1)	109,3(4)
C(22)-C(23)-C(24)	119,9(3)	O(1)-C(3)-C(4)	109,0(4)

6.7 Iod-fluoro-tetrakis-pentafluoroorthotellurat, $\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$

6.7.1 Synthese und spektroskopische Daten

2 g (2,7 mmol) $\text{B}(\text{OTeF}_4)_3$ werden in einem Handschuhkasten in ein PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) mit Rührkern gefüllt. Hierzu werden an einer Vakuumapparatur 5 ml Frigen 11 und 0,44 g (2 mmol) IF_5 kondensiert. Es wird auf $-20\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt, wobei Gasentwicklung von BF_3 eintritt, welches gelegentlich abgepumpt wird. Nach beendeter Gasentwicklung werden bei $-40\text{ }^\circ\text{C}$ bis $-20\text{ }^\circ\text{C}$ alle flüchtigen Substanzen im Vakuum abgepumpt. Anschließend wird das farblose Rohprodukt durch fraktionierte Kristallisation in $\text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$ gereinigt.

$\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$ ist hydrolyseempfindlich und zersetzt sich langsam bei Raumtemperatur.

Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle können aus SO_2ClF durch Lösen der Substanz bei $-20\text{ }^\circ\text{C}$ und langsames Abkühlen auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ erhalten werden.

^{19}F -NMR (SO_2ClF , $-20\text{ }^\circ\text{C}$): AB_4 -Muster für die OTeF_5 -Gruppe:

$$\delta \text{ [ppm]} = 99,5 \text{ (1F, s)}, -35,5 \text{ (B-Teil)}, -46,5 \text{ (A-Teil)}, J(\text{AB}) = 180 \text{ Hz}, J(^{125}\text{Te-F}) = 3696 \text{ Hz}$$

Raman (krist., $-50\text{ }^\circ\text{C}$):

$$\begin{aligned} \bar{\nu} \text{ [cm}^{-1}\text{]} = & 81,80(\text{s}), 107,84(\text{m}); 129,05(\text{vs}); 164,73(\text{m}); 202,34(\text{w}); 235,13(\text{m}); \\ & 251,52(\text{m}); 261,16(\text{m}); 307,45(\text{m}); 323,84(\text{m}); 427,98(\text{vs}); 477,16(\text{m}); \\ & 502,23(\text{m}); 627,59(\text{m}); 663,27(\text{s}); 672,92(\text{vs}); 709,56(\text{s}); 824,31(\text{w}); \\ & 923,63(\text{w}); 952,56(\text{w}); 1209,06(\text{w}); 1218,71(\text{m}); 1439,53(\text{w}) \end{aligned}$$

6.7.2 Kristall- und Strukturdaten von $\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$

Liste 33 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$\text{F}_{21} \text{I O}_4 \text{Te}_4$	
Molmasse [g / mol]	1100,30	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 1912,5(3)$	$\alpha = 90$
	$b = 992,46(14)$	$\beta = 96,393(3)$
	$c = 985,58(14)$	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm^3]	1,8591(4)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,3 x 0,3 x 0,2	
Farbe	farblos	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	293(2)	
Messbereich [°]	$2,14 < \theta < 29,19$	
Indexbereich	$-26 \leq h \leq 25, -13 \leq k \leq 12, -12 \leq l \leq 13$	
F(000)	1928	
Dichte (berechnet) [g/cm^3]	3,931	
Absorptionskoeffizient [mm^{-1}]	8,086	
Gemessene Reflexe	8532	
Unabhängige Reflexe	2342 [R(int) = 0,0456]	
Vollständigkeit zu $\theta = 29,19^\circ$	93,0 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F^2	
Reflexe / restraints / Parameter	2342 / 0 / 138	
Goodness-of-fit gegen F^2	1,100	

R mit $[I > 2\sigma(I)]$	R1 = 0,0243, wR2 = 0,0566
R (alle Daten)	R1 = 0,0257, wR2 = 0,0572
Extinktionskoeffizient	0,00097(4)
Restelektronendichte max./min [$e/\text{\AA}^{-3}$]	1,218 und -0,929

Liste 34 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$. $U(\text{eq})$ ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Te(1)	1576(1)	8548(1)	1312(1)	18(1)
Te(2)	-1061(1)	6510(1)	-533(1)	18(1)
I	0	7157(1)	2500	13(1)
O(1)	932(2)	7310(3)	1918(3)	19(1)
O(2)	-388(2)	7499(3)	556(3)	19(1)
F(1)	0	8997(3)	2500	18(1)
F(2)	-374(1)	5515(3)	-1248(2)	25(1)
F(3)	-1083(1)	5249(3)	820(2)	26(1)
F(4)	880(2)	9574(3)	417(3)	29(1)
F(5)	2287(1)	7534(3)	2171(3)	27(1)
F(6)	-1783(2)	7428(3)	95(3)	37(1)
F(7)	1615(2)	7545(3)	-228(3)	33(1)
F(8)	1557(2)	9586(3)	2832(3)	29(1)
F(9)	-1024(2)	7708(3)	-1914(3)	37(1)
F(10)	2227(2)	9685(3)	731(3)	35(1)
F(11)	-1701(2)	5504(3)	-1599(3)	33(1)

Liste 35 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Te(1)	17(1)	23(1)	13(1)	2(1)	4(1)	-3(1)
Te(2)	18(1)	24(1)	12(1)	-4(1)	-2(1)	6(1)
I	12(1)	16(1)	9(1)	0	2(1)	0
O(1)	16(1)	20(1)	23(1)	4(1)	8(1)	0(1)
O(2)	24(1)	23(1)	11(1)	1(1)	-1(1)	-3(1)
F(1)	21(2)	16(2)	18(2)	0	4(1)	0
F(2)	24(1)	31(1)	20(1)	-7(1)	6(1)	9(1)
F(3)	26(1)	33(1)	20(1)	-1(1)	5(1)	-4(1)
F(4)	30(1)	32(1)	26(1)	12(1)	2(1)	2(1)
F(5)	18(1)	34(1)	30(1)	6(1)	2(1)	0(1)
F(6)	23(1)	51(2)	35(2)	-19(1)	-4(1)	15(1)
F(7)	35(2)	46(2)	20(1)	-6(1)	11(1)	-3(1)
F(8)	38(2)	28(1)	21(1)	-6(1)	3(1)	-4(1)
F(9)	54(2)	36(2)	17(1)	2(1)	-9(1)	6(1)
F(10)	30(1)	40(2)	37(2)	13(1)	8(1)	-13(1)
F(11)	26(1)	39(2)	32(1)	-15(1)	-10(1)	4(1)

Liste 36 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{FI}(\text{OTeF}_5)_4$.

Te(1)-F(10)	181,9(3)	Te(1)-O(1)	188,4(3)
Te(1)-F(5)	182,2(3)	Te(2)-F(9)	181,5(3)
Te(1)-F(8)	182,2(3)	Te(2)-F(6)	182,0(3)
Te(1)-F(4)	182,5(3)	Te(2)-F(11)	182,1(3)
Te(1)-F(7)	182,3(3)		
Te(2)-F(3)	183,3(3)	I-O(1)#1	193,8(3)
Te(2)-F(2)	184,6(2)	I-O(1)	193,8(3)
Te(2)-O(2)	186,1(3)	I-O(2)#1	200,5(3)
I-F(1)	182,6(3)	I-O(2)	200,5(3)
F(10)-Te(1)-F(5)	89,31(13)	F(5)-Te(1)-O(1)	88,43(12)
F(10)-Te(1)-F(8)	89,16(13)	F(8)-Te(1)-O(1)	91,94(12)
F(5)-Te(1)-F(8)	90,71(13)	F(4)-Te(1)-O(1)	92,82(13)
F(10)-Te(1)-F(4)	89,43(13)	F(7)-Te(1)-O(1)	89,82(13)
F(5)-Te(1)-F(4)	178,51(12)	F(9)-Te(2)-F(6)	91,25(15)
F(8)-Te(1)-F(4)	90,07(13)	F(9)-Te(2)-F(11)	90,36(14)
F(10)-Te(1)-F(7)	89,08(14)	F(6)-Te(2)-F(11)	89,07(13)
F(5)-Te(1)-F(7)	89,31(13)	F(9)-Te(2)-F(3)	177,67(13)
F(8)-Te(1)-F(7)	178,24(13)	F(6)-Te(2)-F(3)	90,86(14)
F(4)-Te(1)-F(7)	89,88(13)	F(11)-Te(2)-F(3)	88,68(13)
F(10)-Te(1)-O(1)	177,50(13)		
F(9)-Te(2)-F(2)	88,56(13)	O(1)#1-I-O(1)	171,01(17)
F(6)-Te(2)-F(2)	176,07(12)	F(1)-I-O(2)#1	80,23(8)
F(11)-Te(2)-F(2)	87,00(12)	O(1)#1-I-O(2)#1	87,65(12)
F(3)-Te(2)-F(2)	89,27(12)	O(1)-I-O(2)#1	90,83(12)
F(9)-Te(2)-O(2)	90,26(13)	F(1)-I-O(2)	80,23(8)
F(6)-Te(2)-O(2)	92,40(13)	O(1)#1-I-O(2)	90,83(12)
F(11)-Te(2)-O(2)	178,39(13)	O(1)-I-O(2)	87,65(12)
F(3)-Te(2)-O(2)	90,64(12)	O(2)#1-I-O(2)	160,47(17)
F(2)-Te(2)-O(2)	91,53(12)	Te(1)-O(1)-I	143,17(16)
F(1)-I-O(1)#1	85,50(8)	Te(2)-O(2)-I	128,33(15)
F(1)-I-O(1)	85,50(8)		

Verwendete Symmetrietransformation für Generierung äquivalenter Atome:

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

6.8 1,1,3,3,5,5-Hexamethylpiperidinium-phenylpentafluoriodat, $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-$

6.8.1 Synthese und spektroskopische Daten

In einem Handschuhkasten werden 140 mg (0,5 mmol) PhIF_4 und 150 mg (0,8 mmol) pip^+F^- in ein PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) eingewogen. Hierzu werden an einer Glasvakuumapparatur bei $-196\text{ }^\circ\text{C}$ 5 ml Acetonitril kondensiert. Die Mischung wird unter Rühren auf $-30\text{ }^\circ\text{C}$ gebracht, wobei beide Komponenten in Lösung gehen. Nach kurzem Stehenlassen bei dieser Temperatur fällt ein farbloser Niederschlag aus. Zur Vervollständigung der Reaktion wird für eine weitere Stunde gerührt. Anschließend wird die überstehenden Lö-

sung mittels eines dünnen Teflonschlauchs entfernt, der Rückstand mit wenig CH₃CN gewaschen und im Hochvakuum bei -30 °C getrocknet. Das farblose Produkt ist sehr hydrolyseempfindlich und bei Raumtemperatur nur kurzfristig stabil.

Die Kristallisation erfolgte aus Acetonitril durch langsames Abkühlen von 10 °C auf -35 °C.

¹⁹F-NMR (CD₃CN, 0 °C bzw. -25 °C):

δ [ppm] = 10 (breites Singulett 5F,)

Raman (krist., -40 °C):

$\bar{\nu}$ [cm⁻¹] = 106,87(vs); 155,09(w); 174,37(w); 226,45(w); 251,52(m); 270,80(w);
298,77(w); 317,09(w); 340,23(w); 351,80(w); 372,06(m); 425,09(w);
474,27(w); 503,20(s); 552,38(w); 570,70(w); 609,27(w); 660,38(w);
784,77(w); 818,52(w); 830,10(w); 904,35(w); 916,88(vw); 940,99(w);
970,88(w); 994,99(w); 1004,63(vw); 1016,20(w); 1033,56(vw); 1045,13(w);
1096,24(vw); 1135,78(w); 1176,28(vw); 1263,06(w); 1370,10(vw);
1427,96(vw); 1470,39(w); 1567,78(vw); 1582,25(vw); 2110,68(w);
2254,36(w); 2873,44(vw); 2910,08(vw); 2931,29(w); 2960,22(w);
3039,30(vw); 3074,01(vw); 3091,37(vw)

Analog zu der oben beschriebenen Vorschrift werden 280 mg (1 mmol) PhIF₄ mit 100 mg (0,53 mmol) pip⁺F⁻ umgesetzt. Es wird das Addukt der Zusammensetzung pip⁺PhIF₅⁻·PhIF₄ erhalten.

¹⁹NMR (CD₃CN, 0 °C): δ [ppm] = 10 (br. s, 5F), -23 (s, 4F)

6.8.2 Kristall- und Strukturdaten für pip⁺PhIF₅⁻·CH₃CN

Liste 37 Kristalldaten und Angabe zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₁₈ H ₁₃₂ F ₅ I N ₂	
Molmasse [g / mol]	510,1	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /c	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 1173,01(17)	α = 90
	b = 1756,5(2)	β = 92,654(12)
	c = 1059,69(15)	γ = 90
Zellvolumen [nm ³]	2,1811(5)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	

Kristallabmessungen [mm ³]	0,3 x 0,3 x 0,1
Farbe und Kristallform	farblose Plättchen
Wellenlänge [pm]	71,073
Messtemperatur [K]	153(2)
Messbereich [°]	1,74 < θ < 30,52
Indexbereich	-16<= h <=16, -25<= k <=24, -15<= l <=15
F(000)	1032
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	1,554
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	1,516
Gemessene Reflexe	26861
Unabhängige Reflexe	6656 [R(int) = 0,0520]
Vollständigkeit zu $\theta = 30,52^\circ$	99,9 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²
Reflexe / restraints / Parameter	6656 / 0 / 342
Goodness-of-fit gegen F ²	1,045
R mit [I>2sigma(I)]	R1 = 0,0309, wR2 = 0,0516
R (alle Daten)	R1 = 0,0358, wR2 = 0,0544
Extinktionskoeffizient	0,00059(10)
Restelektronendichte max/min [e/ Å ⁻³]	1,773 / -2,700

Liste 38 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\text{CH}_3\text{CN}$. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	4983(1)	943(1)	8976(1)	18(1)
F(1)	3803(1)	1659(1)	8158(1)	29(1)
F(2)	6084(1)	89(1)	8644(1)	27(1)
F(3)	5975(1)	764(1)	10547(1)	28(1)
F(4)	4684(1)	1785(1)	10196(1)	30(1)
F(5)	4714(1)	624(1)	7148(1)	28(1)
C(1)	6265(1)	1651(1)	8320(1)	19(1)
C(2)	7360(1)	1571(1)	8850(2)	24(1)
C(3)	8211(2)	2040(1)	8411(2)	30(1)
C(4)	7955(2)	2571(1)	7474(2)	33(1)
C(5)	6852(2)	2639(1)	6962(2)	30(1)
C(6)	5986(1)	2172(1)	7376(2)	23(1)
N(1)	3563(1)	1223(1)	4051(1)	19(1)
C(7)	3381(1)	380(1)	4289(2)	21(1)
C(8)	2143(1)	117(1)	4397(2)	22(1)
C(9)	1539(1)	642(1)	5315(2)	22(1)
C(10)	1671(1)	1506(1)	5128(2)	20(1)
C(11)	2938(1)	1694(1)	5002(2)	21(1)
C(12)	3275(2)	1455(1)	2710(2)	25(1)
C(13)	4820(1)	1373(1)	4281(2)	27(1)
C(14)	2241(2)	-682(1)	4996(2)	33(1)
C(17)	878(2)	1833(1)	4069(2)	27(1)
C(15)	1490(2)	19(1)	3117(2)	29(1)
C(16)	1337(2)	1904(1)	6352(2)	29(1)
N(2)	192(3)	1109(2)	455(3)	69(1)
C(18)	898(2)	801(1)	-60(3)	49(1)
C(19)	1786(2)	401(2)	-705(3)	60(1)

Liste 39 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\text{CH}_3\text{CN}$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	20(1)	15(1)	18(1)	1(1)	3(1)	0(1)
F(1)	24(1)	28(1)	35(1)	6(1)	-1(1)	5(1)
F(2)	28(1)	19(1)	36(1)	-2(1)	3(1)	4(1)
F(3)	33(1)	28(1)	22(1)	4(1)	-2(1)	0(1)
F(4)	37(1)	27(1)	27(1)	-6(1)	8(1)	3(1)
F(5)	33(1)	29(1)	22(1)	-4(1)	-2(1)	-1(1)
C(1)	21(1)	16(1)	20(1)	-1(1)	3(1)	-1(1)
C(2)	25(1)	20(1)	25(1)	3(1)	-2(1)	-1(1)
C(3)	23(1)	29(1)	38(1)	4(1)	-2(1)	-5(1)
C(4)	33(1)	28(1)	38(1)	7(1)	5(1)	-9(1)
C(5)	35(1)	25(1)	29(1)	9(1)	4(1)	-3(1)
C(6)	25(1)	21(1)	22(1)	3(1)	1(1)	1(1)
N(1)	19(1)	16(1)	22(1)	1(1)	3(1)	0(1)
C(7)	20(1)	16(1)	26(1)	1(1)	4(1)	1(1)
C(8)	21(1)	17(1)	28(1)	-1(1)	4(1)	-1(1)
C(9)	21(1)	21(1)	24(1)	1(1)	5(1)	0(1)
C(10)	20(1)	20(1)	21(1)	-2(1)	2(1)	3(1)
C(11)	23(1)	17(1)	23(1)	-3(1)	2(1)	0(1)
C(12)	31(1)	24(1)	20(1)	3(1)	4(1)	1(1)
C(13)	19(1)	26(1)	35(1)	0(1)	4(1)	-3(1)
C(14)	30(1)	19(1)	51(1)	6(1)	9(1)	-1(1)
C(17)	24(1)	27(1)	30(1)	1(1)	-2(1)	7(1)
C(15)	27(1)	29(1)	32(1)	-9(1)	1(1)	-4(1)
C(16)	28(1)	30(1)	29(1)	-7(1)	5(1)	6(1)
N(2)	77(2)	52(1)	76(2)	7(1)	-15(1)	12(1)
C(18)	48(1)	41(1)	57(2)	20(1)	-19(1)	-6(1)
C(19)	41(1)	70(2)	69(2)	35(2)	-2(1)	-3(1)

Liste 40 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\text{CH}_3\text{CN}$.

I(1)-F(4)	200,65(10)	C(2)-H(2)	92(2)
I(1)-F(3)	201,17(10)	C(3)-C(4)	138,5(3)
I(1)-F(2)	202,09(10)	C(3)-H(3)	96(2)
I(1)-F(5)	202,69(10)	C(4)-C(5)	138,5(3)
I(1)-F(1)	203,38(10)	C(4)-H(4)	95(2)
I(1)-C(1)	209,48(15)	C(5)-C(6)	139,2(2)
C(1)-C(6)	138,4(2)	C(5)-H(5)	93(2)
C(1)-C(2)	138,4(2)	C(6)-H(6)	93(2)
C(2)-C(3)	139,1(2)		
N(1)-C(12)	150,2(2)	C(9)-C(10)	154,0(2)
N(1)-C(13)	150,7(2)	C(9)-H(9A)	98(2)
N(1)-C(11)	151,8(2)	C(9)-H(9B)	98(2)
N(1)-C(7)	151,9(2)	C(10)-C(11)	153,4(2)
C(7)-C(8)	153,3(2)	C(10)-C(17)	153,5(2)
C(7)-H(7A)	98(2)	C(10)-C(16)	154,0(2)
C(7)-H(7B)	99(2)	C(11)-H(11A)	97(2)
C(8)-C(15)	153,6(2)	C(11)-H(11B)	94(2)
C(8)-C(9)	153,7(2)	C(12)-H(12A)	94(2)
C(8)-C(14)	154,2(2)	C(12)-H(12B)	96(2)

C(12)-H(12C)	93(2)	C(17)-H(17B)	96(2)
C(13)-H(13A)	90(3)	C(17)-H(17C)	93(2)
C(13)-H(13B)	94(2)	C(15)-H(15A)	93(2)
C(13)-H(13C)	99(3)	C(15)-H(15B)	93(2)
C(14)-H(14A)	98(2)	C(15)-H(15C)	95(2)
C(14)-H(14B)	94(3)	C(16)-H(16A)	97(2)
C(14)-H(14C)	97(2)	C(16)-H(16B)	97(2)
C(17)-H(17A)	98(2)	C(16)-H(16C)	97(2)
N(2)-C(18)	114,8(4)	C(19)-H(19B)	90(3)
C(18)-C(19)	145,3(4)	C(19)-H(19C)	105(2)
C(19)-H(19A)	90(2)		
F(4)-I(1)-F(3)	72,16(4)	C(2)-C(1)-I(1)	118,16(11)
F(4)-I(1)-F(2)	142,35(4)	C(1)-C(2)-C(3)	118,11(15)
F(3)-I(1)-F(2)	71,22(4)	C(1)-C(2)-H(2)	121,1(15)
F(4)-I(1)-F(5)	142,72(4)	C(3)-C(2)-H(2)	120,7(15)
F(3)-I(1)-F(5)	143,71(5)	C(4)-C(3)-C(2)	120,21(17)
F(2)-I(1)-F(5)	72,58(4)	C(4)-C(3)-H(3)	123,0(14)
F(4)-I(1)-F(1)	71,52(5)	C(2)-C(3)-H(3)	116,8(14)
F(3)-I(1)-F(1)	143,68(4)	C(5)-C(4)-C(3)	120,43(17)
F(2)-I(1)-F(1)	144,33(4)	C(5)-C(4)-H(4)	119,9(14)
F(5)-I(1)-F(1)	72,01(4)	C(3)-C(4)-H(4)	119,7(14)
F(4)-I(1)-C(1)	85,73(5)	C(4)-C(5)-C(6)	120,53(16)
F(3)-I(1)-C(1)	88,33(5)	C(4)-C(5)-H(5)	122,2(14)
F(2)-I(1)-C(1)	84,75(5)	C(6)-C(5)-H(5)	117,3(14)
F(5)-I(1)-C(1)	85,97(5)	C(1)-C(6)-C(5)	117,74(15)
F(1)-I(1)-C(1)	88,64(5)	C(1)-C(6)-H(6)	120,6(14)
C(6)-C(1)-C(2)	122,97(15)	C(5)-C(6)-H(6)	121,7(14)
C(6)-C(1)-I(1)	118,87(11)		
C(12)-N(1)-C(13)	106,32(13)	C(17)-C(10)-C(9)	113,74(14)
C(12)-N(1)-C(11)	112,71(12)	C(11)-C(10)-C(16)	105,08(13)
C(13)-N(1)-C(11)	107,26(13)	C(17)-C(10)-C(16)	106,08(13)
C(12)-N(1)-C(7)	113,23(13)	C(9)-C(10)-C(16)	107,95(14)
C(13)-N(1)-C(7)	106,70(12)	N(1)-C(11)-C(10)	116,11(13)
C(11)-N(1)-C(7)	110,18(12)	N(1)-C(11)-H(11A)	105,1(14)
N(1)-C(7)-C(8)	116,56(12)	C(10)-C(11)-H(11A)	113,8(14)
N(1)-C(7)-H(7A)	102,0(13)	N(1)-C(11)-H(11B)	106,2(14)
C(8)-C(7)-H(7A)	108,9(13)	C(10)-C(11)-H(11B)	109,3(14)
N(1)-C(7)-H(7B)	108,0(13)	H(11A)-C(11)-H(11B)	105,6(19)
C(8)-C(7)-H(7B)	111,1(13)	N(1)-C(12)-H(12A)	106,7(14)
H(7A)-C(7)-H(7B)	109,7(18)	N(1)-C(12)-H(12B)	108,9(14)
C(7)-C(8)-C(15)	113,76(14)	H(12A)-C(12)-H(12B)	111(2)
C(7)-C(8)-C(9)	109,38(13)	N(1)-C(12)-H(12C)	108,4(14)
C(15)-C(8)-C(9)	113,62(14)	H(12A)-C(12)-H(12C)	111(2)
C(7)-C(8)-C(14)	104,61(13)	H(12B)-C(12)-H(12C)	111(2)
C(15)-C(8)-C(14)	106,66(15)	N(1)-C(13)-H(13A)	104,7(15)
C(9)-C(8)-C(14)	108,24(14)	N(1)-C(13)-H(13B)	108,8(15)
C(8)-C(9)-C(10)	117,29(13)	H(13A)-C(13)-H(13B)	112(2)
C(8)-C(9)-H(9A)	107,6(14)	N(1)-C(13)-H(13C)	106,6(12)
C(10)-C(9)-H(9A)	107,7(14)	H(13A)-C(13)-H(13C)	111(2)
C(8)-C(9)-H(9B)	109,4(13)	H(13B)-C(13)-H(13C)	113,4(19)
C(10)-C(9)-H(9B)	109,9(13)	C(8)-C(14)-H(14A)	111,7(14)
H(9A)-C(9)-H(9B)	104,0(18)	C(8)-C(14)-H(14B)	108,3(14)
C(11)-C(10)-C(17)	114,39(14)	H(14A)-C(14)-H(14B)	108(2)
C(11)-C(10)-C(9)	109,01(12)	C(8)-C(14)-H(14C)	113,8(14)

H(14A)-C(14)-H(14C)	107,7(19)	H(15A)-C(15)-H(15B)	104,7(19)
H(14B)-C(14)-H(14C)	107(2)	C(8)-C(15)-H(15C)	111,3(14)
C(10)-C(17)-H(17A)	109,5(14)	H(15A)-C(15)-H(15C)	106(2)
C(10)-C(17)-H(17B)	110,2(14)	H(15B)-C(15)-H(15C)	109,7(19)
H(17A)-C(17)-H(17B)	104,8(19)	C(10)-C(16)-H(16A)	111,8(14)
C(10)-C(17)-H(17C)	113,5(14)	C(10)-C(16)-H(16B)	109,5(13)
H(17A)-C(17)-H(17C)	110(2)	H(16A)-C(16)-H(16B)	109,8(19)
H(17B)-C(17)-H(17C)	108,1(19)	C(10)-C(16)-H(16C)	109,2(14)
C(8)-C(15)-H(15A)	115,3(14)	H(16A)-C(16)-H(16C)	110,9(19)
C(8)-C(15)-H(15B)	109,9(14)	H(16B)-C(16)-H(16C)	105,6(19)
N(2)-C(18)-C(19)	179,1(3)	C(18)-C(19)-H(19C)	105,2(13)
C(18)-C(19)-H(19A)	107,9(16)	H(19A)-C(19)-H(19C)	109(2)
C(18)-C(19)-H(19B)	104,9(16)	H(19B)-C(19)-H(19C)	118(2)
H(19A)-C(19)-H(19B)	111(2)		

6.8.3 Kristall- und Strukturdaten für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^- \cdot \text{PhIF}_4$

Liste 40 Kristalldaten und Angabe zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	$\text{C}_{23} \text{H}_{34} \text{F}_9 \text{I}_2 \text{N}$	
Molmasse [g / mol]	749,31	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{c}$	
Gitterkonstanten [pm; °]	$a = 1354,5(2)$	$\alpha = 90$
	$b = 1532,7(2)$	$\beta = 110,01(1)$
	$c = 1365,8(2)$	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm^3]	2,6643(7)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm^3]	0,4 x 0,4 x 0,1	
Farbe und Kristallform	farblose Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,069	
Messtemperatur [K]	173	
Messbereich [°]	$2,93 < \theta < 24,98$	
Indexbereich	$-15 \leq h \leq 16, 0 \leq k \leq 18, -16 \leq l \leq 0$	
F(000)	1464	
Dichte (berechnet) [g/cm^3]	1,868	
Absorptionskoeffizient [mm^{-1}]	2,436	
Gemessene Reflexe	4890	
Unabhängige Reflexe	4673 [R(int) = 0,0285]	
Vollständigkeit zu $\theta = 24,98^\circ$	99,9 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F^2	
Reflexe / restraints / Parameter	4673 / 0 / 419	
Goodness-of-fit gegen F^2	1,035	
R mit [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0,0326, wR2 = 0,0693$	
R (alle Daten)	$R1 = 0,0521, wR2 = 0,0749$	
Restelektronendichte max./min [$e/\text{Å}^{-3}$]	0,848 / -0,900	

Liste 41 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\cdot\text{PhIF}_4$. $U(\text{eq})$ ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	8981(1)	9809(1)	1593(1)	15(1)
F(11)	8253(2)	10345(2)	170(2)	25(1)
F(12)	8599(2)	8846(2)	483(2)	24(1)
F(13)	8723(2)	11063(2)	1817(2)	24(1)
F(14)	9443(2)	8653(2)	2298(2)	27(1)
F(15)	9474(2)	10010(2)	3123(2)	25(1)
C(11)	7505(4)	9590(3)	1708(4)	18(1)
C(12)	7398(5)	8941(4)	2353(4)	25(1)
C(13)	6425(5)	8824(4)	2456(5)	37(2)
C(15)	5736(5)	10026(5)	1296(5)	34(2)
C(14)	5604(5)	9369(5)	1939(5)	37(2)
C(16)	6694(5)	10140(4)	1169(4)	26(1)
I(2)	2468(1)	10859(1)	1658(1)	17(1)
F(21)	3795(3)	11166(2)	1515(2)	31(1)
F(22)	2051(2)	12067(2)	1385(2)	23(1)
F(23)	1223(2)	10653(2)	2019(3)	34(1)
F(24)	3070(3)	9739(2)	2221(2)	34(1)
C(21)	3148(4)	11296(3)	3190(4)	16(1)
C(22)	2601(4)	11889(3)	3559(4)	20(1)
C(23)	3084(5)	12233(4)	4558(4)	27(1)
C(24)	4075(5)	11960(4)	5146(4)	33(1)
C(25)	4597(5)	11351(5)	4766(5)	37(2)
C(26)	4139(5)	11007(4)	3770(4)	29(1)
N(1)	9237(3)	2924(3)	-436(3)	17(1)
C(1)	9090(4)	3836(3)	-82(4)	15(1)
C(2)	8031(4)	4036(3)	33(4)	16(1)
C(3)	7149(4)	3736(3)	-953(4)	16(1)
C(4)	7213(4)	2799(3)	-1317(4)	18(1)
C(5)	8312(4)	2651(4)	-1373(4)	18(1)
C(6)	9474(5)	2272(4)	440(4)	24(1)
C(7)	10189(5)	2959(4)	-766(5)	25(1)
C(8)	7932(5)	3700(4)	1055(4)	23(1)
C(9)	7993(5)	5039(3)	93(5)	24(1)
C(10)	6864(5)	2112(4)	-683(5)	24(1)
C(111)	6466(5)	2709(4)	-2446(5)	29(1)

Liste 42 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\cdot\text{PhIF}_4$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	19(1)	14(1)	11(1)	-2(1)	4(1)	0(1)
F(11)	40(2)	17(2)	17(2)	1(1)	9(1)	2(1)
F(12)	34(2)	16(2)	18(2)	-3(1)	3(1)	5(1)
F(13)	36(2)	13(1)	23(2)	-3(1)	12(1)	-3(1)
F(14)	36(2)	22(2)	21(2)	4(1)	7(1)	10(1)
F(15)	29(2)	28(2)	15(2)	-6(1)	4(1)	2(1)
C(11)	19(3)	18(2)	14(2)	-5(2)	3(2)	-3(2)
C(12)	31(3)	17(3)	27(3)	0(2)	10(3)	-4(2)
C(13)	42(4)	33(3)	42(4)	-7(3)	23(3)	-15(3)
C(15)	22(3)	47(4)	30(3)	-10(3)	4(3)	6(3)

C(14)	29(3)	48(4)	41(4)	-21(3)	21(3)	-12(3)
C(16)	28(3)	26(3)	22(3)	1(2)	5(2)	1(3)
I(2)	24(1)	15(1)	12(1)	-1(1)	4(1)	1(1)
F(21)	31(2)	45(2)	25(2)	3(2)	17(2)	6(2)
F(22)	37(2)	18(2)	14(1)	-1(1)	6(1)	4(1)
F(23)	26(2)	42(2)	32(2)	-2(2)	7(2)	-12(2)
F(24)	60(2)	18(2)	22(2)	4(1)	13(2)	11(2)
C(21)	17(3)	19(3)	13(2)	0(2)	5(2)	-4(2)
C(22)	22(3)	20(3)	19(3)	4(2)	10(2)	4(2)
C(23)	40(3)	27(3)	20(3)	-7(2)	18(3)	-7(3)
C(24)	38(4)	45(4)	14(3)	-6(3)	7(3)	-16(3)
C(25)	25(3)	64(5)	19(3)	-1(3)	5(2)	-2(3)
C(26)	23(3)	44(4)	22(3)	-1(3)	10(2)	5(3)
N(1)	17(2)	12(2)	19(2)	3(2)	4(2)	3(2)
C(1)	17(3)	9(2)	18(3)	-1(2)	4(2)	-2(2)
C(2)	19(3)	14(2)	14(2)	-3(2)	7(2)	-1(2)
C(3)	17(3)	18(3)	13(2)	-1(2)	4(2)	5(2)
C(4)	19(3)	17(3)	14(2)	-4(2)	2(2)	2(2)
C(5)	20(3)	18(3)	13(3)	-1(2)	2(2)	3(2)
C(6)	26(3)	19(3)	23(3)	12(2)	4(2)	3(2)
C(7)	26(3)	22(3)	30(3)	0(3)	14(3)	5(2)
C(8)	23(3)	31(3)	15(3)	-6(2)	7(2)	-3(2)
C(9)	28(3)	16(3)	27(3)	-5(2)	7(3)	1(2)
C(10)	23(3)	17(3)	31(3)	-2(2)	8(3)	-4(2)
C(111)	26(3)	30(3)	22(3)	-10(3)	-3(3)	0(3)

Liste 43 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{pip}^+\text{PhIF}_5^-\cdot\text{PhIF}_4$.

I(1)-F(15)	198,8(3)	C(12)-H(12)	97(6)
I(1)-F(13)	199,7(3)	C(13)-C(14)	137,6(10)
I(1)-F(14)	201,1(3)	C(13)-H(13)	90(6)
I(1)-F(11)	202,8(3)	C(15)-C(16)	137,9(8)
I(1)-F(12)	205,1(3)	C(15)-C(14)	138,8(10)
I(1)-C(11)	208,5(5)	C(15)-H(15)	97(6)
C(11)-C(12)	136,8(7)	C(14)-H(14)	94(6)
C(11)-C(16)	138,1(8)	C(16)-H(16)	86(6)
C(12)-C(13)	138,5(9)		
I(2)-F(21)	193,0(3)	C(22)-H(22)	95(6)
I(2)-F(22)	193,4(3)	C(23)-C(24)	137,2(9)
I(2)-F(23)	193,9(3)	C(23)-H(23)	94(6)
I(2)-F(24)	194,2(3)	C(24)-C(25)	137,5(9)
I(2)-C(21)	208,7(5)	C(24)-H(24)	98(6)
C(21)-C(22)	137,4(7)	C(25)-C(26)	139,1(8)
C(21)-C(26)	137,8(8)	C(25)-H(25)	97(6)
C(22)-C(23)	139,9(8)	C(26)-H(26)	83(6)
N(1)-C(7)	150,5(7)	C(2)-C(8)	153,7(7)
N(1)-C(6)	150,6(6)	C(2)-C(9)	154,2(7)
N(1)-C(5)	151,2(6)	C(3)-C(4)	153,3(7)
N(1)-C(1)	151,4(6)	C(3)-H(3A)	90(6)
C(1)-C(2)	152,6(7)	C(3)-H(3B)	95(6)
C(1)-H(1A)	98(6)	C(4)-C(5)	153,4(7)
C(1)-H(1B)	101(6)	C(4)-C(111)	153,5(7)
C(2)-C(3)	153,3(7)	C(4)-C(10)	153,6(7)

C(5)-H(5A)	96(6)	C(8)-H(8C)	107(6)
C(5)-H(5B)	96(6)	C(9)-H(9A)	102(6)
C(6)-H(6A)	97(6)	C(9)-H(9B)	99(6)
C(6)-H(6B)	99(6)	C(9)-H(9C)	95(6)
C(6)-H(6C)	98(6)	C(10)-H(10A)	102(6)
C(7)-H(7A)	105(6)	C(10)-H(10B)	101(6)
C(7)-H(7B)	97(6)	C(10)-H(10C)	90(6)
C(7)-H(7C)	91(6)	C(111)-H(11A)	96(6)
C(8)-H(8A)	95(6)	C(111)-H(11B)	89(6)
C(8)-H(8B)	96(6)	C(111)-H(11C)	93(6)
F(15)-I(1)-F(13)	72,70(12)	C(16)-C(11)-I(1)	118,0(4)
F(15)-I(1)-F(14)	72,28(12)	C(11)-C(12)-C(13)	118,3(6)
F(13)-I(1)-F(14)	144,76(12)	C(11)-C(12)-H(12)	121(3)
F(15)-I(1)-F(11)	145,33(12)	C(13)-C(12)-H(12)	120(3)
F(13)-I(1)-F(11)	72,75(12)	C(14)-C(13)-C(12)	120,0(6)
F(14)-I(1)-F(11)	141,77(12)	C(14)-C(13)-H(13)	123(4)
F(15)-I(1)-F(12)	142,88(12)	C(12)-C(13)-H(13)	117(4)
F(13)-I(1)-F(12)	142,51(12)	C(16)-C(15)-C(14)	120,2(6)
F(14)-I(1)-F(12)	71,24(12)	C(16)-C(15)-H(15)	118(3)
F(11)-I(1)-F(12)	70,54(11)	C(14)-C(15)-H(15)	122(3)
F(15)-I(1)-C(11)	86,06(16)	C(13)-C(14)-C(15)	120,6(6)
F(13)-I(1)-C(11)	85,43(16)	C(13)-C(14)-H(14)	120(4)
F(14)-I(1)-C(11)	88,37(17)	C(15)-C(14)-H(14)	119(4)
F(11)-I(1)-C(11)	88,45(17)	C(15)-C(16)-C(11)	117,8(6)
F(12)-I(1)-C(11)	86,23(16)	C(15)-C(16)-H(16)	123(4)
C(12)-C(11)-C(16)	123,2(5)	C(11)-C(16)-H(16)	118(4)
C(12)-C(11)-I(1)	118,7(4)		
F(21)-I(2)-F(22)	88,16(14)	C(21)-C(22)-H(22)	128(3)
F(21)-I(2)-F(23)	170,50(14)	C(23)-C(22)-H(22)	114(3)
F(22)-I(2)-F(23)	89,01(14)	C(24)-C(23)-C(22)	119,6(5)
F(21)-I(2)-F(24)	88,64(15)	C(24)-C(23)-H(23)	121(4)
F(22)-I(2)-F(24)	167,82(13)	C(22)-C(23)-H(23)	119(4)
F(23)-I(2)-F(24)	92,24(15)	C(23)-C(24)-C(25)	120,8(5)
F(21)-I(2)-C(21)	85,21(16)	C(23)-C(24)-H(24)	117(3)
F(22)-I(2)-C(21)	83,46(16)	C(25)-C(24)-H(24)	122(3)
F(23)-I(2)-C(21)	85,45(16)	C(24)-C(25)-C(26)	120,8(6)
F(24)-I(2)-C(21)	84,56(17)	C(24)-C(25)-H(25)	123(3)
C(22)-C(21)-C(26)	122,9(5)	C(26)-C(25)-H(25)	116(3)
C(22)-C(21)-I(2)	118,2(4)	C(21)-C(26)-C(25)	117,4(6)
C(26)-C(21)-I(2)	118,8(4)	C(21)-C(26)-H(26)	120(4)
C(21)-C(22)-C(23)	118,4(5)	C(25)-C(26)-H(26)	122(4)
C(7)-N(1)-C(6)	106,9(4)	C(1)-C(2)-C(8)	113,8(4)
C(7)-N(1)-C(5)	107,6(4)	C(3)-C(2)-C(8)	114,4(4)
C(6)-N(1)-C(5)	112,2(4)	C(1)-C(2)-C(9)	104,8(4)
C(7)-N(1)-C(1)	106,4(4)	C(3)-C(2)-C(9)	108,4(4)
C(6)-N(1)-C(1)	112,0(4)	C(8)-C(2)-C(9)	105,7(4)
C(5)-N(1)-C(1)	111,3(4)	C(4)-C(3)-C(2)	116,8(4)
N(1)-C(1)-C(2)	116,7(4)	C(4)-C(3)-H(3A)	112(4)
N(1)-C(1)-H(1A)	106(3)	C(2)-C(3)-H(3A)	103(4)
C(2)-C(1)-H(1A)	108(3)	C(4)-C(3)-H(3B)	107(4)
N(1)-C(1)-H(1B)	105(3)	C(2)-C(3)-H(3B)	110(3)
C(2)-C(1)-H(1B)	115(3)	H(3A)-C(3)-H(3B)	107(5)
H(1A)-C(1)-H(1B)	106(5)	C(3)-C(4)-C(5)	108,6(4)
C(1)-C(2)-C(3)	109,1(4)	C(3)-C(4)-C(111)	108,6(4)

C(5)-C(4)-C(111)	104,7(4)	C(2)-C(8)-H(8B)	118(3)
C(3)-C(4)-C(10)	113,4(4)	H(8A)-C(8)-H(8B)	105(5)
C(5)-C(4)-C(10)	114,8(4)	C(2)-C(8)-H(8C)	112(3)
C(111)-C(4)-C(10)	106,3(5)	H(8A)-C(8)-H(8C)	109(5)
N(1)-C(5)-C(4)	117,0(4)	H(8B)-C(8)-H(8C)	101(5)
N(1)-C(5)-H(5A)	107(3)	C(2)-C(9)-H(9A)	110(3)
C(4)-C(5)-H(5A)	112(3)	C(2)-C(9)-H(9B)	109(3)
N(1)-C(5)-H(5B)	102(3)	H(9A)-C(9)-H(9B)	116(5)
C(4)-C(5)-H(5B)	112(3)	C(2)-C(9)-H(9C)	111(4)
H(5A)-C(5)-H(5B)	106(5)	H(9A)-C(9)-H(9C)	103(5)
N(1)-C(6)-H(6A)	113(3)	H(9B)-C(9)-H(9C)	108(5)
N(1)-C(6)-H(6B)	107(3)	C(4)-C(10)-H(10A)	105(3)
H(6A)-C(6)-H(6B)	119(5)	C(4)-C(10)-H(10B)	117(3)
N(1)-C(6)-H(6C)	108(3)	H(10A)-C(10)-H(10B)	114(5)
H(6A)-C(6)-H(6C)	105(5)	C(4)-C(10)-H(10C)	105(4)
H(6B)-C(6)-H(6C)	103(5)	H(10A)-C(10)-H(10C)	113(5)
N(1)-C(7)-H(7A)	112(3)	H(10B)-C(10)-H(10C)	103(5)
N(1)-C(7)-H(7B)	108(3)	C(4)-C(111)-H(11A)	114(3)
H(7A)-C(7)-H(7B)	108(5)	C(4)-C(111)-H(11B)	113(4)
N(1)-C(7)-H(7C)	108(4)	H(11A)-C(111)-H(11B)	107(5)
H(7A)-C(7)-H(7C)	113(5)	C(4)-C(111)-H(11C)	107(4)
H(7B)-C(7)-H(7C)	107(5)	H(11A)-C(111)-H(11C)	111(5)
C(2)-C(8)-H(8A)	110(3)	H(11B)-C(111)-H(11C)	105(5)

6.9 Phenyl-trifluoro-iodonium-hexafluoroantimonat, $\text{PhIF}_3^+\text{SbF}_6^-$

6.9.1 Synthese

140 mg (0,5 mmol) PhIF_4 werden in einem Handschuhkasten in ein PFA-Reaktionsröhrchen (6,5 mm Innendurchmesser) eingewogen. Anschließend werden 3 ml aHF und 200 mg (0,9 mmol) SbF_5 bei $-196\text{ }^\circ\text{C}$ einkondensiert. Nach Abschmelzen des Röhrchens wird die Lösung unter Schütteln auf $-30\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt. Nach langsamem Abkühlen auf $-80\text{ }^\circ\text{C}$ entstehen für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle in Form von farblosen Plättchen.

6.9.2 Kristall- und Strukturdaten für $\text{PhIF}_3^+\text{SbF}_6^-$

Liste 44 Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Summenformel	$\text{C}_6\text{H}_5\text{F}_9\text{I}\text{Sb}$	
Molmasse [g / mol]	496,75	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{c}$	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 556,37(10)	$\alpha = 90$
	b = 2401,7(6)	$\beta = 105,899(11)$

	$c = 867,3(2)$	$\gamma = 90$
Zellvolumen [nm ³]	1,1146(4)	
Formeleinheiten pro Zelle	4	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,3 x 0,3 x 0,2	
Farbe und Kristallform	farblose Würfel	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	193(2)	
Messbereich [°]	$1,70 < \theta < 30,01$	
Indexbereich	$-7 \leq h \leq 6, -25 \leq k \leq 33, -11 \leq l \leq 12$	
F(000)	904	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	2,960	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	5,342	
Gemessene Reflexe	7282	
Unabhängige Reflexe	3220 [R(int) = 0,0548]	
Vollständigkeit zu $\theta = 30,01^\circ$	99,0 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	3220 / 0 / 156	
Goodness-of-fit gegen F ²	0,836	
R mit [I > 2 σ (I)]	R1 = 0,0383, wR2 = 0,0592	
R (alle Daten)	R1 = 0,0829, wR2 = 0,0670	
Extinktionskoeffizient	0,00026(7)	
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	1,013 / -1,160	

Liste 45 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{PhIF}_3^+\text{SbF}_6^-$. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I	750(1)	7066(1)	7110(1)	16(1)
F(7)	3823(7)	7097(2)	8562(5)	35(1)
F(8)	-322(7)	7202(2)	8979(4)	30(1)
F(9)	2707(7)	6868(2)	5716(5)	33(1)
C(1)	121(11)	6224(3)	7418(7)	18(1)
C(2)	-1540(12)	6082(3)	8306(8)	24(2)
C(3)	-1971(13)	5530(3)	8477(9)	33(2)
C(4)	-805(15)	5128(3)	7836(9)	37(2)
C(5)	829(14)	5284(3)	6936(8)	30(2)
C(6)	1312(13)	5836(3)	6707(8)	24(2)
Sb	-4203(1)	6450(1)	2684(1)	16(1)
F(1)	-2934(7)	7011(2)	1602(4)	29(1)
F(2)	-5402(7)	5919(2)	3859(5)	30(1)
F(3)	-2869(6)	6853(2)	4625(4)	23(1)
F(4)	-5523(7)	6059(2)	778(5)	35(1)
F(5)	-7153(6)	6869(2)	2337(4)	24(1)
F(6)	-1210(7)	6055(2)	3058(5)	32(1)

Liste 46 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{PhIF}_3^+\text{SbF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I	16(1)	15(1)	15(1)	0(1)	2(1)	1(1)
F(7)	24(2)	27(3)	42(3)	10(2)	-11(2)	-1(2)
F(8)	50(3)	25(3)	20(2)	-2(2)	15(2)	9(2)
F(9)	41(3)	29(3)	40(3)	2(2)	30(2)	6(2)
C(1)	20(3)	17(4)	14(3)	7(3)	2(3)	5(3)
C(2)	23(4)	20(4)	30(4)	3(3)	8(3)	4(3)
C(3)	28(4)	31(5)	40(5)	12(4)	10(3)	-6(3)
C(4)	54(5)	16(4)	35(5)	9(4)	3(4)	-1(4)
C(5)	41(5)	22(4)	25(4)	0(3)	8(3)	7(4)
C(6)	36(4)	19(4)	22(4)	-3(3)	18(3)	2(3)
Sb	15(1)	16(1)	16(1)	-1(1)	3(1)	-1(1)
F(1)	31(2)	37(3)	20(2)	6(2)	8(2)	-6(2)
F(2)	37(3)	19(2)	35(2)	10(2)	12(2)	-4(2)
F(3)	24(2)	25(2)	16(2)	0(2)	2(2)	-4(2)
F(4)	34(3)	32(3)	35(3)	-9(2)	5(2)	-6(2)
F(5)	15(2)	22(2)	30(2)	-1(2)	-2(2)	4(2)
F(6)	21(2)	27(3)	46(3)	-4(2)	7(2)	8(2)

Liste 47 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{PhIF}_3^+\text{SbF}_6^-$.

I-F(7)	182,6(4)	C(3)-C(4)	136,5(10)
I-F(9)	189,5(3)	C(3)-H(3)	95,00
I-F(8)	190,3(4)	C(4)-C(5)	140,3(10)
I-C(1)	208,2(7)	C(4)-H(4)	95,00
C(1)-C(6)	138,2(8)	C(5)-C(6)	137,9(9)
C(1)-C(2)	139,7(8)	C(5)-H(5)	95,00
C(2)-C(3)	136,2(9)	C(6)-H(6)	95,00
C(2)-H(2)	95,00		
Sb-F(6)	186,6(4)	Sb-F(5)	187,7(3)
Sb-F(2)	186,7(4)	Sb-F(1)	188,6(4)
Sb-F(4)	186,8(4)	Sb-F(3)	190,7(4)
F(7)-I-F(9)	81,82(19)	C(2)-C(3)-C(4)	121,8(7)
F(7)-I-F(8)	81,84(19)	C(2)-C(3)-H(3)	119,1
F(9)-I-F(8)	162,82(18)	C(4)-C(3)-H(3)	119,1
F(7)-I-C(1)	96,3(2)	C(3)-C(4)-C(5)	119,4(7)
F(9)-I-C(1)	89,2(2)	C(3)-C(4)-H(4)	120,3
F(8)-I-C(1)	87,4(2)	C(5)-C(4)-H(4)	120,3
C(6)-C(1)-C(2)	123,5(6)	C(6)-C(5)-C(4)	121,3(7)
C(6)-C(1)-I	118,6(5)	C(6)-C(5)-H(5)	119,4
C(2)-C(1)-I	117,9(5)	C(4)-C(5)-H(5)	119,4
C(3)-C(2)-C(1)	117,4(6)	C(5)-C(6)-C(1)	116,6(6)
C(3)-C(2)-H(2)	121,3	C(5)-C(6)-H(6)	121,7
C(1)-C(2)-H(2)	121,3	C(1)-C(6)-H(6)	121,7
F(6)-Sb-F(2)	89,60(18)	F(2)-Sb-F(5)	91,49(17)
F(6)-Sb-F(4)	90,80(18)	F(4)-Sb-F(5)	90,72(17)
F(2)-Sb-F(4)	91,53(18)	F(6)-Sb-F(1)	90,69(17)
F(6)-Sb-F(5)	178,10(18)	F(2)-Sb-F(1)	176,79(17)

F(4)-Sb-F(1)	91,66(17)	F(4)-Sb-F(3)	179,64(19)
F(5)-Sb-F(1)	88,13(17)	F(5)-Sb-F(3)	88,94(16)
F(6)-Sb-F(3)	89,53(17)	F(1)-Sb-F(3)	88,20(16)
F(2)-Sb-F(3)	88,60(17)		

6.10 Phenyliodoxydifluorid, PhIOF₂

6.10.1 Synthese und spektroskopische Daten

Die Darstellung erfolgt gemäß Literatur [59a]:

In einem 200 ml FEP-Gefäß werden 3,5 g (14,8 mmol) PhIO₂ vorgelegt. Anschließend wird mit 40%iger Flusssäure eine gesättigte Lösung hergestellt und auf 60 °C erwärmt. Nach 30 min Rühren bei dieser Temperatur wird zunächst auf Raumtemperatur, dann auf 0 °C abgekühlt. Es bilden sich farblose, nadelförmige Kristalle, die nach Abdekantieren von der überstehenden Lösung an einer Metallvakuumapparatur bei Raumtemperatur getrocknet werden.

Die Ausbeute ist fast quantitativ bezogen auf PhIO₂.

PhIOF₂ ist hydrolyseempfindlich und zersetzt sich erst bei 224 °C unter Verpuffung. Es ist in den gängigen organischen Lösemitteln CH₃CN, CH₂Cl₂, F11 etc. schwer bis gar nicht löslich.

¹⁹F-NMR (CH₃CN):

$$\delta [\text{ppm}] = -29,7 \text{ (s, PhIOF}_2\text{)}$$

Raman (krist. RT):

$$\bar{\nu} [\text{cm}^{-1}] = 82,77(\text{vs}); 140,62(\text{m}); 216,80(\text{w}); 254,41(\text{m}); 264,05(\text{m}); 299,73(\text{w}); 319,02(\text{w}); 330,59(\text{w}); 384,59(\text{vw}); 509,95(\text{w}); 527,31(\text{w}); 605,41(\text{vw}); 653,63(\text{w}); 657,49(\text{w}); 730,77(\text{w}); 787,67(\text{S}); 821,42(\text{w}); 992,10(\text{w}); 1013,31 (\text{m}); 1167,60(\text{vw}); 1184,96(\text{vw}); 1563,92(\text{vw}); 1581,28(\text{vw}); 3070,15(\text{w})$$

6.10.2 Kristall- und Strukturdaten für PhIOF₂

Liste 48 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₆ H ₅ F ₂ I O
Molmasse [g / mol]	258,00
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P $\bar{1}$

Gitterkonstanten [pm; °]	a = 833,37(2)	$\alpha = 69,183(2)$
	b = 1201,49(4)	$\beta = 81,145(2)$
	c = 1603,48(5)	$\gamma = 70,602(2)$
Zellvolumen [nm ³]	1,41437(7)	
Formeleinheiten pro Zelle	8	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,1 x 0,1 x 0,5	
Farbe und Kristallform	farblose Nadeln	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	193	
Messbereich [°]	1,36 < θ < 31,60	
Indexbereich	-12 ≤ h ≤ 11, -17 ≤ k ≤ 17, -23 ≤ l ≤ 17	
F(000)	960	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	2,423	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	4,490	
Gemessene Reflexe	17105	
Unabhängige Reflexe	8372 [R(int) = 0,0720]	
Vollständigkeit zu $\theta = 31,60^\circ$	88,1 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	8372 / 0 / 422	
Goodness-of-fit gegen F ²	0,843	
R mit [I > 2 σ (I)]	R1 = 0,0398, wR2 = 0,0628	
R (alle Daten)	R1 = 0,0843, wR2 = 0,0716	
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	1,574 / -1,686	

Liste 49 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für PhIOF₂. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij}-Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	4929(1)	8714(1)	2284(1)	17(1)
I(2)	1269(1)	1409(1)	2599(1)	17(1)
I(3)	10120(1)	8234(1)	2635(1)	17(1)
I(4)	-3796(1)	1866(1)	2480(1)	17(1)
F(11)	5657(4)	10005(3)	1320(2)	24(1)
F(12)	4396(4)	7237(3)	3157(2)	32(1)
F(21)	1144(4)	-97(3)	3593(2)	29(1)
F(22)	1293(4)	3002(3)	1698(2)	30(1)
F(31)	11327(4)	6500(3)	3275(2)	27(1)
F(32)	9072(4)	9947(3)	1867(2)	25(1)
F(41)	-5170(4)	3434(3)	1697(2)	27(1)
F(42)	-2642(4)	354(3)	3432(2)	29(1)
O(1)	2810(4)	9355(3)	1887(2)	22(1)
O(2)	3496(4)	991(3)	2736(3)	25(1)
O(3)	8119(4)	7934(3)	2904(2)	21(1)
O(4)	-2029(4)	2471(3)	2252(2)	22(1)
C(11)	6035(7)	7570(5)	1488(4)	21(1)
C(12)	5569(7)	8061(5)	609(4)	22(1)
C(13)	6287(8)	7312(6)	72(4)	26(1)
C(14)	7396(8)	6153(6)	411(4)	28(1)
C(15)	7836(8)	5694(6)	1290(4)	30(2)
C(16)	7140(8)	6408(6)	1855(4)	26(1)
C(21)	271(7)	2388(5)	3515(3)	17(1)

C(22)	554(7)	3531(5)	3318(4)	23(1)
C(23)	-127(8)	4178(5)	3925(4)	26(1)
C(24)	-1023(8)	3698(6)	4670(4)	29(2)
C(25)	-1302(7)	2559(6)	4852(4)	25(1)
C(26)	-632(7)	1894(5)	4262(4)	23(1)
C(31)	10819(7)	7754(5)	1465(3)	19(1)
C(32)	9814(7)	8459(5)	734(4)	21(1)
C(33)	10203(9)	8078(6)	-12(4)	29(2)
C(34)	11516(8)	7043(6)	-14(4)	31(2)
C(35)	12489(8)	6350(6)	715(4)	31(2)
C(36)	12155(8)	6694(6)	1479(4)	28(1)
C(41)	-4950(7)	2502(5)	3549(3)	20(1)
C(42)	-4958(7)	3707(5)	3460(4)	22(1)
C(43)	-5577(8)	4110(6)	4190(4)	28(1)
C(44)	-6196(8)	3358(6)	4952(4)	28(2)
C(45)	-6196(8)	2163(6)	5009(4)	26(1)
C(46)	-5558(7)	1738(5)	4290(4)	22(1)

Liste 50 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für PhIOF_2 . Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	15(1)	18(1)	23(1)	-10(1)	-2(1)	-7(1)
I(2)	14(1)	18(1)	25(1)	-12(1)	-2(1)	-6(1)
I(3)	18(1)	19(1)	20(1)	-8(1)	-2(1)	-10(1)
I(4)	15(1)	19(1)	22(1)	-10(1)	-2(1)	-8(1)
F(11)	26(2)	18(2)	30(2)	-7(2)	-1(1)	-10(2)
F(12)	44(2)	31(2)	27(2)	-5(2)	-1(2)	-22(2)
F(21)	34(2)	16(2)	37(2)	-9(2)	-2(2)	-9(2)
F(22)	36(2)	24(2)	29(2)	-7(2)	-1(2)	-12(2)
F(31)	27(2)	26(2)	25(2)	2(1)	-10(1)	-11(2)
F(32)	21(2)	27(2)	29(2)	-13(2)	1(1)	-9(2)
F(41)	23(2)	29(2)	26(2)	-6(2)	-11(1)	-1(2)
F(42)	34(2)	24(2)	31(2)	-11(2)	-1(2)	-8(2)
O(1)	8(2)	27(2)	37(2)	-22(2)	-3(2)	0(2)
O(2)	12(2)	31(3)	43(2)	-28(2)	1(2)	-5(2)
O(3)	18(2)	30(2)	25(2)	-13(2)	3(2)	-15(2)
O(4)	16(2)	26(2)	31(2)	-10(2)	-2(2)	-15(2)
C(11)	21(3)	26(4)	27(3)	-15(3)	1(2)	-13(3)
C(12)	23(3)	18(3)	26(3)	-6(3)	-8(2)	-7(3)
C(13)	30(4)	30(4)	24(3)	-12(3)	-4(3)	-12(3)
C(14)	38(4)	22(4)	33(3)	-17(3)	2(3)	-12(3)
C(15)	40(4)	12(3)	37(4)	-7(3)	-7(3)	-3(3)
C(16)	29(4)	25(4)	28(3)	-8(3)	-9(3)	-10(3)
C(21)	21(3)	20(3)	15(2)	-10(2)	0(2)	-7(2)
C(22)	24(3)	18(3)	26(3)	-5(3)	-9(2)	-5(3)
C(23)	32(4)	14(3)	37(3)	-10(3)	-12(3)	-3(3)
C(24)	31(4)	27(4)	31(3)	-18(3)	-9(3)	2(3)
C(25)	24(3)	29(4)	18(3)	-7(3)	0(2)	-3(3)
C(26)	26(3)	19(3)	25(3)	-6(3)	-6(2)	-9(3)
C(31)	22(3)	18(3)	20(3)	-5(2)	-2(2)	-11(3)
C(32)	25(3)	18(3)	19(3)	-2(2)	-2(2)	-10(3)
C(33)	48(4)	24(4)	20(3)	-4(3)	-7(3)	-20(3)

C(34)	41(4)	31(4)	29(3)	-18(3)	4(3)	-14(3)
C(35)	29(4)	31(4)	45(4)	-26(3)	8(3)	-12(3)
C(36)	24(3)	30(4)	34(3)	-12(3)	-8(3)	-8(3)
C(41)	17(3)	25(3)	21(3)	-13(3)	-2(2)	-5(3)
C(42)	22(3)	22(3)	25(3)	-6(3)	-6(2)	-12(3)
C(43)	30(4)	25(4)	37(3)	-18(3)	-7(3)	-7(3)
C(44)	24(3)	31(4)	30(3)	-21(3)	-6(3)	4(3)
C(45)	28(3)	30(4)	17(3)	-5(3)	-1(2)	-8(3)
C(46)	22(3)	18(3)	27(3)	-6(3)	-6(2)	-7(3)

Liste 51 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für PhIOF₂.

I(1)-O(1)	179,2(3)	C(22)-H(22)	97(5)
I(1)-F(11)	194,8(3)	C(23)-C(24)	135,6(8)
I(1)-F(12)	196,8(3)	C(23)-H(23)	96(5)
I(1)-C(11)	209,9(5)	C(24)-C(25)	138,6(8)
I(2)-O(2)	178,2(3)	C(24)-H(24)	94(5)
I(2)-F(22)	195,0(3)	C(25)-C(26)	138,7(7)
I(2)-F(21)	196,1(3)	C(25)-H(25)	96(5)
I(2)-C(21)	210,6(4)	C(26)-H(26)	98(5)
I(3)-O(3)	177,9(3)	C(31)-C(36)	138,1(8)
I(3)-F(31)	195,3(3)	C(31)-C(32)	138,6(7)
I(3)-F(32)	196,3(3)	C(32)-C(33)	138,4(7)
I(3)-C(31)	209,8(5)	C(32)-H(32)	84(5)
I(4)-O(4)	178,5(3)	C(33)-C(34)	135,7(8)
I(4)-F(41)	194,1(3)	C(33)-H(33)	98(5)
I(4)-F(42)	196,9(3)	C(34)-C(35)	136,7(8)
I(4)-C(41)	209,3(5)	C(34)-H(34)	99(4)
C(11)-C(16)	136,8(8)	C(35)-C(36)	138,8(7)
C(11)-C(12)	138,2(7)	C(35)-H(35)	101(5)
C(12)-C(13)	139,4(7)	C(36)-H(36)	103(5)
C(12)-H(12)	100(5)	C(41)-C(46)	136,3(8)
C(13)-C(14)	136,0(8)	C(41)-C(42)	140,2(7)
C(13)-H(13)	85(5)	C(42)-C(43)	138,6(7)
C(14)-C(15)	137,8(8)	C(42)-H(42)	93(5)
C(14)-H(14)	99(5)	C(43)-C(44)	138,0(8)
C(15)-C(16)	139,7(8)	C(43)-H(43)	91(5)
C(15)-H(15)	91(5)	C(44)-C(45)	140,6(8)
C(16)-H(16)	97(5)	C(44)-H(44)	89(5)
C(21)-C(26)	136,6(7)	C(45)-C(46)	138,5(7)
C(21)-C(22)	138,8(7)	C(45)-H(45)	94(5)
C(22)-C(23)	139,5(7)	C(46)-H(46)	76(5)
O(1)-I(1)-F(11)	90,99(15)	F(21)-I(2)-C(21)	86,49(17)
O(1)-I(1)-F(12)	91,60(16)	O(3)-I(3)-F(31)	91,61(15)
F(11)-I(1)-F(12)	171,28(13)	O(3)-I(3)-F(32)	91,97(15)
O(1)-I(1)-C(11)	99,42(18)	F(31)-I(3)-F(32)	173,20(12)
F(11)-I(1)-C(11)	85,64(18)	O(3)-I(3)-C(31)	100,04(17)
F(12)-I(1)-C(11)	85,72(18)	F(31)-I(3)-C(31)	86,52(17)
O(2)-I(2)-F(22)	91,15(16)	F(32)-I(3)-C(31)	87,16(17)
O(2)-I(2)-F(21)	90,11(16)	O(4)-I(4)-F(41)	90,04(15)
F(22)-I(2)-F(21)	174,02(12)	O(4)-I(4)-F(42)	93,21(15)
O(2)-I(2)-C(21)	101,14(17)	F(41)-I(4)-F(42)	170,74(13)
F(22)-I(2)-C(21)	87,53(17)	O(4)-I(4)-C(41)	98,63(18)

F(41)-I(4)-C(41)	87,38(17)	C(25)-C(26)-H(26)	118(3)
F(42)-I(4)-C(41)	83,57(17)	C(36)-C(31)-C(32)	122,7(5)
C(16)-C(11)-C(12)	124,1(5)	C(36)-C(31)-I(3)	119,1(4)
C(16)-C(11)-I(1)	119,6(4)	C(32)-C(31)-I(3)	117,9(4)
C(12)-C(11)-I(1)	116,3(4)	C(31)-C(32)-C(33)	117,6(6)
C(11)-C(12)-C(13)	117,0(6)	C(31)-C(32)-H(32)	118(3)
C(11)-C(12)-H(12)	121(3)	C(33)-C(32)-H(32)	125(3)
C(13)-C(12)-H(12)	122(3)	C(34)-C(33)-C(32)	120,5(6)
C(14)-C(13)-C(12)	120,6(5)	C(34)-C(33)-H(33)	113(3)
C(14)-C(13)-H(13)	127(3)	C(32)-C(33)-H(33)	126(3)
C(12)-C(13)-H(13)	112(3)	C(33)-C(34)-C(35)	121,3(5)
C(13)-C(14)-C(15)	120,8(5)	C(33)-C(34)-H(34)	122(3)
C(13)-C(14)-H(14)	119(3)	C(35)-C(34)-H(34)	117(3)
C(15)-C(14)-H(14)	120(3)	C(34)-C(35)-C(36)	120,4(6)
C(14)-C(15)-C(16)	120,6(6)	C(34)-C(35)-H(35)	125(3)
C(14)-C(15)-H(15)	126(3)	C(36)-C(35)-H(35)	115(3)
C(16)-C(15)-H(15)	113(3)	C(31)-C(36)-C(35)	117,4(6)
C(11)-C(16)-C(15)	116,8(5)	C(31)-C(36)-H(36)	131(3)
C(11)-C(16)-H(16)	124(3)	C(35)-C(36)-H(36)	111(3)
C(15)-C(16)-H(16)	119(3)	C(46)-C(41)-C(42)	124,0(5)
C(26)-C(21)-C(22)	122,9(5)	C(46)-C(41)-I(4)	120,3(4)
C(26)-C(21)-I(2)	119,6(4)	C(42)-C(41)-I(4)	115,6(4)
C(22)-C(21)-I(2)	117,5(4)	C(43)-C(42)-C(41)	116,8(5)
C(21)-C(22)-C(23)	117,0(5)	C(43)-C(42)-H(42)	124(3)
C(21)-C(22)-H(22)	123(3)	C(41)-C(42)-H(42)	119(3)
C(23)-C(22)-H(22)	120(3)	C(44)-C(43)-C(42)	120,6(6)
C(24)-C(23)-C(22)	120,8(6)	C(44)-C(43)-H(43)	120(3)
C(24)-C(23)-H(23)	125(3)	C(42)-C(43)-H(43)	119(3)
C(22)-C(23)-H(23)	114(3)	C(43)-C(44)-C(45)	120,9(5)
C(23)-C(24)-C(25)	121,4(5)	C(43)-C(44)-H(44)	118(3)
C(23)-C(24)-H(24)	128(3)	C(45)-C(44)-H(44)	121(3)
C(25)-C(24)-H(24)	111(3)	C(46)-C(45)-C(44)	119,3(6)
C(24)-C(25)-C(26)	119,0(6)	C(46)-C(45)-H(45)	122(3)
C(24)-C(25)-H(25)	125(3)	C(44)-C(45)-H(45)	119(3)
C(26)-C(25)-H(25)	116(3)	C(41)-C(46)-C(45)	118,4(5)
C(21)-C(26)-C(25)	118,9(5)	C(41)-C(46)-H(46)	129(4)
C(21)-C(26)-H(26)	123(3)	C(45)-C(46)-H(46)	112(4)

6.11 Diphenyloxiiodonium-trifluoroacetat, Ph₂IOTfa

6.11.1 Synthese und spektroskopische Daten

Die Darstellung erfolgt nach der von Beringer & Bodlaender beschriebenen Vorschrift [59b]:

Zu 125 ml einer 1M NaOH werden bei 0 °C unter Rühren 16,9 g (71,6 mmol) PhIO₂ gegeben.

Nach 1,5 h wird das gebildete Natriumiodat abfiltriert und CO₂ in das Filtrat bis zur neutralen Reaktion geleitet. Dann wird langsam soviel CF₃COOH zugegeben, bis keine Gasentwicklung mehr zu beobachten ist. Der ausgefallene farblose Niederschlag wird abfiltriert, zunächst mit

Wasser neutral gewaschen und anschließend zweimal mit Diethylether gespült. Das Produkt wird dann im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 7,72 g (18,8 mmol) 53% der Theorie

Schmp.: 155,2 °C (Zers.)

$^1\text{H-NMR}$ (CD_3CN):

δ [ppm] = 7,49 (t, 2H(para), $^3\text{J}(\text{HH}) = 7.4$ Hz), 7,62 (m, 4H(meta)), 8,07 (m, 4H (ortho))

$^{19}\text{F-NMR}$ (CD_3CN):

δ [ppm] = 76,6 (s, CF_3COO)

Raman (krist., RT):

$\bar{\nu}$ [cm^{-1}] = 57,69(vs); 81,80(vs); 128,09(m); 178,23(w); 195,59(w); 211,98(w);
238,98(m); 252,48(m); 289,13(w); 315,16(w); 409,66(vw); 442,45(vw);
462,70(vw); 606,38(vw); 651,70(m); 699,92(S); 751,99(w); 833,95(vw);
993,06(w); 1013,31(w); 1042,24(vw); 1170,49(vw); 1181,10(vw);
1422,17(vw); 1562,96(vw); 1581,28(vw); 1652,64(vw); 3063,40(vw);
3127,05(vw)

6.12 Diphenyl-iod-oxyfluorid, Ph_2IOF

6.12.1 Synthese und spektroskopische Daten

Die Darstellung erfolgt nach der von Beringer u. Bodlaender beschriebenen Vorschrift [59b]: 5 g (10,6 mmol) Ph_2IOTfa werden in 40 ml kochendem Wasser gelöst. Hierzu wird solange kaltgesättigte KF-Lösung getropft, bis kein Niederschlag mehr ausfällt. Anschließend wird der Niederschlag abgesaugt, mit Diethylether gewaschen und im Vakuum getrocknet. Ph_2IOF wird als farbloses, kristallines Pulver erhalten. Geeignete Kristalle konnten aus CH_3CN durch Lösen der Substanz bei Raumtemperatur und langsames Abkühlen auf -40 °C erhalten werden.

Ausbeute: 2,8 g (8,9 mmol) 83% der Theorie

Schmp.: 209,7 °C (Zers.)

$^{19}\text{F-NMR}$ (CH_3COOH):

δ [ppm]: -69,7 (br. s, 1F)

Raman (krist. RT):

$\bar{\nu}$ [cm⁻¹] = 62,52(s); 80,84(vs); 126,16(m); 172,45(w); 223,55(w); 244,77(m); 256,34(m);
292,02(w); 400,98(w); 439,56(w); 606,38(w); 646,88(m); 658,45(w);
717,27(w); 732,70(w); 827,20(vw); 926,52(vw); 984,38(w); 994,03(w);
1015,24(w); 1183,03(vw); 1410,60(vw); 1466,53(vw); 1581,28(vw);
1643,96(vw); 3049,90(vw); 3079,80(vw)

6.12.2 Kristall- und Strukturdaten für Ph₂IOF

Liste 52 Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₁₂ H ₁₀ F I O		
Molmasse [g / mol]	316,10		
Kristallsystem	triklin		
Raumgruppe	P $\bar{1}$		
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 735,03(13)	α = 68,584(4)	
	b = 876,32(19)	β = 82,332(7)	
	c = 877,25(18)	γ = 82,403(5)	
Zellvolumen [nm ³]	0,51920(18)		
Formeleinheiten pro Zelle	2		
Kristallabmessungen [mm ³]	0,3 x 0,3 x 0,3		
Farbe und Kristallform	farblose Würfel		
Wellenlänge [pm]	71,073		
Messtemperatur [K]	193(2)		
Messbereich [°]	2,50 < θ < 30,00		
Indexbereich	-9 <= h <= 10, -12 <= k <= 12, -12 <= l <= 12		
F(000)	304		
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	2,022		
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	3,066		
Gemessene Reflexe	6160		
Unabhängige Reflexe	3000 [R(int) = 0,0230]		
Vollständigkeit zu $\theta = 30,00^\circ$	99,1 %		
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²		
Reflexe / restraints / Parameter	3000 / 0 / 138		
Goodness-of-fit gegen F ²	1,053		
R mit [I > 2 σ (I)]	R1 = 0,0278, wR2 = 0,0575		
R (alle Daten)	R1 = 0,0345, wR2 = 0,0595		
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	1,263 / -0,630		

Liste 53 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² $\times 10^{-1}$) für Ph₂IOF. U(eq) ist definiert als $1/3$ des orthogonalisierten U_{ij}-Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	2493(1)	9258(1)	5748(1)	22(1)
F	5112(7)	8292(12)	4908(12)	25(1)
O	162(7)	10018(14)	6626(14)	20(1)
C(1)	1545(11)	6909(13)	6343(12)	19(2)

C(2)	27(14)	6538(12)	7411(14)	27(2)
C(3)	-518(13)	4870(14)	7939(13)	28(2)
C(4)	367(11)	3753(17)	7309(18)	29(2)
C(5)	1884(16)	4179(12)	6222(14)	24(2)
C(6)	2421(14)	5813(14)	5766(14)	30(2)
C(7)	3465(12)	8597(13)	8113(11)	21(2)
C(8)	2368(12)	9351(11)	9200(10)	14(2)
C(9)	3039(16)	8949(14)	10660(13)	29(2)
C(10)	4608(13)	7863(17)	11089(16)	30(2)
C(11)	5635(14)	7163(15)	9968(14)	34(3)
C(12)	5032(13)	7483(14)	8521(14)	27(2)

Liste 54 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für Ph_2IOF . Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	32(1)	22(1)	12(1)	-4(1)	-7(1)	-7(1)
F	27(2)	21(2)	27(2)	-12(2)	3(2)	-3(2)
O	20(2)	19(3)	25(3)	-12(2)	-8(2)	3(2)
C(1)	20(4)	19(5)	17(4)	-3(3)	1(3)	-4(4)
C(2)	37(5)	6(4)	36(5)	-1(3)	-9(4)	-7(3)
C(3)	40(4)	14(3)	27(4)	-1(3)	0(3)	-16(3)
C(4)	30(4)	12(4)	39(4)	3(3)	-13(3)	-9(3)
C(5)	43(4)	1(2)	28(3)	-1(2)	-11(3)	-9(2)
C(6)	27(4)	31(5)	28(4)	-5(3)	-4(3)	-7(3)
C(7)	34(5)	20(5)	13(4)	-4(3)	-7(3)	-16(4)
C(8)	24(3)	10(3)	13(3)	-8(2)	-2(2)	-3(2)
C(9)	40(4)	19(4)	26(4)	-6(3)	4(3)	-14(3)
C(10)	55(5)	20(4)	13(3)	1(3)	-9(3)	-16(3)
C(11)	30(4)	37(5)	32(4)	-4(3)	-5(3)	-11(3)
C(12)	23(4)	16(4)	43(6)	-12(4)	-13(4)	6(3)

Liste 55 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für Ph_2IOF .

I(1)-O	192,1(5)	C(5)-H(5)	95,00
I(1)-C(1)	211,9(10)	C(6)-H(6)	95,00
I(1)-C(7)	213,6(9)	C(7)-C(12)	140,2(13)
I(1)-F	214,8(4)	C(7)-C(8)	145,2(11)
C(1)-C(6)	130,3(13)	C(8)-C(9)	134,2(14)
C(1)-C(2)	135,0(13)	C(8)-H(8)	95,00
C(2)-C(3)	145,7(15)	C(9)-C(10)	139,3(16)
C(2)-H(2)	95,00	C(9)-H(9)	95,00
C(3)-C(4)	134,8(14)	C(10)-C(11)	142,6(14)
C(3)-H(3)	95,00	C(10)-H(10)	95,00
C(4)-C(5)	136,3(16)	C(11)-C(12)	132,0(16)
C(4)-H(4)	95,00	C(11)-H(11)	95,00
C(5)-C(6)	143,4(15)	C(12)-H(12)	95,00
O-I(1)-C(1)	90,2(4)	C(7)-I(1)-F	88,9(3)
O-I(1)-C(7)	88,3(4)	C(6)-C(1)-C(2)	120,0(10)
C(1)-I(1)-C(7)	92,25(12)	C(6)-C(1)-I(1)	122,1(7)
O-I(1)-F	176,56(14)	C(2)-C(1)-I(1)	117,9(6)
C(1)-I(1)-F	87,9(3)	C(1)-C(2)-C(3)	117,7(8)

C(1)-C(2)-H(2)	121,1	C(8)-C(7)-I(1)	115,0(6)
C(3)-C(2)-H(2)	121,1	C(9)-C(8)-C(7)	113,7(9)
C(4)-C(3)-C(2)	122,0(10)	C(9)-C(8)-H(8)	123,2
C(4)-C(3)-H(3)	119,0	C(7)-C(8)-H(8)	123,2
C(2)-C(3)-H(3)	119,0	C(8)-C(9)-C(10)	122,3(10)
C(3)-C(4)-C(5)	118,4(12)	C(8)-C(9)-H(9)	118,9
C(3)-C(4)-H(4)	120,8	C(10)-C(9)-H(9)	118,9
C(5)-C(4)-H(4)	120,8	C(9)-C(10)-C(11)	121,5(11)
C(4)-C(5)-C(6)	118,2(10)	C(9)-C(10)-H(10)	119,2
C(4)-C(5)-H(5)	120,9	C(11)-C(10)-H(10)	119,2
C(6)-C(5)-H(5)	120,9	C(12)-C(11)-C(10)	119,2(10)
C(1)-C(6)-C(5)	123,5(10)	C(12)-C(11)-H(11)	120,4
C(1)-C(6)-H(6)	118,2	C(10)-C(11)-H(11)	120,4
C(5)-C(6)-H(6)	118,2	C(11)-C(12)-C(7)	117,9(9)
C(12)-C(7)-C(8)	125,2(9)	C(11)-C(12)-H(12)	121,1
C(12)-C(7)-I(1)	119,8(6)	C(7)-C(12)-H(12)	121,1

6.13 Diphenyl-difluoriodonium-trifluoroacetat, $\text{Ph}_2\text{IF}_2^+\text{Tfa}^-$

6.13.1 Synthese und spektroskopische Daten

Modifizierte Vorschrift nach Yagupolskii [59c]:

In einen Autoklaven mit 50 ml Füllvolumen werden 1,33 g (3,2 mmol) Ph_2IOTfa eingewogen und mit 25 ml CH_2Cl_2 versetzt. Anschließend wird bei -196 °C 0,5 g (4,6 mmol) SF_4 einkondensiert. Nach zwei Stunden Rühren bei -10 °C werden das Lösemittel und alle flüchtigen Komponenten entfernt. Das Rohprodukt wird zur weiteren Reinigung in einem Gemisch aus CH_2Cl_2 und Diethylether umkristallisiert. $\text{Ph}_2\text{IF}_2\text{Tfa}$ ist ein farbloser, hydrolyseempfindlicher, kristalliner Feststoff. Einkristalle können aus einem $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{Ether}$ -Gemisch durch Lösen der Substanz bei Raumtemperatur und langsames Abkühlen auf -35 °C erhalten werden,

Ausbeute: 0,94 g (2,2 mmol), 63% der Theorie

^{19}F -NMR (CH_2Cl_2):

$$\delta[\text{ppm}] = -76,4 (\text{s}, 3\text{F}; \text{CF}_3\text{COO}), -88,8 (\text{s}, 2\text{F}; \text{Ph}_2\text{IF}_2^+)$$

Raman (krist., RT):

$$\bar{\nu} [\text{cm}^{-1}] = 81,80(\text{vs}); 119,41(\text{m}); 179,20(\text{w}); 255,38(\text{s}); 266,95(\text{m}); 292,02(\text{w}); 402,91(\text{vw}); 431,84(\text{vw}); 466,56(\text{vw}); 526,34(\text{w}); 542,74(\text{w}); 605,41(\text{w}); 644,95(\text{w}); 650,74(\text{w}); 718,24(\text{vw}); 832,99(\text{vw}); 981,49(\text{w}); 988,24(\text{w}); 1012,35(\text{m}); 1039,35(\text{vw}); 1165,67(\text{vw}); 1187,85(\text{vw}); 1421,21(\text{w}); 1470,39(\text{vw}); 1562,96(\text{vw}); 1582,25(\text{vw}); 1642,03(\text{vw}); 3076,90(\text{vw}); 3125,12(\text{vw})$$

6.13.2 Kristall- und Strukturdaten für Ph₂IF₂⁺Tfa⁻**Liste 56** Kristalldaten und Angabe zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₁₄ H ₁₀ F ₅ I O ₂	
Molmasse [g / mol]	432,12	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 2253,5(9)	α = 90
	b = 1010,3(4)	β = 91,555(8)
	c = 1290,3(5)	γ = 90
Zellvolumen [nm ³]	2,94(1)	
Formeleinheiten pro Zelle	8	
Kristallabmessungen [mm ³]	0,4 x 0,4 x 0,2	
Farbe und Kristallform	farblose Plättchen	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Messtemperatur [K]	173(2)	
Messbereich [°]	1,81 < θ < 30,61	
Indexbereich	-32 ≤ h ≤ 32, -14 ≤ k ≤ 14, -18 ≤ l ≤ 18	
F(000)	1664	
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	1,955	
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	2,239	
Gemessene Reflexe	17429	
Unabhängige Reflexe	4518 [R(int) = 0,0646]	
Vollständigkeit zu θ = 30,61°	99,6 %	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	4518 / 0 / 210	
Goodness-of-fit gegen F ²	1,054	
R mit [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0579, wR2 = 0,1476	
R (alle Daten)	R1 = 0,0717, wR2 = 0,1557	
Restelektronendichte max/min [e/ Å ⁻³]	1,559 / -2,356	

Liste 57 Atomkoordinaten (x 10⁴) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² x 10⁻¹) für Ph₂IF₂⁺Tfa⁻ U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij}-Tensors.

	x	y	z	U(eq)
I(1)	1901(1)	7879(1)	1530(1)	25(1)
I(2)	1910(1)	7123(6)	1569(2)	38(1)
F(1)	2021(2)	6014(4)	1335(3)	51(1)
F(2)	1706(2)	9700(4)	1843(4)	61(1)
C(11)	1869(2)	7497(5)	3135(3)	21(1)
C(12)	1908(3)	6190(6)	3445(4)	36(1)
C(13)	1851(3)	5917(8)	4482(5)	49(2)
C(14)	1753(3)	6899(7)	5171(5)	43(1)
C(15)	1726(3)	8198(8)	4869(5)	52(2)
C(16)	1781(3)	8528(6)	3796(5)	42(1)
C(21)	973(2)	7524(7)	1301(4)	38(1)
C(22)	619(3)	8608(10)	1174(6)	59(2)
C(23)	2(4)	8335(13)	1042(7)	80(3)
C(24)	-198(4)	7058(13)	1050(6)	81(4)

C(25)	174(4)	6023(12)	1167(6)	75(3)
C(26)	782(3)	6226(9)	1303(5)	56(2)
O(1)	3039(2)	7962(5)	2153(3)	43(1)
O(2)	3242(2)	7014(6)	630(4)	56(1)
C(31)	3365(2)	7474(6)	1506(4)	31(1)
C(32)	4028(2)	7410(7)	1819(5)	37(1)
F(31A)	4127(2)	7431(9)	2820(4)	107(3)
F(32A)	4284(3)	6337(8)	1494(6)	112(3)
F(33A)	4322(3)	8324(9)	1401(8)	140(4)

Liste 58 Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Ph}_2\text{IF}_2^+\text{Tfa}^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	20(1)	40(1)	15(1)	7(1)	0(1)	-4(1)
I(2)	31(2)	59(2)	24(1)	-16(2)	-14(1)	10(2)
F(1)	54(2)	61(2)	38(2)	-28(2)	1(2)	14(2)
F(2)	69(3)	38(2)	76(3)	33(2)	-11(2)	-14(2)
C(11)	19(2)	27(2)	16(2)	1(2)	0(1)	2(2)
C(12)	44(3)	35(3)	27(2)	7(2)	-3(2)	2(2)
C(13)	50(4)	65(4)	32(3)	20(3)	-5(2)	-4(3)
C(14)	32(3)	71(4)	24(2)	4(2)	2(2)	-3(3)
C(15)	37(3)	82(5)	36(3)	-30(3)	1(2)	9(3)
C(16)	49(3)	40(3)	36(3)	-16(2)	-6(2)	8(3)
C(21)	24(2)	71(4)	19(2)	2(2)	-2(2)	-4(2)
C(22)	38(3)	84(6)	56(4)	15(4)	3(3)	4(4)
C(23)	38(4)	138(9)	62(5)	17(6)	-2(3)	27(5)
C(24)	31(3)	172(12)	40(4)	6(5)	-6(3)	-23(5)
C(25)	50(4)	127(9)	49(4)	-3(5)	6(3)	-44(5)
C(26)	48(4)	83(5)	37(3)	0(3)	6(3)	-27(4)
O(1)	31(2)	67(3)	31(2)	0(2)	-1(2)	5(2)
O(2)	42(2)	100(4)	26(2)	-3(2)	0(2)	-5(2)
C(31)	22(2)	50(3)	22(2)	2(2)	-2(2)	0(2)
C(32)	27(2)	51(3)	33(3)	1(2)	-1(2)	-5(2)
F(31A)	38(2)	238(8)	44(3)	-6(4)	-17(2)	21(4)
F(32A)	60(3)	147(6)	129(6)	-61(5)	-15(3)	46(4)
F(33A)	55(3)	171(7)	191(9)	102(7)	-30(4)	-59(4)

Liste 59 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für $\text{Ph}_2\text{IF}_2^+\text{Tfa}^-$.

I(1)-I(2)	76,6(5)	C(12)-H(12)	95,00
I(1)-F(1)	192,1(4)	C(13)-C(14)	135,4(10)
I(1)-F(2)	193,7(5)	C(13)-H(13)	95,00
I(1)-C(11)	211,0(4)	C(14)-C(15)	136,9(11)
I(1)-C(21)	213,3(5)	C(14)-H(14)	95,00
I(2)-F(1)	118,9(7)	C(15)-C(16)	143,4(10)
I(2)-C(11)	206,0(5)	C(15)-H(15)	95,00
I(2)-C(21)	216,7(6)	C(16)-H(16)	95,00
I(2)-C(12)	259,7(7)	C(21)-C(22)	136,3(11)
C(11)-C(16)	136,4(7)	C(21)-C(26)	138,0(11)
C(11)-C(12)	138,1(7)	C(22)-C(23)	142,2(11)
C(12)-C(13)	137,6(8)	C(22)-H(22)	95,00

C(23)-C(24)	136,7(17)	C(25)-C(26)	139,4(10)
C(23)-H(23)	95,00	C(25)-H(25)	95,00
C(24)-C(25)	134,6(15)	C(26)-H(26)	95,00
C(24)-H(24)	95,00		
O(1)-C(31)	123,0(7)	C(32)-F(33A)	126,6(8)
O(2)-C(31)	124,7(7)	C(32)-F(32A)	130,2(9)
C(31)-C(32)	153,8(7)	C(32)-F(31A)	130,5(8)
I(2)-I(1)-F(1)	13,3(3)	C(14)-C(13)-C(12)	120,8(6)
I(2)-I(1)-F(2)	160,0(3)	C(14)-C(13)-H(13)	119,6
F(1)-I(1)-F(2)	173,04(18)	C(12)-C(13)-H(13)	119,6
I(2)-I(1)-C(11)	75,8(3)	C(13)-C(14)-C(15)	121,5(6)
F(1)-I(1)-C(11)	87,58(18)	C(13)-C(14)-H(14)	119,2
F(2)-I(1)-C(11)	87,42(18)	C(15)-C(14)-H(14)	119,2
I(2)-I(1)-C(21)	82,3(3)	C(14)-C(15)-C(16)	119,6(6)
F(1)-I(1)-C(21)	87,6(2)	C(14)-C(15)-H(15)	120,2
F(2)-I(1)-C(21)	87,8(2)	C(16)-C(15)-H(15)	120,2
C(11)-I(1)-C(21)	92,64(18)	C(11)-C(16)-C(15)	116,3(6)
I(1)-I(2)-F(1)	158,2(5)	C(11)-C(16)-H(16)	121,8
I(1)-I(2)-C(11)	83,1(3)	C(15)-C(16)-H(16)	121,8
F(1)-I(2)-C(11)	115,9(4)	C(22)-C(21)-C(26)	125,5(6)
I(1)-I(2)-C(21)	77,2(3)	C(22)-C(21)-I(1)	116,8(5)
F(1)-I(2)-C(21)	110,3(4)	C(26)-C(21)-I(1)	117,6(5)
C(11)-I(2)-C(21)	93,0(2)	C(22)-C(21)-I(2)	137,3(6)
I(1)-I(2)-C(12)	115,0(3)	C(26)-C(21)-I(2)	97,1(5)
F(1)-I(2)-C(12)	84,3(4)	I(1)-C(21)-I(2)	20,49(15)
C(11)-I(2)-C(12)	31,93(19)	C(21)-C(22)-C(23)	115,3(9)
C(21)-I(2)-C(12)	101,0(2)	C(21)-C(22)-H(22)	122,4
I(2)-F(1)-I(1)	8,5(2)	C(23)-C(22)-H(22)	122,4
C(16)-C(11)-C(12)	123,9(5)	C(24)-C(23)-C(22)	120,2(9)
C(16)-C(11)-I(2)	139,8(4)	C(24)-C(23)-H(23)	119,9
C(12)-C(11)-I(2)	96,0(4)	C(22)-C(23)-H(23)	119,9
C(16)-C(11)-I(1)	118,9(4)	C(25)-C(24)-C(23)	122,0(8)
C(12)-C(11)-I(1)	117,1(4)	C(25)-C(24)-H(24)	119,0
I(2)-C(11)-I(1)	21,12(16)	C(23)-C(24)-H(24)	119,0
C(13)-C(12)-C(11)	117,8(6)	C(24)-C(25)-C(26)	120,5(9)
C(13)-C(12)-I(2)	169,0(5)	C(24)-C(25)-H(25)	119,8
C(11)-C(12)-I(2)	52,1(3)	C(26)-C(25)-H(25)	119,8
C(13)-C(12)-H(12)	121,1	C(21)-C(26)-C(25)	116,5(9)
C(11)-C(12)-H(12)	121,1	C(21)-C(26)-H(26)	121,8
I(2)-C(12)-H(12)	69,2	C(25)-C(26)-H(26)	121,8
O(1)-C(31)-O(2)	130,0(5)	F(32A)-C(32)-F(31A)	105,5(7)
O(1)-C(31)-C(32)	115,6(5)	F(33A)-C(32)-C(31)	111,9(6)
O(2)-C(31)-C(32)	114,3(5)	F(32A)-C(32)-C(31)	112,7(5)
F(33A)-C(32)-F(32A)	103,2(8)	F(31A)-C(32)-C(31)	113,5(5)
F(33A)-C(32)-F(31A)	109,5(7)		

6.14 Diphenyl-iod-trifluorid, Ph₂IF₃

6.14.1 Synthese und spektroskopische Daten

a) Neue Methode

1,68 g (5,3 mmol) Ph₂IOF werden in einen Autoklaven mit 50 ml Füllvolumen gefüllt. Hierzu werden bei -196 °C 20 ml F11 und 2,2 g (20 mmol) SF₄ kondensiert. Anschließend wird der Autoklav auf Raumtemperatur erwärmt und für 24 h gerührt. Alle flüchtigen Komponenten werden im Vakuum abgepumpt. Zurück bleibt ein farbloser, hydrolyseempfindlicher, kristalliner Feststoff.

Ausbeute: 1,2 g (3,6 mmol), 68% der Theorie

b) Modifizierte Vorschrift nach Yagupolskii [59c]:

In einem Autoklaven mit 50 ml Füllvolumen werden auf 2,05 g (5 mmol) PH₂IOTfa bei Stickstofftemperatur 20 ml CH₂Cl₂ und 3,1 g (28,7 mmol) SF₄ kondensiert. Nach 48 h Rühren bei 30 °C wird abgekühlt und werden langsam alle flüchtigen Bestandteile abgepumpt.

Ausbeute: 0,98 g (2,9 mmol), 59% d. Theorie

¹⁹F-NMR (CH₂Cl₂):

$$\delta [\text{ppm}] = -82,9 \text{ (br. s, 3F, Ph}_2\text{IF}_3\text{)}$$

Raman (krist., RT):

$$\begin{aligned} \bar{\nu} [\text{cm}^{-1}] = & 82,77(\text{vs}); 180,16(\text{w}); 241,88(\text{m}); 306,48(\text{w}); 352,77(\text{vw}); 397,13(\text{vw}); \\ & 464,63(\text{vw}); 521,52(\text{w}); 530,20(\text{w}); 606,38(\text{vw}); 653,63(\text{w}); 992,10(\text{w}); \\ & 1014,28(\text{w}); 1044,17(\text{vw}); 1164,71(\text{vw}); 1180,13(\text{vw}); 1562,00(\text{vw}); \\ & 1581,28(\text{vw}); 3069,19(\text{vw}); 3128,97(\text{vw}) \end{aligned}$$

Die Kristallisation erfolgte in CH₃NO₂ beim Abkühlen von Raumtemperatur auf -35 °C.

6.14.2 Kristall- und Strukturdaten für Ph₂IF₃

Liste 60 Kristalldaten und Angabe zur Kristallstrukturbestimmung.

Summenformel	C ₁₂ H ₁₀ F ₃ I	
Molmasse [g / mol]	338,03	
Kristallsystem	tetragonal	
Raumgruppe	I4 ₁ /a	
Gitterkonstanten [pm; °]	a = 1660,35(10)	α = 90
	b = 1660,35(10)	β = 90
	c = 2778,6(2)	γ = 90
Zellvolumen [nm ³]	7,6600(9)	
Formeleinheiten pro Zelle	24	

Kristallabmessungen [mm ³]	0,3 x 0,3 x 0,2
Farbe und Kristallform	farblos
Wellenlänge [pm]	71,073
Messtemperatur [K]	173(2)
Messbereich [°]	1,43 < θ < 30,51
Indexbereich	-23 <= h <= 23, -23 <= k <= 23, -39 <= l <= 39
F(000)	3888
Dichte (berechnet) [g/cm ³]	1,759
Absorptionskoeffizient [mm ⁻¹]	2,516
Gemessene Reflexe	45688
Unabhängige Reflexe	5850 [R(int) = 0.0567]
Vollständigkeit zu $\theta = 30,51^\circ$	99,9 %
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrix-kleinste Fehlerquadrate gegen F ²
Reflexe / restraints / Parameter	5850 / 0 / 223
Goodness-of-fit gegen F ²	1,013
R mit [I > 2sigma(I)]	R1 = 0,0522, wR2 = 0,1610
R (alle Daten)	R1 = 0,0831, wR2 = 0,1845
Extinktionskoeffizient	0,00014(5)
Restelektronendichte max./min [e/ Å ⁻³]	3,243 / -1,001

Liste 62 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für Ph₂F₃ U(eq) ist definiert als $\frac{1}{3}$ des orthogonalisierten U_{ij}-Tensors.

	x	y	z	U(eq)	sof
I(1)	5000	2500	2680(1)	32(1)	0,5
I(2)	3152(1)	2283(1)	3670(1)	26(1)	1,0
F(1)	3840(2)	2629(3)	2612(1)	39(1)	1,0
F(21)	2489(2)	2915(2)	3222(1)	33(1)	1,0
F(22)	4055(2)	3933(2)	3341(1)	32(1)	1,0
F(3)	4358(2)	1510(2)	3286(1)	36(1)	1,0
C(11)	4888(4)	1571(6)	2169(3)	49(2)	1,0
C(12)	4291(6)	1002(6)	2243(3)	62(2)	1,0
C(13)	4196(8)	385(7)	1908(4)	80(3)	1,0
C(14)	4716(8)	390(10)	1506(5)	115(6)	1,0
C(15)	5304(7)	964(10)	1450(5)	110(6)	1,0
C(16)	5406(5)	1557(9)	1783(3)	79(4)	1,0
C(21)	2240(4)	2572(4)	4168(2)	33(1)	1,0
C(22)	1879(13)	3276(9)	4139(6)	162(10)	1,0
C(23)	1292(13)	3487(10)	4470(6)	169(10)	1,0
C(24)	1045(5)	2968(6)	4814(4)	66(3)	1,0
C(25)	1383(13)	2295(11)	4798(8)	228(16)	1,0
C(26)	2014(10)	2089(9)	4500(7)	207(13)	1,0
C(31)	2600(4)	1254(4)	3365(3)	37(2)	1,0
C(32)	2435(4)	1293(4)	2882(3)	40(2)	1,0
C(33)	2105(5)	611(5)	2662(3)	56(2)	1,0
C(34)	1945(8)	-67(6)	2936(5)	89(4)	1,0
C(35)	2104(12)	-76(6)	3419(5)	143(9)	1,0
C(36)	2450(11)	591(6)	3640(5)	127(7)	1,0
F(4)	5414(11)	6676(11)	950(7)	47(4)	0,25
F(5)	-1397(10)	22(10)	5510(6)	43(4)	0,25

Liste 63 Anisotrope Temperaturfaktoren $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für Ph_2IF_3 . Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\pi^2[h^2a^{*2}U_{11} + \dots + 2hk a^* b^* U_{12}]$.

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
I(1)	27(1)	45(1)	23(1)	0	0	4(1)
I(2)	28(1)	26(1)	25(1)	0(1)	-4(1)	0(1)
F(1)	27(2)	57(2)	34(2)	-6(2)	5(2)	7(2)
F(21)	35(2)	35(2)	28(2)	6(1)	-2(1)	6(2)
F(22)	32(2)	38(2)	26(2)	-9(1)	-1(1)	-2(2)
F(3)	37(2)	40(2)	32(2)	-2(2)	-7(2)	0(2)
C(11)	27(3)	84(6)	35(3)	-28(4)	-8(3)	17(3)
C(12)	59(5)	74(6)	55(5)	-29(5)	9(4)	-8(4)
C(13)	95(8)	81(7)	65(7)	-36(6)	7(6)	-7(6)
C(14)	86(9)	169(14)	90(9)	-98(10)	-2(7)	24(9)
C(15)	51(6)	194(15)	85(9)	-95(10)	12(6)	-5(8)
C(16)	36(4)	153(11)	49(5)	-41(6)	7(4)	7(5)
C(21)	27(3)	35(3)	38(3)	1(3)	-2(2)	-1(2)
C(22)	280(20)	102(10)	104(11)	48(8)	132(14)	110(13)
C(23)	270(20)	113(12)	120(13)	32(9)	133(15)	118(14)
C(24)	36(4)	79(6)	83(7)	9(5)	18(4)	7(4)
C(25)	250(20)	140(14)	300(30)	164(17)	230(20)	132(16)
C(26)	200(16)	135(12)	290(20)	165(15)	216(18)	133(12)
C(31)	44(4)	27(3)	42(4)	3(3)	-18(3)	-3(2)
C(32)	44(4)	42(4)	33(3)	-7(3)	-9(3)	0(3)
C(33)	65(5)	48(4)	54(5)	-19(4)	-24(4)	1(4)
C(34)	120(10)	42(5)	106(9)	-11(5)	-70(8)	-10(5)
C(35)	280(20)	41(5)	113(11)	32(6)	-129(13)	-53(9)
C(36)	224(17)	52(6)	105(9)	44(6)	-124(11)	-70(8)

Liste 64 Bindungslängen [pm] und -winkel [°] für Ph_2IF_3 .

I(1)-F(1)	194,8(4)	C(21)-C(22)	131,6(14)
I(1)-F(1)#1	194,8(4)	C(22)-C(23)	138,5(16)
I(1)-C(11)	210,5(7)	C(22)-H(22)	95,00
I(1)-C(11)#1	210,5(7)	C(23)-C(24)	135,0(17)
I(2)-F(22)#2	194,6(3)	C(23)-H(23)	95,00
I(2)-F(21)	196,4(3)	C(24)-C(25)	125,1(16)
I(2)-C(21)	210,7(7)	C(24)-H(24)	95,00
I(2)-C(31)	211,6(6)	C(25)-C(26)	137,8(16)
F(22)-I(2)#3	194,6(3)	C(25)-H(25)	95,00
C(11)-C(16)	137,5(11)	C(26)-H(26)	95,00
C(11)-C(12)	138,5(13)	C(31)-C(36)	136,2(12)
C(12)-C(13)	139,4(12)	C(31)-C(32)	137,2(9)
C(12)-H(12)	95,00	C(32)-C(33)	139,8(10)
C(13)-C(14)	141,3(17)	C(32)-H(32)	95,00
C(13)-H(13)	95,00	C(33)-C(34)	138,7(15)
C(14)-C(15)	137(2)	C(33)-H(33)	95,00
C(14)-H(14)	95,00	C(34)-C(35)	136,6(17)
C(15)-C(16)	136,2(14)	C(34)-H(34)	95,00
C(15)-H(15)	95,00	C(35)-C(36)	139,0(13)
C(16)-H(16)	95,00	C(35)-H(35)	95,00
C(21)-C(26)	127,9(12)	C(36)-H(36)	95,00
F(1)-I(1)-F(1)#1	168,7(2)	F(1)#1-I(1)-C(11)	86,6(2)
F(1)-I(1)-C(11)	85,8(2)	F(1)-I(1)-C(11)#1	86,6(2)

F(1)#1-I(1)-C(11)#1	85,8(2)	C(12)-C(11)-I(1)	117,6(5)
C(11)-I(1)-C(11)#1	95,1(5)	C(11)-C(12)-C(13)	118,9(9)
F(22)#2-I(2)-F(21)	166,61(16)	C(11)-C(12)-H(12)	120,6
F(22)#2-I(2)-C(21)	86,4(2)	C(13)-C(12)-H(12)	120,6
F(21)-I(2)-C(21)	83,8(2)	C(12)-C(13)-C(14)	117,1(11)
F(22)#2-I(2)-C(31)	86,0(2)	C(12)-C(13)-H(13)	121,4
F(21)-I(2)-C(31)	86,3(2)	C(14)-C(13)-H(13)	121,4
C(21)-I(2)-C(31)	97,8(3)	C(15)-C(14)-C(13)	121,8(10)
C(16)-C(11)-C(12)	123,5(8)	C(15)-C(14)-H(14)	119,1
C(16)-C(11)-I(1)	118,9(7)	C(13)-C(14)-H(14)	119,1
C(16)-C(15)-C(14)	121,0(11)		
C(16)-C(15)-H(15)	119,5	C(21)-C(26)-H(26)	120,0
C(14)-C(15)-H(15)	119,5	C(25)-C(26)-H(26)	120,0
C(15)-C(16)-C(11)	117,7(11)	C(36)-C(31)-C(32)	123,3(7)
C(15)-C(16)-H(16)	121,2	C(36)-C(31)-I(2)	120,5(6)
C(11)-C(16)-H(16)	121,2	C(32)-C(31)-I(2)	116,1(5)
C(26)-C(21)-C(22)	117,9(9)	C(31)-C(32)-C(33)	117,9(7)
C(26)-C(21)-I(2)	122,8(6)	C(31)-C(32)-H(32)	121,0
C(22)-C(21)-I(2)	119,3(7)	C(33)-C(32)-H(32)	121,0
C(21)-C(22)-C(23)	120,3(12)	C(34)-C(33)-C(32)	119,5(8)
C(21)-C(22)-H(22)	119,9	C(34)-C(33)-H(33)	120,3
C(23)-C(22)-H(22)	119,9	C(32)-C(33)-H(33)	120,3
C(24)-C(23)-C(22)	121,5(12)	C(35)-C(34)-C(33)	120,7(8)
C(24)-C(23)-H(23)	119,3	C(35)-C(34)-H(34)	119,6
C(22)-C(23)-H(23)	119,3	C(33)-C(34)-H(34)	119,6
C(25)-C(24)-C(23)	114,1(10)	C(34)-C(35)-C(36)	120,3(11)
C(25)-C(24)-H(24)	122,9	C(34)-C(35)-H(35)	119,8
C(23)-C(24)-H(24)	122,9	C(36)-C(35)-H(35)	119,8
C(24)-C(25)-C(26)	125,8(11)	C(31)-C(36)-C(35)	118,1(10)
C(24)-C(25)-H(25)	117,1	C(31)-C(36)-H(36)	120,9
C(26)-C(25)-H(25)	117,1	C(35)-C(36)-H(36)	120,9
C(21)-C(26)-C(25)	120,0(10)		

Verwendete Symmetrietransformationen für Generierung äquivalenter Atome:

#1 -x+1,-y+1/2,z+0 #2 -y+3/4,x-1/4,-z+3/4 #3 y+1/4,-x+3/4,-z+3/4

6.15 Versuche zur Darstellung von Ph₃I₂O

1. Umsetzung von Triphenyliod Ph₃I mit Ozon:

Ca. 120 mg (0,36 mmol) Ph₃I wurden in einem PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) mit Rührkern bei -78 °C in 4 ml CH₂Cl₂ suspendiert. Zu dieser Suspension wurde bei -196 °C aus dem Ozonbereiter Ozon einkondensiert und unter Rühren auf -78 °C erwärmt. Es wurde eine Gasentwicklung beobachtet, wobei sich die gelbe Suspension unter Bildung eines farblosen Niederschlags leicht entfärbte. Diese Prozedur wurde so oft wiederholt, bis die Reaktion beendet war, erkennbar an der blauen Farbe des nicht umgesetzten Ozons. Anschließend wurden bei dieser Temperatur alle flüchtigen Bestandteile abgepumpt. Es blieb ein farbloser Niederschlag zurück, der sich oberhalb -25 °C zersetzte und sich aufgrund seiner Schwerlöslichkeit nicht näher charakterisieren ließ.

2. Umsetzung von Phenylioddifluorid PhIOF_2 bzw. di-Phenyliodoxyfluorid Ph_2IOF mit PhLi :

Zu einer Aufschlämmung von 387 mg (1,5 mmol) PhIOF_2 bzw. 474 mg (1,5 mmol) Ph_2IOF in 12 ml CH_2Cl_2 bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ wurden 2 ml bzw. 1 ml einer 1,6 molaren PhLi -Lösung tropfenweise gegeben. Nach beendeter Zugabe wurde auf $-30\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt und für zwei Tage bei dieser Temperatur gerührt. Es wurden mit beiden Ausgangsverbindungen keine Umsetzungen beobachtet.

6.16 Triphenylioddifluorid, Ph_3IF_2

6.16.1 Synthese und spektroskopische Untersuchung

In einem Zweihalskolben werden 823 mg (2,3 mmol) $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{I}$ in 20 ml CH_2Cl_2 bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ suspendiert. Zu dieser gelben Suspension werden unter Rühren 450 mg (2,7 mmol) XeF_2 und 100 mg Et_4NCl zugegeben und langsam auf $-60\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt. Nach Einsetzen der Gasentwicklung wird solange bei dieser Temperatur gerührt, bis die Reaktion beendet ist. Die Suspension entfärbt sich dabei und es bildet sich ein farbloser Niederschlag. Der Reaktionsfortgang bzw. die Vollständigkeit der Umsetzung wird ^{19}F -NMR-spektroskopisch verfolgt bzw. überprüft. Es bilden sich zwei Isomere (*cis:trans*) im Verhältnis von etwa 3:1.

^{19}F (CH_2Cl_2 , $-60\text{ }^\circ\text{C}$):

$$\delta [\text{ppm}] = +45 (\text{s, trans-Isomer}), +69 (\text{s, cis-Isomer})$$

6.17 Versuche zur Darstellung von Ph_5I

1. Reaktion von PhIF_4 mit PhLi :

In einem Zweihalskolben wurden 530 mg (1,9 mmol) frisch hergestelltes PhIF_4 in ca. 20 ml Diethylether bei $-80\text{ }^\circ\text{C}$ gelöst und auf $-110\text{ }^\circ\text{C}$ gekühlt. Zu dieser Suspension wurden anschließend 4,7 ml einer 1,6 m PhLi -Lösung unter Rühren langsam tropfenweise zugegeben. Nach beendeter Zugabe wurde langsam auf $-80\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt und für 3 h weitergerührt. Es fiel ein farbloser Niederschlag aus. Nach Absitzen des Niederschlags über Nacht bei dieser Temperatur wurde die überstehende Lösung mittels eines dünnen Teflonschlauchs abgetrennt und der farblose Feststoff vorsichtig zweimal mit wenig kaltem Diethylether (ca. $-90\text{ }^\circ\text{C}$) gewaschen. Dann wurde im Vakuum über Nacht bei $-80\text{ }^\circ\text{C}$ getrocknet.

Die Bewegung des Kolbens bei $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ führte zu einer unerwartet heftigen explosionsartigen Zersetzung. Das Vorsichtige Kondensieren von Lösemitteln auf den noch feuchten Feststoff führte ebenfalls zu einer Explosion

Diese Instabilität des Feststoffes ließ es nicht zu, ihn näher zu charakterisieren.

2. Reaktion von PhIF_4 mit Ph_2Zn

Analog zu der oben beschriebenen Vorschrift wurden 560 mg (2 mmol) PhIF_4 mit 879 mg (4 mmol) Ph_2Zn umgesetzt. Auch hierbei entstand ein farbloser Niederschlag, der die gleichen Eigenschaften zeigte und sich im trockenen Zustand bei $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ sich explosionsartig zersetzte. Es handelt sich offenbar um die gleiche Verbindung.

3. Reaktionen mit anderen Phenylierungsreagenzien wie Ph_3B bzw. PhSiF_3

Analog zu den oben beschriebenen Vorschriften wurden PhIF_4 mit Ph_3B oder PhSiF_3 umgesetzt. Auch nach einem Tag rühren bei $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ konnten keine Gasentwicklungen von BF_3 bzw. SiF_4 und somit keine Umsetzungen beobachtet werden.

6.18 Versuche zur Darstellung von 2,2'-Biphenylenphenyliod

Zu 1,6 mmol einer frisch hergestellten 2,2'-Dilithiumbiphenyl-Lösung (aus 0,66 g 2,2'-Diodbiphenyl und 3,25 mmol n-BuLi) in 12 ml Diethylether werden bei $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 224 mg (0,8 mmol) PhIF_4 in 8 ml Diethylether mittels eines Teflonschlauches getropft. Nach beendeter Zugabe wurde langsam auf $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ erwärmt und für weitere 4 h gerührt. Die Reaktionsmischung entfärbte sich und ein weißer Niederschlag fiel aus. Nach Absitzen des Niederschlags bei dieser Temperatur wurde die überstehende Lösung mittels eines dünnen Teflonschlauchs abgetrennt und der farblose Feststoff zweimal mit wenig kaltem Diethylether (ca. $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$) gewaschen. Dann wurde im Vakuum über Nacht bei $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ getrocknet.