

3. Experimenteller Teil

3.1. Allgemeines

3.1.1. Verwendete Abkürzungen

PFA	Polyperfluorethen-perfluorvinylether-Copolymerisat
aHF	wasserfreier HF

3.1.2. Arbeitsmethoden und Geräte

Luft- und hydrolyseempfindliche Substanzen wurden, sofern sie bei Raumtemperatur stabil sind, in einem Handschuhkasten der Firma Braun GmbH, Garching, Typ MB 150 B-G-I gehandhabt. Eine automatische Gasreinigung garantiert einen Wasser- und Sauerstoffgehalt des verwendeten Schutzgases Argon von unter 1 ppm.

Die Reaktionen wurden in Polyperfluorethen-perfluorvinylether-Copolymerisat(PFA)-Schläuchen der Firma IFK- ISOFLUOR Kunststoffverarbeitungs GmbH, Neuss, durchgeführt. Die Schläuche mit Innendurchmessern von 12 mm (1.5 mm Wandstärke) und 6.5 mm (1 mm Wandstärke) wurden mit demineralisiertem Wasser gewaschen, zur besseren Trocknung mit Aceton gespült und im Trockenschrank bei 160°C aufbewahrt. Die Schläuche wurden dann an einem Ende verschmolzen und mit dem anderen Ende auf einen Metallkern geschoben, der mit einem Ventil der Fa. Hoke verbunden ist. Somit konnten die Schläuche an eine Stahl-Hochvakuum-Apparatur angeschlossen werden.

Kommerziell erhältlicher wasserfreier HF wurde an der Stahl-Hochvakuum-Apparatur zweimal im Vakuum destilliert. SbF₅ wurde einmal im Vakuum destilliert. IrF₆ und OsF₆ wurden hergestellt, indem die Metallpulver mit einem Überschuss an Fluor über Nacht bei 300°C in einem Monelautoklaven erhitzt wurden. AuF₃ wurde durch mehrtägiges Erhitzen von elementarem Gold mit einem Überschuss an ClF₃ im Monelautoklaven bei 250°C hergestellt.

Die Aufnahme der NMR-Spektren erfolgte an einem 400 MHz-Spektrometer der Firma Jeol, Japan, Typ FX 400. Die chemischen Verschiebungen beziehen sich bei den ¹²⁹Xe-NMR-Messungen auf XeOF₄.

Die X-Band ESR Spektren wurden an einem Gerät der Firma Bruker, Typ ER 200D-SRC, aufgenommen.

Zur Messung der Raman-Spektren wurde ein FT-Raman-Spektrometer der Firma Bruker, Typ RFS 100 mit Tiefkühleinrichtung verwendet. Die Anregung erfolgte mit einem Nd-YAG-Laser der Wellenlänge 1064 nm und Leistungen von 10-550 mW.

Die in einer speziellen Apparatur^[75] auf einen Glasfaden montierten Kristalle wurden unter Stickstoffkühlung auf einem Bruker-SMART-CCD-1000-TM-Diffraktometer vermessen. Die Messungen erfolgten mit $\text{Mo}_{K\alpha}$ -Strahlung mit Graphitmonochromator. Die Scanbreite betrug $0-3 \omega$ und die Belichtungszeit betrug 10s pro Aufnahme. Die Daten wurden zu Intensitäten reduziert und nach semiempirischer Absorptionskorrektur durch Angleichung symmetriergleicher Reflexe (SADABS)^[76] wurden die Lösungen und Verfeinerungen der Strukturen mit den SHELX-Programmen durchgeführt.^[77]

3.1.3. Ausgangssubstanzen

HF:	Spende der Fa. Bayer, gereinigt durch Destillation im Hochvakuum
SbF_5 :	Fa. Aldrich, gereinigt durch Destillation im Hochvakuum
F_2 :	Fa. Solvay
Ir-, Os-Pulver:	Fa. ChemPur
Cl_2 :	Fa. Aldrich, 99%
SO_2 :	stand zur Verfügung
Br_2 :	Fa. Merck, gereinigt durch Destillation im Hochvakuum und Aufbewahrung über H_2SO_4
$\text{O}_2^+ \text{SbF}_6^-$:	stand zur Verfügung
HSO_3F :	Fa. Bayer
Xe:	Fa. Linde
Au:	stand zur Verfügung
ClF_3 :	stand zur Verfügung
SbCl_5 :	Fa. Merck
Pt-, Pd-Pulver:	standen zur Verfügung
KF:	Fa. Merck
AsF_5 :	stand zur Verfügung

3.2. Synthesen und Kristallstrukturanalysen

3.2.1. Das $\text{Cl}_4^+ \text{IrF}_6^-$

3.2.1.1. Synthese und spektroskopische Daten

3.2.1.1.1. Aus der Reaktion von Cl_2 mit IrF_6

In ein auf -196°C gekühltes PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) werden an einer Stahl-Hochvakuum-Apparatur 240 mg (0.8 mmol) IrF_6 und 50 mg (0.7 mmol) Cl_2 kondensiert. Die Reaktionsmischung färbt sich sofort blau. Es werden nun 500 mg aHF in das Rohr kondensiert, das anschließend abgeschmolzen wird. Erwärmt man nun auf -80°C , entsteht ein schwarzer, in aHF schlecht löslicher Feststoff. Das PFA-Rohr wird aus dem Kühlbad genommen, die Reaktionsmischung wird geschüttelt und in auf -90°C gekühltes Ethanol getaucht. Bei -90°C scheiden sich oberhalb der gefrorenen Lösung an der Rohrwandung schwarze, nadelförmige Einkristalle ab.

Bei -78°C zersetzt sich das $\text{Cl}_4^+ \text{IrF}_6^-$.

3.2.1.1.2. Aus der Reaktion von CF_2Cl_2 mit IrF_6

In ein auf -196°C gekühltes FEP-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) werden an einer Stahl-Hochvakuum-Apparatur 170 mg (0.6 mmol) IrF_6 und 800 mg (6.7 mmol) CF_2Cl_2 kondensiert. Beim Auftauen der Reaktionsmischung auf -90°C entsteht eine rote Lösung. Nach einigen Minuten ist kurz oberhalb des Flüssigkeitsspiegels eine Blaufärbung zu beobachten. Die Lösung wird nun 12 h auf -78°C gekühlt. In dieser Zeit scheiden sich oberhalb der Lösung an der Rohrwandung schwarze, nadelförmige Einkristalle ab.

Raman-Spektrum, (-80°C , fest, cm^{-1}): $\tilde{\nu} = 669$ (8), 630 (1), 578 (1), 558 (1), 525 (Schulter), 506 (7), 496 (11), 345 (15), 241 (10), 229 (1), 175 (100), 155 (Schulter).

ESR-Spektrum (-83°C , X-Band): $g = 2.00823$, Halbwertbreite 300 Gauss.

3.2.1.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	c14irf6	
Farbe	schwarz	
Summenformel	Cl ₄ F ₆ Ir	
Molmasse	448.00 g/mol	
Meßtemperatur	153(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	P2 ₁ /c	
Zelldimensionen	a = 512.20(9) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 1038.8(2) pm	$\beta = 93.668(3)^\circ$.
	c = 739.4(2) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	0.3926(1) nm ³	
Z	2	
Dichte (berechnet)	3.790 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	18.403 mm ⁻¹	
F(000)	398	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.05 x 0.05 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	3.39 bis 25.99°.	
Bereich der Indizes	-6<=h<=6, -12<=k<=12, -9<=l<=9	
Anzahl gemessene Reflexe	3345	
unabhängige Reflexe	770 [R(int) = 0.0568]	
Vollständigkeit zu Theta = 25.99°	99.7 %	
Reflexe >2sigma(I)°	631	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	770 / 0 / 53	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.032	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0386, wR2 = 0.0977	
R (alle Daten)	R1 = 0.0460, wR2 = 0.1020	
Extinktionskoeffizient	0.000(2)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	5.628 und -3.246 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm²x 10⁻¹) für Cl₄⁺IrF₆⁻. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Ir	5000	5000	0	14(1)
Cl(1)	421(4)	3580(2)	3798(3)	21(1)
Cl(2)	2224(5)	6233(2)	4453(3)	24(1)
F(1)	1910(10)	5890(5)	332(6)	21(1)
F(2)	3887(10)	3591(4)	1378(6)	21(1)
F(3)	6424(10)	5761(5)	2140(6)	22(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Cl}_4^+ \text{IrF}_6^-$.

Ir-F(1)	186.3(5)
Ir-F(1)#1	186.3(5)
Ir-F(3)#1	187.4(5)
Ir-F(3)	187.4(5)
Ir-F(2)	189.2(4)
Ir-F(2)#1	189.2(4)
Cl(1)-Cl(2)#2	194.1(3)
Cl(2)-Cl(1)#2	194.1(3)
F(1)-Ir-F(1)#1	180.0
F(1)-Ir-F(3)#1	91.9(2)
F(1)#1-Ir-F(3)#1	88.1(2)
F(1)-Ir-F(3)	88.1(2)
F(1)#1-Ir-F(3)	91.9(2)
F(3)#1-Ir-F(3)	179.998(1)
F(1)-Ir-F(2)	91.5(2)
F(1)#1-Ir-F(2)	88.5(2)
F(3)#1-Ir-F(2)	90.8(2)
F(3)-Ir-F(2)	89.2(2)
F(1)-Ir-F(2)#1	88.5(2)
F(1)#1-Ir-F(2)#1	91.5(2)
F(3)#1-Ir-F(2)#1	89.2(2)
F(3)-Ir-F(2)#1	90.8(2)
F(2)-Ir-F(2)#1	179.999(1)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Cl}_4^+ \text{IrF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{h}^2[\mathbf{h}^2\mathbf{a}^*{}^2\mathbf{U}_{11} + \dots + 2\mathbf{h}\mathbf{k}\mathbf{a}^*\mathbf{b}^*\mathbf{U}_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir	17(1)	14(1)	10(1)	0(1)	6(1)	1(1)
Cl(1)	26(1)	19(1)	18(1)	-1(1)	9(1)	-1(1)
Cl(2)	31(1)	21(1)	21(1)	0(1)	12(1)	-3(1)
F(1)	21(3)	20(3)	22(3)	-3(2)	9(2)	2(2)
F(2)	29(3)	16(2)	21(2)	7(2)	13(2)	0(2)
F(3)	29(3)	24(3)	14(2)	-6(2)	0(2)	3(2)

3.2.2. Das IrF₆

3.2.2.1. Synthese

2 g (10.4 mmol) Ir-Pulver werden in einen Monelautoklaven mit einem Volumen von 80 ml gefüllt. Das Metallpulver wird mit einem Überschuss an Fluor im Autoklaven über Nacht auf 300°C erhitzt. Nachdem überschüssiges Fluor durch einen mit Natronkalk gefüllten Trockenturm geleitet wurde, kann das IrF₆ im Hochvakuum in ein PFA-Rohr kondensiert werden.

Aus einem für die Darstellung für Cl₄⁺ IrF₆⁻ hergestellten Reaktionsansatz mit einem Überschuss an IrF₆ werden gelbe, nadelförmige Einkristalle isoliert.

3.2.2.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	irf6	
Farbe	gelb	
Summenformel	F ₁₂ Ir ₂	
Molmasse	612.40 g/mol	
Meßtemperatur	173(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	Pcmm	
Zelldimensionen	a = 494.91(6) pm	α = 90°.
	b = 854.81(9) pm	β = 90°.
	c = 941.0(1) pm	γ = 90°.
Volumen	0.39808(8) nm ³	
Z	2	
Dichte (berechnet)	5.109 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	33.570 mm ⁻¹	
F(000)	524	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.05 x 0.05 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	4.33 bis 31.47°.	
Bereich der Indizes	-7<=h<=7, -11<=k<=12, -13<=l<=13	
Anzahl gemessene Reflexe	4294	
unabhängige Reflexe	669 [R(int) = 0.0957]	
Vollständigkeit zu Theta = 31.47°	95.2 %	
Reflexe >2σ(I)°	484	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	669 / 0 / 38	
Goodness-of-fit gegen F ²	0.959	
Entgültiger Fehler R [I>2σ(I)]	R1 = 0.0324, wR2 = 0.0629	
R (alle Daten)	R1 = 0.0535, wR2 = 0.0670	
Extinktionskoeffizient	0.0006(3)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	3.049 und -2.806 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

**Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für IrF_6 .
 $U(\text{eq})$ ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.**

	x	y	z	U(eq)
Ir(1)	940(1)	7500	8732(1)	12(1)
F(1)	3911(13)	7500	7579(8)	19(2)
F(2)	-638(9)	5989(7)	7623(6)	22(1)
F(3)	-2029(15)	7500	9903(8)	19(2)
F(4)	2531(9)	9007(6)	9834(6)	20(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für IrF_6 .

Ir(1)-F(1)	182.7(6)
Ir(1)-F(4)#1	183.2(5)
Ir(1)-F(4)	183.2(5)
Ir(1)-F(2)	183.5(5)
Ir(1)-F(2)#1	183.5(5)
Ir(1)-F(3)	183.7(7)
F(1)-Ir(1)-F(4)#1	89.4(2)
F(1)-Ir(1)-F(4)	89.4(2)
F(4)#1-Ir(1)-F(4)	89.4(3)
F(1)-Ir(1)-F(2)	90.3(2)
F(4)#1-Ir(1)-F(2)	90.5(2)
F(4)-Ir(1)-F(2)	179.7(2)
F(1)-Ir(1)-F(2)#1	90.3(2)
F(4)#1-Ir(1)-F(2)#1	179.7(2)
F(4)-Ir(1)-F(2)#1	90.5(2)
F(2)-Ir(1)-F(2)#1	89.5(4)
F(1)-Ir(1)-F(3)	179.6(3)
F(4)#1-Ir(1)-F(3)	90.2(2)
F(4)-Ir(1)-F(3)	90.2(2)
F(2)-Ir(1)-F(3)	90.0(2)
F(2)#1-Ir(1)-F(3)	90.0(2)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung äquivalenter Atome:
 #1 x, -y+3/2, z

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für IrF_6 . Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{h}^2 \mathbf{a}^* \mathbf{a}^* U_{11} + \dots + 2 \mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{a}^* \mathbf{b}^* U_{12}$]

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir(1)	14(1)	11(1)	11(1)	0	0(1)	0
F(1)	20(3)	20(4)	18(3)	0	7(3)	0
F(2)	24(3)	20(3)	23(2)	-3(2)	-2(2)	-4(2)
F(3)	17(3)	19(4)	22(4)	0	5(3)	0
F(4)	24(3)	17(3)	21(3)	-4(3)	-2(2)	-3(2)

3.2.3. Das IrF₅·SO₂

3.2.3.1. Synthese und spektroskopische Daten

In ein auf -196°C gekühltes PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) werden an der Metallvakuumapparatur 70 mg (0.2 mmol) IrF₆ und 150 mg (2.3 mmol) SO₂ kondensiert. Es wird dann auf -30°C erwärmt, wobei eine dunkelgelbe Lösung entsteht, aus der sich durch langsames Abkühlen auf -70°C gelbe Kristalle abscheiden.

Raman-Spektrum (-60°C , Lösung in SO₂, cm⁻¹): $\tilde{\nu} = 1330$ (4), 1261 (1), 1144 (100), 1070 (2), 851 (1), 676 (12), 635 (3), 570 (2), 523 (5), 255 (4), 223 (4).

3.2.3.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	so2irf5	
Farbe	gelb	
Summenformel	F ₅ Ir O ₂ S	
Molmasse	351.26 g/mol	
Meßtemperatur	183(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$	
Zelldimensionen	a = 525.0(2) pm	$\alpha = 93.382(4)^{\circ}$.
	b = 705.7(2) pm	$\beta = 91.562(4)^{\circ}$.
	c = 752.2(2) pm	$\gamma = 103.070(4)^{\circ}$.
Volumen	0.2707(2) nm ³	
Z	2	
Dichte (berechnet)	4.310 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	25.089 mm ⁻¹	
F(000)	308	
Kristalldimensionen	0.5 x 0.2 x 0.05 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.72 bis 30.59°.	
Bereich der Indizes	-7<=h<=7, -9<=k<=9, -10<=l<=10	
Anzahl gemessene Reflexe	3258	
unabhängige Reflexe	1630 [R(int) = 0.0716]	
Vollständigkeit zu Theta = 30.59°	98.0 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1513	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	1630 / 0 / 83	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.027	
Entgeltiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0946, wR2 = 0.2473	
R (alle Daten)	R1 = 0.0969, wR2 = 0.2497	
Extinktionskoeffizient	0.010(5)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	14.198 und -6.958 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

**Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{IrF}_5 \cdot \text{SO}_2$.
 $U(\text{eq})$ ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.**

	x	y	z	U(eq)
Ir(1)	1388(1)	7919(1)	2254(1)	16(1)
F(1)	-1040(30)	9280(20)	3020(20)	25(3)
F(2)	3880(30)	6630(20)	1460(20)	24(3)
F(3)	-860(30)	5545(19)	2550(20)	26(3)
F(4)	40(40)	7830(20)	-126(19)	31(3)
F(5)	2850(30)	8040(20)	4578(18)	28(3)
S	4307(10)	12573(7)	2424(7)	23(1)
O(1)	2710(30)	13030(30)	3790(20)	28(3)
O(2)	3950(30)	10470(20)	1840(20)	20(3)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{IrF}_5 \cdot \text{SO}_2$.

Ir(1)-F(3)	185(2)
Ir(1)-F(1)	185(2)
Ir(1)-F(2)	185(2)
Ir(1)-F(5)	188(2)
Ir(1)-F(4)	190(2)
Ir(1)-O(2)	204(2)
S-O(1)	142(2)
S-O(2)	150(2)
F(3)-Ir(1)-F(1)	92.4(7)
F(3)-Ir(1)-F(2)	89.5(7)
F(1)-Ir(1)-F(2)	178.0(5)
F(3)-Ir(1)-F(5)	92.2(6)
F(1)-Ir(1)-F(5)	91.4(7)
F(2)-Ir(1)-F(5)	89.1(6)
F(3)-Ir(1)-F(4)	89.4(7)
F(1)-Ir(1)-F(4)	90.1(7)
F(2)-Ir(1)-F(4)	89.4(7)
F(5)-Ir(1)-F(4)	177.8(6)
F(3)-Ir(1)-O(2)	177.1(6)
F(1)-Ir(1)-O(2)	90.2(6)
F(2)-Ir(1)-O(2)	87.8(6)
F(5)-Ir(1)-O(2)	89.0(6)
F(4)-Ir(1)-O(2)	89.3(6)
O(1)-S-O(2)	117(1)
S-O(2)-Ir(1)	137(1)

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{IrF}_5 \cdot \text{SO}_2$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2h^2 [h^2 a^* U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir(1)	20(1)	17(1)	11(1)	1(1)	-1(1)	4(1)
F(1)	36(7)	17(6)	21(6)	7(5)	-5(5)	5(5)
F(2)	33(7)	20(6)	22(7)	8(5)	-7(5)	10(5)
F(3)	31(6)	13(5)	31(7)	16(5)	-5(5)	-1(5)
F(4)	52(9)	28(7)	10(6)	6(5)	-8(6)	6(6)
F(5)	41(8)	30(7)	11(6)	8(5)	-2(5)	5(6)
S	29(2)	20(2)	17(2)	0(2)	2(2)	2(2)
O(1)	30(8)	29(8)	24(8)	-5(6)	0(6)	10(6)
O(2)	25(7)	18(7)	17(7)	-4(5)	-11(5)	8(5)

Torsionswinkel [°] für $\text{IrF}_5 \cdot \text{SO}_2$.

O(1)-S-O(2)-Ir(1)	10(2)
F(3)-Ir(1)-O(2)-S	173(9)
F(1)-Ir(1)-O(2)-S	19(2)
F(2)-Ir(1)-O(2)-S	-162(2)
F(5)-Ir(1)-O(2)-S	-73(2)
F(4)-Ir(1)-O(2)-S	109(2)

3.2.4. Das $\text{H}_2\text{F}^+ \text{IrF}_6^-$

3.2.4.1. Synthese

In ein auf -196°C gekühltes PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) werden an der Metallvakuumapparatur 70 mg (0.2 mmol) IrF_6 und 60 mg (1 mmol) SO_2 kondensiert. Nachdem die Reaktionsmischung auf -78°C erwärmt wurde, werden 900 mg aHF aufkondensiert und auf -40°C erwärmt. Es entsteht eine orangefarbene Lösung, in der während des Abkühlens von -40°C auf -78°C gelbe Kristalle wachsen.

3.2.4.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	h2firf6	
Farbe	gelb	
Summenformel	F ₇ Ir	
Molmasse	325.20 g/mol	
Meßtemperatur	183(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	trigonal-hexagonal	
Raumgruppe	R 3	
Zelldimensionen	a = 728.2(1) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 728.2(1) pm	$\beta = 90^\circ$.
	c = 753.7(2) pm	$\gamma = 120^\circ$.
Volumen	0.34609(9) nm ³	
Z	3	
Dichte (berechnet)	4.681 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	29.005 mm ⁻¹	
F(000)	420	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.1 x 0.1 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	4.21 bis 30.58°.	
Bereich der Indizes	-10<=h<=10, -9<=k<=10, -10<=l<=10	
Anzahl gemessene Reflexe	1386	
unabhängige Reflexe	235 [R(int) = 0.0374]	
Vollständigkeit zu Theta = 30.58°	100.0 %	
Reflexe >2sigma(I)°	235	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	235 / 0 / 15	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.208	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0169, wR2 = 0.0424	
R (alle Daten)	R1 = 0.0169, wR2 = 0.0424	
Extinktionskoeffizient	0.0123(12)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	1.256 und -1.321 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm²x 10⁻¹) für H₂F⁺ IrF₆⁻. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Ir	0	0	0	10(1)
F(1)	1657(6)	-707(6)	1448(4)	22(1)
F(2)	-6667	-3333	1667	27(2)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{H}_2\text{F}^+ \text{IrF}_6^-$.

Ir-F(1)#1	188.0(3)
Ir-F(1)	188.0(3)
Ir-F(1)#2	188.0(3)
Ir-F(1)#3	188.0(3)
Ir-F(1)#4	188.0(3)
Ir-F(1)#5	188.0(3)
F(1)#1-Ir-F(1)	90.3(2)
F(1)#1-Ir-F(1)#2	89.7(2)
F(1)-Ir-F(1)#2	90.3(2)
F(1)#1-Ir-F(1)#3	90.3(2)
F(1)-Ir-F(1)#3	89.7(2)
F(1)#2-Ir-F(1)#3	180.0
F(1)#1-Ir-F(1)#4	180.0
F(1)-Ir-F(1)#4	89.7(2)
F(1)#2-Ir-F(1)#4	90.3(2)
F(1)#3-Ir-F(1)#4	89.7(2)
F(1)#1-Ir-F(1)#5	89.7(2)
F(1)-Ir-F(1)#5	180.0
F(1)#2-Ir-F(1)#5	89.7(2)
F(1)#3-Ir-F(1)#5	90.3(2)
F(1)#4-Ir-F(1)#5	90.3(2)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

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

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir	10(1)	10(1)	9(1)	0	0	5(1)
F(1)	22(1)	23(1)	21(1)	1(1)	-7(1)	12(1)
F(2)	24(2)	24(2)	33(4)	0	0	12(1)

3.2.5. Das $\text{Cl}_2\text{O}_2^+ \text{Hlr}_2\text{F}_{12}^-$

3.2.5.1. Synthese

Eine zur Darstellung von $\text{Cl}_4^+ \text{IrF}_6^-$ hergestellte Probe wird sieben Tage auf -90°C gekühlt. Oberhalb der gefrorenen Lösung scheiden sich an der Rohrwandung schwarze, nadelförmige Kristalle ab.

3.2.5.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	cl2o2ir	
Farbe	schwarz	
Summenformel	$\text{Cl}_2 \text{F}_{12} \text{Ir}_2 \text{O}_2$	
Molmasse	715.30 g/mol	
Meßtemperatur	143(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	$\text{P}2_1/\text{c}$	
Zelldimensionen	$a = 540.24(4) \text{ pm}$	$\alpha = 90^\circ$.
	$b = 1818.5(2) \text{ pm}$	$\beta = 100.705(5)^\circ$.
	$c = 1191.4(1) \text{ pm}$	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	$1.1501(2) \text{ nm}^3$	
Z	4	
Dichte (berechnet)	4.131 Mg/m^3	
Absorptionskoeffizient	23.734 mm^{-1}	
F(000)	1248	
Kristalldimensionen	$0.3 \times 0.1 \times 0.1 \text{ mm}^3$	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.07 bis 24.00° .	
Bereich der Indizes	$-6 \leq h \leq 6, -20 \leq k \leq 20, -13 \leq l \leq 13$	
Anzahl gemessene Reflexe	8408	
unabhängige Reflexe	1801 [R(int) = 0.0732]	
Vollständigkeit zu $\Theta = 24.00^\circ$	99.9 %	
Reflexe $> 2\sigma(I)^\circ$	1232	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F^2	
Reflexe / restraints / Parameter	1801 / 0 / 164	
Goodness-of-fit gegen F^2	0.872	
Entgültiger Fehler R [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0344, wR2 = 0.0699	
R (alle Daten)	R1 = 0.0619, wR2 = 0.0768	
Extinktionskoeffizient	0.00037(8)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	$1.569 \text{ und } -1.660 \cdot 10^{-6} \text{ e.\AA}^{-3}$	

**Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Cl}_2\text{O}_2^+ \text{HIr}_2\text{F}_{12}^-$.
U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.**

	x	y	z	U(eq)
Ir(1)	3419(1)	3843(1)	844(1)	20(1)
Ir(2)	4937(1)	6086(1)	3314(1)	21(1)
Cl(1)	-26(8)	2814(2)	3142(4)	40(1)
Cl(2)	-1605(8)	2844(2)	4428(4)	41(1)
O(1)	-260(20)	4145(6)	3368(12)	41(3)
O(2)	-1220(20)	4166(6)	4167(12)	43(3)
F(21)	3382(18)	5861(5)	1723(8)	36(2)
F(11)	1995(18)	3949(5)	-653(8)	43(3)
F(12)	4688(16)	3731(5)	2384(8)	37(2)
F(13)	634(15)	3302(4)	1059(7)	28(2)
F(22)	2071(16)	6619(4)	3451(8)	32(2)
F(23)	6294(16)	6919(4)	2772(8)	34(2)
F(14)	6186(16)	4394(5)	682(9)	39(2)
F(15)	5030(17)	2994(5)	515(9)	44(3)
F(24)	3474(17)	5252(4)	3785(8)	37(2)
F(25)	6282(18)	6314(5)	4790(8)	44(3)
F(16)	1672(15)	4741(4)	1182(8)	32(2)
F(26)	7742(16)	5541(5)	3159(9)	45(3)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Cl}_2\text{O}_2^+ \text{HIr}_2\text{F}_{12}^-$.

Ir(1)-F(11)	182(1)
Ir(1)-F(14)	184.0(8)
Ir(1)-F(12)	184.6(9)
Ir(1)-F(15)	185.0(8)
Ir(1)-F(13)	185.5(8)
Ir(1)-F(16)	196.6(8)
Ir(2)-F(25)	182.1(9)
Ir(2)-F(24)	184.5(8)
Ir(2)-F(26)	184.9(8)
Ir(2)-F(23)	185.1(8)
Ir(2)-F(22)	185.9(8)
Ir(2)-F(21)	196.8(9)
Cl(1)-Cl(2)	188.8(6)
Cl(1)-O(1)	244(1)
Cl(1)-F(13)	272(1)
Cl(1)-O(2)	287(1)
Cl(1)-F(23)#1	295.2(9)
Cl(1)-F(22)#2	296.2(9)
Cl(2)-O(2)	244(1)
Cl(2)-F(22)#3	276(1)
Cl(2)-O(1)	284(1)
Cl(2)-F(15)#4	286.0(9)
Cl(2)-F(13)#5	295.1(9)
O(1)-O(2)	117(2)
F(21)-F(16)	228(1)
F(13)-Cl(2)#6	295.1(9)
F(22)-Cl(2)#3	276(1)
F(22)-Cl(1)#7	296.2(9)
F(23)-Cl(1)#8	295.2(9)
F(15)-Cl(2)#9	286.0(9)
F(24)-F(26)	261(1)
F(25)-F(26)	264(2)
F(16)-F(16)#10	319(2)

F(11)-Ir(1)-F(14)	92.5(4)
F(11)-Ir(1)-F(12)	176.8(4)
F(14)-Ir(1)-F(12)	90.3(4)
F(11)-Ir(1)-F(15)	90.6(4)
F(14)-Ir(1)-F(15)	90.5(4)
F(12)-Ir(1)-F(15)	91.0(4)
F(11)-Ir(1)-F(13)	89.1(4)
F(14)-Ir(1)-F(13)	178.0(4)
F(12)-Ir(1)-F(13)	88.0(4)
F(15)-Ir(1)-F(13)	90.7(4)
F(11)-Ir(1)-F(16)	88.9(4)
F(14)-Ir(1)-F(16)	90.0(4)
F(12)-Ir(1)-F(16)	89.6(4)
F(15)-Ir(1)-F(16)	179.3(4)
F(13)-Ir(1)-F(16)	88.9(3)
F(25)-Ir(2)-F(24)	90.6(4)
F(25)-Ir(2)-F(26)	91.8(5)
F(24)-Ir(2)-F(26)	89.7(4)
F(25)-Ir(2)-F(23)	92.2(4)
F(24)-Ir(2)-F(23)	177.1(4)
F(26)-Ir(2)-F(23)	91.1(4)
F(25)-Ir(2)-F(22)	89.2(4)
F(24)-Ir(2)-F(22)	89.5(4)
F(26)-Ir(2)-F(22)	178.7(4)
F(23)-Ir(2)-F(22)	89.7(4)
F(25)-Ir(2)-F(21)	178.0(4)
F(24)-Ir(2)-F(21)	89.5(4)
F(26)-Ir(2)-F(21)	90.2(4)
F(23)-Ir(2)-F(21)	87.7(4)
F(22)-Ir(2)-F(21)	88.8(4)
Cl(2)-Cl(1)-O(1)	80.9(4)
Cl(2)-Cl(1)-F(13)	152.4(3)
O(1)-Cl(1)-F(13)	78.2(4)
Cl(2)-Cl(1)-O(2)	57.3(3)
O(1)-Cl(1)-O(2)	23.6(3)
F(13)-Cl(1)-O(2)	100.8(4)
Cl(2)-Cl(1)-F(23)#1	139.3(3)
O(1)-Cl(1)-F(23)#1	129.8(4)
F(13)-Cl(1)-F(23)#1	68.2(3)
O(2)-Cl(1)-F(23)#1	148.4(3)
Cl(2)-Cl(1)-F(22)#2	111.7(3)
O(1)-Cl(1)-F(22)#2	141.1(4)
F(13)-Cl(1)-F(22)#2	75.6(3)
O(2)-Cl(1)-F(22)#2	144.5(4)
F(23)#1-Cl(1)-F(22)#2	63.8(3)
Cl(1)-Cl(2)-O(2)	82.1(4)
Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	152.1(3)
O(2)-Cl(2)-F(22)#3	78.0(4)
Cl(1)-Cl(2)-O(1)	58.1(3)
O(2)-Cl(2)-O(1)	24.0(3)
F(22)#3-Cl(2)-O(1)	100.8(4)
Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	140.6(3)
O(2)-Cl(2)-F(15)#4	131.3(4)
F(22)#3-Cl(2)-F(15)#4	66.5(3)
O(1)-Cl(2)-F(15)#4	151.9(4)
Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	108.8(3)
O(2)-Cl(2)-F(13)#5	138.3(4)
F(22)#3-Cl(2)-F(13)#5	75.1(3)
O(1)-Cl(2)-F(13)#5	140.7(3)

F(15)#4-Cl(2)-F(13)#5	62.8(3)
O(2)-O(1)-Cl(1)	99.4(9)
O(2)-O(1)-Cl(2)	58.4(8)
Cl(1)-O(1)-Cl(2)	41.0(2)
O(1)-O(2)-Cl(2)	97.6(9)
O(1)-O(2)-Cl(1)	57.0(7)
Cl(2)-O(2)-Cl(1)	40.6(2)
Ir(2)-F(21)-F(16)	122.5(5)
Ir(1)-F(13)-Cl(1)	123.1(4)
Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	121.9(4)
Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	105.3(3)
Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	118.9(4)
Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	123.0(4)
Cl(2)#3-F(22)-Cl(1)#7	103.9(3)
Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	157.2(4)
Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	154.8(4)
Ir(2)-F(24)-F(26)	45.2(3)
Ir(2)-F(25)-F(26)	44.5(3)
Ir(1)-F(16)-F(21)	128.0(5)
Ir(1)-F(16)-F(16)#10	106.2(4)
F(21)-F(16)-F(16)#10	96.9(4)
Ir(2)-F(26)-F(24)	45.1(3)
Ir(2)-F(26)-F(25)	43.7(3)
F(24)-F(26)-F(25)	59.6(3)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

#1 -x+1,y-1/2,-z+1/2 #2 -x,y-1/2,-z+1/2 #3 -x,-y+1,-z+1
 #4 x-1,-y+1/2,z+1/2 #5 x,-y+1/2,z+1/2 #6 x,-y+1/2,z-1/2
 #7 -x,y+1/2,-z+1/2 #8 -x+1,y+1/2,-z+1/2 #9 x+1,-y+1/2,z-1/2
 #10 -x,-y+1,-z

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Cl}_2\text{O}_2^+ \text{HIr}_2\text{F}_{12}^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{p}^2 [h^2 a^* U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir(1)	18(1)	16(1)	26(1)	0(1)	5(1)	1(1)
Ir(2)	19(1)	15(1)	28(1)	0(1)	1(1)	-2(1)
Cl(1)	48(3)	37(2)	40(3)	-14(2)	22(2)	-7(2)
Cl(2)	46(3)	43(3)	39(3)	18(2)	22(2)	5(2)
O(1)	46(8)	19(6)	53(9)	5(6)	-6(7)	-7(5)
O(2)	59(9)	29(7)	39(8)	-10(6)	6(7)	0(6)
F(21)	55(7)	29(5)	27(5)	-2(4)	13(5)	-13(4)
F(11)	51(7)	46(6)	37(6)	-5(5)	17(5)	-2(5)
F(12)	24(5)	47(6)	38(6)	3(5)	5(4)	4(4)
F(13)	21(5)	27(5)	38(6)	-5(4)	10(4)	-7(4)
F(22)	32(5)	27(5)	39(6)	-3(4)	10(4)	12(4)
F(23)	33(6)	20(5)	53(6)	0(4)	16(5)	-8(4)
F(14)	29(6)	34(5)	56(7)	3(5)	15(5)	-6(4)
F(15)	45(6)	22(5)	73(8)	-4(5)	37(6)	1(4)
F(24)	48(6)	28(5)	32(6)	15(4)	-3(5)	-7(4)
F(25)	45(6)	42(6)	37(6)	9(5)	-12(5)	-5(5)
F(16)	22(5)	24(5)	48(6)	-12(4)	3(5)	-5(4)
F(26)	16(5)	36(6)	85(8)	0(5)	11(5)	8(4)

Torsionswinkel [°] für $\text{Cl}_2\text{O}_2^+ \text{Hf}_2\text{F}_{12}^-$.

O(1)-Cl(1)-Cl(2)-O(2)	-0.2(4)
F(13)-Cl(1)-Cl(2)-O(2)	-41.2(7)
F(23)#1-Cl(1)-Cl(2)-O(2)	143.6(5)
F(22)#2-Cl(1)-Cl(2)-O(2)	-141.8(4)
O(1)-Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	-45.0(7)
F(13)-Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	-86.0(9)
O(2)-Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	-44.8(7)
F(23)#1-Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	98.8(7)
F(22)#2-Cl(1)-Cl(2)-F(22)#3	173.4(6)
F(13)-Cl(1)-Cl(2)-O(1)	-41.0(6)
O(2)-Cl(1)-Cl(2)-O(1)	0.2(4)
F(23)#1-Cl(1)-Cl(2)-O(1)	143.8(5)
F(22)#2-Cl(1)-Cl(2)-O(1)	-141.6(4)
O(1)-Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	151.6(5)
F(13)-Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	110.6(7)
O(2)-Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	151.8(6)
F(23)#1-Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	-64.6(7)
F(22)#2-Cl(1)-Cl(2)-F(15)#4	10.0(6)
O(1)-Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	-138.7(4)
F(13)-Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	-179.7(6)
O(2)-Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	-138.5(4)
F(23)#1-Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	5.2(5)
F(22)#2-Cl(1)-Cl(2)-F(13)#5	79.7(3)
Cl(2)-Cl(1)-O(1)-O(2)	0.5(9)
F(13)-Cl(1)-O(1)-O(2)	162.4(9)
F(23)#1-Cl(1)-O(1)-O(2)	-149.5(8)
F(22)#2-Cl(1)-O(1)-O(2)	114(1)
F(13)-Cl(1)-O(1)-Cl(2)	161.9(3)
O(2)-Cl(1)-O(1)-Cl(2)	-0.5(9)
F(23)#1-Cl(1)-O(1)-Cl(2)	-149.9(5)
F(22)#2-Cl(1)-O(1)-Cl(2)	113.4(6)
Cl(1)-Cl(2)-O(1)-O(2)	-180(1)
F(22)#3-Cl(2)-O(1)-O(2)	-19.2(9)
F(15)#4-Cl(2)-O(1)-O(2)	40.4(13)
F(13)#5-Cl(2)-O(1)-O(2)	-99(1)
O(2)-Cl(2)-O(1)-Cl(1)	180(1)
F(22)#3-Cl(2)-O(1)-Cl(1)	160.3(3)
F(15)#4-Cl(2)-O(1)-Cl(1)	-140.1(8)
F(13)#5-Cl(2)-O(1)-Cl(1)	80.7(6)
Cl(1)-O(1)-O(2)-Cl(2)	-0.4(7)
Cl(2)-O(1)-O(2)-Cl(1)	0.4(7)
Cl(1)-Cl(2)-O(2)-O(1)	0.5(9)
F(22)#3-Cl(2)-O(2)-O(1)	160.8(9)
F(15)#4-Cl(2)-O(2)-O(1)	-156.1(8)
F(13)#5-Cl(2)-O(2)-O(1)	109.9(9)
F(22)#3-Cl(2)-O(2)-Cl(1)	160.3(3)
O(1)-Cl(2)-O(2)-Cl(1)	-0.5(9)
F(15)#4-Cl(2)-O(2)-Cl(1)	-156.5(5)
F(13)#5-Cl(2)-O(2)-Cl(1)	109.4(5)
Cl(2)-Cl(1)-O(2)-O(1)	-180(1)
F(13)-Cl(1)-O(2)-O(1)	-17.5(9)
F(23)#1-Cl(1)-O(2)-O(1)	48(1)
F(22)#2-Cl(1)-O(2)-O(1)	-98(1)
O(1)-Cl(1)-O(2)-Cl(2)	180(1)
F(13)-Cl(1)-O(2)-Cl(2)	161.9(3)
F(23)#1-Cl(1)-O(2)-Cl(2)	-132.4(7)
F(22)#2-Cl(1)-O(2)-Cl(2)	81.7(6)
F(25)-Ir(2)-F(21)-F(16)	-107(11)

F(24)-Ir(2)-F(21)-F(16)	-14.3(6)
F(26)-Ir(2)-F(21)-F(16)	75.4(6)
F(23)-Ir(2)-F(21)-F(16)	166.5(6)
F(22)-Ir(2)-F(21)-F(16)	-103.8(6)
F(11)-Ir(1)-F(13)-Cl(1)	-175.2(5)
F(14)-Ir(1)-F(13)-Cl(1)	-32(11)
F(12)-Ir(1)-F(13)-Cl(1)	3.3(5)
F(15)-Ir(1)-F(13)-Cl(1)	94.2(5)
F(16)-Ir(1)-F(13)-Cl(1)	-86.3(5)
F(11)-Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	44.0(5)
F(14)-Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	-173(11)
F(12)-Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	-137.5(5)
F(15)-Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	-46.5(5)
F(16)-Ir(1)-F(13)-Cl(2)#6	132.9(5)
Cl(2)-Cl(1)-F(13)-Ir(1)	107.0(7)
O(1)-Cl(1)-F(13)-Ir(1)	65.6(5)
O(2)-Cl(1)-F(13)-Ir(1)	72.6(5)
F(23)#1-Cl(1)-F(13)-Ir(1)	-76.4(4)
F(22)#2-Cl(1)-F(13)-Ir(1)	-143.5(5)
Cl(2)-Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	-106.8(7)
O(1)-Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	-148.3(4)
O(2)-Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	-141.2(3)
F(23)#1-Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	69.8(3)
F(22)#2-Cl(1)-F(13)-Cl(2)#6	2.6(3)
F(25)-Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	-7.1(5)
F(24)-Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	83.4(5)
F(26)-Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	133(19)
F(23)-Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	-99.3(5)
F(21)-Ir(2)-F(22)-Cl(2)#3	173.0(4)
F(25)-Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	126.0(5)
F(24)-Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	-143.4(5)
F(26)-Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	-94(19)
F(23)-Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	33.9(5)
F(21)-Ir(2)-F(22)-Cl(1)#7	-53.8(5)
F(25)-Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	93(1)
F(24)-Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	-105(8)
F(26)-Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	1(1)
F(22)-Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	-178(1)
F(21)-Ir(2)-F(23)-Cl(1)#8	-89(1)
F(11)-Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	61(1)
F(14)-Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	-32(1)
F(12)-Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	-122(1)
F(13)-Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	150(1)
F(16)-Ir(1)-F(15)-Cl(2)#9	100(33)
F(25)-Ir(2)-F(24)-F(26)	-91.8(4)
F(23)-Ir(2)-F(24)-F(26)	106(8)
F(22)-Ir(2)-F(24)-F(26)	179.0(4)
F(21)-Ir(2)-F(24)-F(26)	90.2(4)
F(24)-Ir(2)-F(25)-F(26)	89.7(4)
F(23)-Ir(2)-F(25)-F(26)	-91.1(4)
F(22)-Ir(2)-F(25)-F(26)	179.2(4)
F(21)-Ir(2)-F(25)-F(26)	-178(100)
F(11)-Ir(1)-F(16)-F(21)	-110.1(6)
F(14)-Ir(1)-F(16)-F(21)	-17.6(6)
F(12)-Ir(1)-F(16)-F(21)	72.7(6)
F(15)-Ir(1)-F(16)-F(21)	-149(33)
F(13)-Ir(1)-F(16)-F(21)	160.7(6)
F(11)-Ir(1)-F(16)-F(16)#10	2.6(5)
F(14)-Ir(1)-F(16)-F(16)#10	95.1(5)
F(12)-Ir(1)-F(16)-F(16)#10	-174.6(5)

F(15)-Ir(1)-F(16)-F(16)#10	-36(33)
F(13)-Ir(1)-F(16)-F(16)#10	-86.6(5)
Ir(2)-F(21)-F(16)-Ir(1)	-81.7(7)
Ir(2)-F(21)-F(16)-F(16)#10	161.5(5)
F(25)-Ir(2)-F(26)-F(24)	90.6(4)
F(23)-Ir(2)-F(26)-F(24)	-177.2(4)
F(22)-Ir(2)-F(26)-F(24)	-50(19)
F(21)-Ir(2)-F(26)-F(24)	-89.5(4)
F(24)-Ir(2)-F(26)-F(25)	-90.6(4)
F(23)-Ir(2)-F(26)-F(25)	92.2(4)
F(22)-Ir(2)-F(26)-F(25)	-140(19)
F(21)-Ir(2)-F(26)-F(25)	179.9(4)
Ir(2)-F(24)-F(26)-F(25)	53.2(3)
Ir(2)-F(25)-F(26)-F(24)	-55.2(3)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung äquivalenter Atome:

#1 $-x+1, y-1/2, -z+1/2$ #2 $-x, y-1/2, -z+1/2$ #3 $-x, -y+1, -z+1$
 #4 $x-1, -y+1/2, z+1/2$ #5 $x, -y+1/2, z+1/2$ #6 $x, -y+1/2, z-1/2$
 #7 $-x, y+1/2, -z+1/2$ #8 $-x+1, y+1/2, -z+1/2$ #9 $x+1, -y+1/2, z-1/2$
 #10 $-x, -y+1, -z$

3.2.6. $\text{Br}_3^+\text{SbF}_6^-$

3.2.6.1. Synthese

Im Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) 1.49 g (3.1 mmol) $\text{O}_2^+\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$ und 1.46 g (6.7 mmol) SbF_5 gefüllt. Auf diese Mischung werden bei -196°C an der Metallvakuumapparatur 890 mg (44.5 mmol) aHF und 200 mg (1.3 mmol) Br_2 kondensiert. Das Rohr wird verschmolzen und langsam auf 0°C erwärmt. Es entsteht eine roten Lösung, in der sich beim langsamen Abkühlen auf -78°C braune nadelförmige Kristalle bildeten.

3.2.6.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	br3sbf6	
Farbe	rotbraun	
Summenformel	Br ₃ F ₆ Sb	
Molmasse	475.48 g/mol	
Meßtemperatur	150(2) K	
Wellenlänge	71.069 pm	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	Pcan (Nr. 60)	
Zelldimensionen	a = 1155.3(3) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 1192.9(3) pm	$\beta = 90^\circ$.
	c = 1202.3(3) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	1.6570(7) nm ³	
Z	8	
Dichte (berechnet)	3.812 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	17.830 mm ⁻¹	
F(000)	1680	
Kristalldimensionen	0.5 x 0.1 x 0.1 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.45 bis 29.68°.	
Bereich der Indizes	-15<=h<=15, -16<=k<=15, -15<=l<=16	
Anzahl gemessene Reflexe	15621	
unabhängige Reflexe	2219 [R(int) = 0.0709]	
Vollständigkeit zu Theta = 29.68°	94.3 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1832	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	2219 / 0 / 94	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.003	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0302, wR2 = 0.0673	
R (alle Daten)	R1 = 0.0417, wR2 = 0.0699	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	1.008 und -2.008 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² x 10⁻¹) für Br₃⁺ SbF₆⁻.
U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Sb(1)	1521(1)	5000	2500	11(1)
Sb(2)	5000	5000	5000	12(1)
Br(1)	3647(1)	8312(1)	704(1)	17(1)
Br(2)	2855(1)	8510(1)	3576(1)	20(1)
Br(3)	3961(1)	7485(1)	2378(1)	14(1)
F(11)	1502(2)	3727(2)	3405(2)	22(1)
F(13)	-101(3)	5000	2500	26(1)
F(14)	1511(3)	5946(3)	3744(2)	30(1)
F(12)	3136(3)	5000	2500	22(1)
F(21)	4691(3)	6250(2)	4124(2)	23(1)
F(23)	5216(2)	4110(2)	3738(2)	22(1)
F(24)	6580(2)	5376(3)	4969(2)	22(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Br}_3^+ \text{SbF}_6^-$.

Sb(1)-F(12)	186.6(4)
Sb(1)-F(11)#1	186.8(3)
Sb(1)-F(11)	186.8(3)
Sb(1)-F(14)#1	187.3(3)
Sb(1)-F(14)	187.3(3)
Sb(1)-F(13)	187.5(4)
Sb(2)-F(21)#2	186.0(3)
Sb(2)-F(21)	186.0(3)
Sb(2)-F(23)	186.8(3)
Sb(2)-F(23)#2	186.8(3)
Sb(2)-F(24)	188.0(3)
Sb(2)-F(24)#2	188.0(3)
Br(1)-Br(3)	227.06(8)
Br(2)-Br(3)	228.15(7)
F(12)-Sb(1)-F(11)#1	90.69(9)
F(12)-Sb(1)-F(11)	90.69(9)
F(11)#1-Sb(1)-F(11)	178.6(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)#1	90.3(1)
F(11)#1-Sb(1)-F(14)#1	91.4(2)
F(11)-Sb(1)-F(14)#1	88.5(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)	90.3(1)
F(11)#1-Sb(1)-F(14)	88.5(2)
F(11)-Sb(1)-F(14)	91.4(2)
F(14)#1-Sb(1)-F(14)	179.3(2)
F(12)-Sb(1)-F(13)	180.0
F(11)#1-Sb(1)-F(13)	89.31(9)
F(11)-Sb(1)-F(13)	89.31(9)
F(14)#1-Sb(1)-F(13)	89.6(1)
F(14)-Sb(1)-F(13)	89.6(1)
F(21)#2-Sb(2)-F(21)	179.999(1)
F(21)#2-Sb(2)-F(23)	88.8(2)
F(21)-Sb(2)-F(23)	91.2(2)
F(21)#2-Sb(2)-F(23)#2	91.2(2)
F(21)-Sb(2)-F(23)#2	88.7(2)
F(23)-Sb(2)-F(23)#2	180.0
F(21)#2-Sb(2)-F(24)	90.9(2)
F(21)-Sb(2)-F(24)	89.0(2)
F(23)-Sb(2)-F(24)	89.4(2)
F(23)#2-Sb(2)-F(24)	90.5(2)
F(21)#2-Sb(2)-F(24)#2	89.0(2)
F(21)-Sb(2)-F(24)#2	90.9(2)
F(23)-Sb(2)-F(24)#2	90.5(2)
F(23)#2-Sb(2)-F(24)#2	89.4(2)
F(24)-Sb(2)-F(24)#2	180.0
Br(1)-Br(3)-Br(2)	103.74(3)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_3^+ \text{SbF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{p}^2 [\mathbf{h}^2 \mathbf{a}^*{}^2 \mathbf{U}_{11} + \dots + 2 \mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{a}^* \mathbf{b}^* \mathbf{U}_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Sb(1)	14(1)	9(1)	9(1)	-2(1)	0	0
Sb(2)	16(1)	10(1)	9(1)	2(1)	-3(1)	-3(1)
Br(1)	26(1)	13(1)	12(1)	2(1)	-3(1)	0(1)
Br(2)	26(1)	16(1)	17(1)	-1(1)	6(1)	0(1)
Br(3)	21(1)	11(1)	10(1)	1(1)	0(1)	1(1)
F(11)	24(2)	17(2)	26(2)	10(1)	-1(1)	-2(1)
F(13)	13(2)	20(2)	47(3)	9(2)	0	0
F(14)	45(2)	25(2)	21(2)	-14(1)	1(1)	-2(2)
F(12)	15(2)	19(2)	31(2)	3(2)	0	0
F(21)	34(2)	14(1)	21(2)	8(1)	-10(1)	-2(1)
F(23)	31(2)	20(2)	14(1)	-5(1)	-1(1)	-2(1)
F(24)	20(2)	23(2)	22(2)	5(1)	0(1)	-6(1)

3.2.7. Das $\text{Br}_2\text{F}^+ \text{SbF}_6^-$

3.2.7.1. Synthese

In einer wie bei der Synthese von $\text{Br}_3^+ \text{SbF}_6^-$ hergestellten Probe wuchsen neben den braunen nadelförmigen, auch rote plättchenförmige Kristalle.

3.2.7.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	br2fsbf6	
Farbe	rot	
Summenformel	Br ₂ F ₇ Sb	
Molmasse	1658.28 g/mol	
Meßtemperatur	293(2) K	
Wellenlänge	71.069 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Zelldimensionen	a = 1486.6(7) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 1011.2(4) pm	$\beta = 120.61(3)^\circ$.
	c = 1082.7(4) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	1.400(1) nm ³	
Z	2	
Dichte (berechnet)	3.932 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	15.409 mm ⁻¹	
F(000)	1472	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.2 x 0.2 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.57 bis 29.87°.	
Bereich der Indizes	-14<=h<=11, -8<=k<=13, -12<=l<=13	
Anzahl gemessene Reflexe	2485	
unabhängige Reflexe	1263 [R(int) = 0.0484]	
Vollständigkeit zu Theta = 29.87°	62.4 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1107	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	1263 / 0 / 92	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.193	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0397, wR2 = 0.1106	
R (alle Daten)	R1 = 0.0460, wR2 = 0.1154	
Extinktionskoeffizient	0.0010(2)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	1.997 und -1.979 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² x 10⁻¹) für Br₂F⁺ SbF₆⁻.
U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Br(1)	-805(1)	2625(1)	-6069(1)	17(1)
Br(2)	456(1)	2087(1)	-3832(1)	17(1)
F	-183(5)	3959(6)	-6301(6)	45(2)
Sb	2380(1)	-43(1)	-34(1)	11(1)
F(1)	1899(4)	1381(5)	-1348(5)	22(1)
F(2)	2820(4)	-1408(4)	1327(5)	21(1)
F(3)	2972(5)	-827(5)	-993(5)	27(1)
F(4)	1115(4)	-900(5)	-1198(5)	25(1)
F(5)	1744(5)	804(5)	908(5)	26(1)
F(6)	3606(4)	873(5)	1133(5)	23(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Br}_2\text{F}^+ \text{SbF}_6^-$.

Br(1)-F	172.4(6)
Br(1)-Br(2)	224.7(2)
Sb-F(3)	184.8(5)
Sb-F(6)	185.2(5)
Sb-F(4)	186.1(5)
Sb-F(2)	187.8(4)
Sb-F(1)	189.0(5)
Sb-F(5)	191.0(5)
F-Br(1)-Br(2)	97.5(2)
F(3)-Sb-F(6)	90.7(3)
F(3)-Sb-F(4)	91.5(3)
F(6)-Sb-F(4)	177.4(2)
F(3)-Sb-F(2)	92.9(2)
F(6)-Sb-F(2)	90.2(2)
F(4)-Sb-F(2)	91.0(2)
F(3)-Sb-F(1)	90.6(2)
F(6)-Sb-F(1)	89.8(2)
F(4)-Sb-F(1)	88.9(2)
F(2)-Sb-F(1)	176.6(2)
F(3)-Sb-F(5)	178.2(2)
F(6)-Sb-F(5)	89.7(3)
F(4)-Sb-F(5)	88.1(3)
F(2)-Sb-F(5)	88.9(2)
F(1)-Sb-F(5)	87.7(2)

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_2\text{F}^+ \text{SbF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{h}^2 \mathbf{a}^* \mathbf{a}^* \mathbf{U}_{11} + \dots + 2 \mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{a}^* \mathbf{b}^* \mathbf{U}_{12}$]

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Br(1)	14(1)	22(1)	11(1)	4(1)	4(1)	-1(1)
Br(2)	13(1)	24(1)	11(1)	2(1)	5(1)	1(1)
F	23(4)	60(4)	27(3)	22(3)	-4(3)	-19(3)
Sb	10(1)	10(1)	9(1)	1(1)	2(1)	2(1)
F(1)	23(4)	20(2)	18(2)	6(2)	7(2)	2(2)
F(2)	25(4)	15(2)	20(2)	5(2)	9(2)	1(2)
F(3)	28(4)	30(3)	26(2)	0(2)	16(3)	8(2)
F(4)	20(4)	30(3)	19(2)	-5(2)	5(3)	-9(2)
F(5)	29(4)	28(3)	20(2)	-1(2)	12(3)	14(2)
F(6)	18(4)	19(2)	21(2)	-1(2)	3(2)	-5(2)

3.2.8. Das $\text{Br}_3^+ \text{OsF}_6^-$

3.2.8.1. Synthese

In ein auf -196°C gekühltes PFA-Reaktionsrohr (6.5 m Innendurchmesser) werden an der Metallvakuumapparatur 130 mg (0.8 mmol) Br_2 , 230 mg (0.7 mmol) OsF_6 und 500 mg aHF kondensiert. Das Rohr wird verschmolzen und die Probe auf Raumtemperatur erwärmt. Es entsteht eine rotbraune Lösung, aus der beim langsamen Abkühlen auf -78°C rotbraune Kristalle wachsen.

4.8.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	br3osf6	
Farbe	rotbraun	
Summenformel	$\text{Br}_3 \text{F}_6 \text{Os}$	
Molmasse	543.93 g/mol	
Meßtemperatur	193(2) K	
Wellenlänge	71.069 pm	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	Pcan (Nr. 60)	
Zelldimensionen	a = 1132.0(3) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 1190.4(3) pm	$\beta = 90^\circ$.
	c = 1207.4(3) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	1.6270(7) nm ³	
Z	8	
Dichte (berechnet)	4.441 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	30.441 mm ⁻¹	
F(000)	1880	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.2 x 0.2 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.48 bis 30.52°.	
Bereich der Indizes	-15<=h<=16, -16<=k<=16, -12<=l<=17	
Anzahl gemessene Reflexe	17817	
unabhängige Reflexe	2471 [R(int) = 0.1313]	
Vollständigkeit zu Theta = 30.52°	99.2 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1817	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	2471 / 0 / 89	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.090	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0437, wR2 = 0.1133	
R (alle Daten)	R1 = 0.0639, wR2 = 0.1210	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	3.472 und -4.564 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

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

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Os(1)	6532(1)	0	2500	6(1)
F(11)	8189(9)	0	2500	19(2)
F(12)	4886(8)	0	2500	23(2)
F(13)	6522(6)	1265(5)	1560(5)	19(1)
F(14)	6534(6)	979(6)	3731(5)	24(2)
Os(2)	10000	0	5000	7(1)
F(21)	11616(6)	385(6)	5013(4)	15(1)
F(22)	9713(6)	1268(5)	4130(5)	17(1)
F(23)	10269(6)	-884(5)	3740(5)	19(1)
Br(1)	8643(1)	3314(1)	694(1)	12(1)
Br(2)	8970(1)	2486(1)	2370(1)	9(1)
Br(3)	7847(1)	3514(1)	3584(1)	14(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [$^\circ$] für $\text{Br}_3^+ \text{OsF}_6^-$.

Os(1)-F(12)	186.4(9)
Os(1)-F(11)	188(1)
Os(1)-F(13)	188.5(6)
Os(1)-F(13)#1	188.5(6)
Os(1)-F(14)#1	188.9(6)
Os(1)-F(14)	188.9(6)
Os(2)-F(22)	186.8(6)
Os(2)-F(22)#2	186.8(6)
Os(2)-F(23)	187.5(6)
Os(2)-F(23)#2	187.5(6)
Os(2)-F(21)#2	188.6(6)
Os(2)-F(21)	188.6(6)
Br(1)-Br(2)	228.2(2)
Br(2)-Br(3)	229.4(2)
F(12)-Os(1)-F(11)	180.0
F(12)-Os(1)-F(13)	89.6(2)
F(11)-Os(1)-F(13)	90.4(2)
F(12)-Os(1)-F(13)#1	89.6(2)
F(11)-Os(1)-F(13)#1	90.4(2)
F(13)-Os(1)-F(13)#1	179.3(4)
F(12)-Os(1)-F(14)#1	90.1(2)
F(11)-Os(1)-F(14)#1	89.9(2)
F(13)-Os(1)-F(14)#1	91.1(3)
F(13)#1-Os(1)-F(14)#1	88.9(3)
F(12)-Os(1)-F(14)	90.1(2)
F(11)-Os(1)-F(14)	89.9(2)
F(13)-Os(1)-F(14)	88.9(3)
F(13)#1-Os(1)-F(14)	91.1(3)
F(14)#1-Os(1)-F(14)	179.9(4)
F(22)-Os(2)-F(22)#2	180.0(2)
F(22)-Os(2)-F(23)	91.4(3)
F(22)#2-Os(2)-F(23)	88.6(3)
F(22)-Os(2)-F(23)#2	88.6(3)
F(22)#2-Os(2)-F(23)#2	91.4(3)
F(23)-Os(2)-F(23)#2	179.997(1)
F(22)-Os(2)-F(21)#2	91.3(3)
F(22)#2-Os(2)-F(21)#2	88.7(3)

F(23)-Os(2)-F(21)#2	90.8(3)
F(23)#2-Os(2)-F(21)#2	89.2(3)
F(22)-Os(2)-F(21)	88.7(3)
F(22)#2-Os(2)-F(21)	91.3(3)
F(23)-Os(2)-F(21)	89.2(3)
F(23)#2-Os(2)-F(21)	90.8(3)
F(21)#2-Os(2)-F(21)	180.0
Br(1)-Br(2)-Br(3)	104.24(5)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_3^+ \text{OsF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{h}^T \mathbf{a}^* \mathbf{U} \mathbf{a}^* \mathbf{h} + \dots + 2 \mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{a}^* \mathbf{b}^* \mathbf{U} \mathbf{l} 2$]

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Os(1)	5(1)	10(1)	2(1)	-1(1)	0	0
F(11)	10(5)	17(4)	30(5)	5(3)	0	0
F(12)	10(5)	28(6)	32(6)	10(4)	0	0
F(13)	18(4)	19(3)	19(3)	9(2)	5(3)	0(3)
Os(2)	8(1)	12(1)	2(1)	2(1)	-3(1)	-3(1)
F(21)	8(3)	29(3)	9(3)	6(2)	1(2)	-7(3)
F(22)	23(4)	15(3)	14(3)	7(2)	-8(2)	-2(3)
F(23)	24(4)	21(3)	12(3)	-3(2)	1(2)	1(3)
Br(1)	18(1)	15(1)	3(1)	1(1)	-3(1)	0(1)
Br(2)	12(1)	12(1)	3(1)	1(1)	0(1)	1(1)
Br(3)	18(1)	17(1)	9(1)	-1(1)	6(1)	0(1)

3.2.9. Das $\text{Br}_5^+ \text{IrF}_6^-$

3.2.9.1. Synthese

In ein auf -196°C gekühltes PFA-Reaktionsrohr (6.5 m Innendurchmesser) werden an der Metallvakuumapparatur 200 mg (1.3 mmol) Br_2 , 226 mg (0.8 mmol) IrF_6 und 700 mg aHF kondensiert. Das Rohr wird verschmolzen und die Probe auf Raumtemperatur erwärmt. Es entsteht eine rotbraune Lösung, in der beim langsamen Abkühlen auf -78°C braune Kristalle wachsen.

3.2.9.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	br5irf6	
Farbe	braun	
Summenformel	Br ₅ F ₆ Ir	
Molmasse	705.75 g/mol	
Meßtemperatur	193(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Zelldimensionen	a = 1274.59(4) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 884.22(3) pm	$\beta = 114.877(1)^\circ$.
	c = 1012.96(2) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	1.03570(5) nm ³	
Z	4	
Dichte (berechnet)	4.526 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	32.214 mm ⁻¹	
F(000)	1224	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.2 x 0.2 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.90 bis 31.23°.	
Bereich der Indizes	-17<=h<=17, -12<=k<=9, -14<=l<=14	
Anzahl gemessene Reflexe	5935	
unabhängige Reflexe	1568 [R(int) = 0.0998]	
Vollständigkeit zu Theta = 31.23°	92.3 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1494	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	1568 / 0 / 58	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.333	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0664, wR2 = 0.1629	
R (alle Daten)	R1 = 0.0692, wR2 = 0.1640	
Extinktionskoeffizient	0.0013(2)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	3.623 und -3.739 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm² x 10⁻¹) für Br₅⁺ IrF₆⁻. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Ir	5000	6147(1)	7500	14(1)
Br(2)	2500	2500	5000	18(1)
Br(3)	2912(1)	165(2)	6574(2)	21(1)
Br(4)	4035(1)	1296(2)	8740(2)	23(1)
F(1)	6541(9)	6169(14)	8943(12)	29(2)
F(2)	4625(10)	7622(15)	8557(12)	32(3)
F(3)	4633(11)	4666(14)	8511(15)	40(3)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Br}_5^+ \text{IrF}_6^-$.

Ir-F(3)#1	184(1)
Ir-F(3)	184(1)
Ir-F(2)	187(1)
Ir-F(2)#1	187(1)
Ir-F(1)#1	189(1)
Ir-F(1)	189(1)
Br(2)-Br(3)#2	252.5(2)
Br(2)-Br(3)	252.5(2)
Br(3)-Br(4)	228.4(2)
F(3)#1-Ir-F(3)	89.2(9)
F(3)#1-Ir-F(2)	178.7(6)
F(3)-Ir-F(2)	89.5(6)
F(3)#1-Ir-F(2)#1	89.5(6)
F(3)-Ir-F(2)#1	178.7(6)
F(2)-Ir-F(2)#1	91.7(8)
F(3)#1-Ir-F(1)#1	90.1(5)
F(3)-Ir-F(1)#1	90.7(5)
F(2)-Ir-F(1)#1	90.2(5)
F(2)#1-Ir-F(1)#1	89.0(5)
F(3)#1-Ir-F(1)	90.7(5)
F(3)-Ir-F(1)	90.1(5)
F(2)-Ir-F(1)	89.0(5)
F(2)#1-Ir-F(1)	90.2(5)
F(1)#1-Ir-F(1)	178.9(7)
Br(3)#2-Br(2)-Br(3)	180.0
Br(4)-Br(3)-Br(2)	97.37(7)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_5^+ \text{IrF}_6^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2h^2 a^* U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}$]

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir	15(1)	12(1)	16(1)	0	8(1)	0
Br(2)	17(1)	22(1)	18(1)	-1(1)	8(1)	0(1)
Br(3)	22(1)	22(1)	17(1)	0(1)	6(1)	-2(1)
Br(4)	21(1)	26(1)	21(1)	-5(1)	8(1)	-1(1)
F(1)	16(4)	42(7)	28(5)	-3(5)	8(4)	-3(4)
F(2)	28(5)	47(7)	20(5)	-3(5)	8(4)	11(5)
F(3)	38(7)	36(7)	49(7)	24(6)	20(6)	-3(5)

Torsionswinkel [°] $\text{Br}_5^+ \text{IrF}_6^-$.

Br(3)#2-Br(2)-Br(3)-Br(4)	42(11)
---------------------------	--------

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

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

3.2.10. Das $\text{Br}_2^+ \text{Sb}_3\text{F}_{16}^-$

3.2.10.1. Synthese

Die Synthese erfolgt gemäß Literatur [18].

Im Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) 1.76 g (8 mmol) SbF_5 gefüllt. Auf das bei -196°C gekühlte SbF_5 werden an der Vakuumapparatur 210 mg (1.3 mmol) Br_2 und 130 mg (0.7 mmol) $\text{S}_2\text{O}_6\text{F}_2$ kondensiert. Die Reaktionsmischung wird auf Raumtemperatur erwärmt und geschüttelt. Das Reaktionsgemisch färbt sich zuerst braun und wird dann eine Stunde bei gelegentlichen Schütteln stehen gelassen. Es entsteht ein roter Feststoff. Um alle flüchtigen Produkte zu entfernen wird das FEP-Rohr 2.5 h im Hochvakuum evakuiert.

Man erhält einen rot-violetten Feststoff. Das Rohr wird verschmolzen und auf 140°C erhitzt.

Aus der entstandenen Schmelze werden durch langsames Abkühlen auf Raumtemperatur Kristalle gezogen.

4.10.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	br2sbf6	
Farbe	rotbraun	
Summenformel	$\text{Br}_2 \text{F}_{16} \text{Sb}_3$	
Molmasse	829.07 g/mol	
Meßtemperatur	173(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Zelldimensionen	a = 1330.41(7) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 762.10(4) pm	$\beta = 93.553(2)^\circ$.
	c = 1425.71(7) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	1.4428(2) nm ³	
Z	4	
Dichte (berechnet)	3.817 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	11.280 mm ⁻¹	
F(000)	1468	
Kristalldimensionen	0.3 x 0.3 x 0.1 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.86 bis 30.54°.	
Bereich der Indizes	-11<=h<=18, -6<=k<=10, -19<=l<=19	
Anzahl gemessene Reflexe	6848	
unabhängige Reflexe	2140 [R(int) = 0.0579]	
Vollständigkeit zu Theta = 30.54°	97.4 %	
Reflexe >2sigma(I)°	1656	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	2140 / 0 / 97	
Goodness-of-fit gegen F ²	0.487	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0311, wR2 = 0.0806	
R (alle Daten)	R1 = 0.0478, wR2 = 0.1027	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	1.492 und -1.618 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

**Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_2^+ \text{Sb}_3\text{F}_{16}^-$.
U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.**

	x	y	z	U(eq)
Sb(1)	3730(1)	1478(1)	3801(1)	16(1)
F(12)	4227(3)	2705(6)	4850(3)	25(1)
F(13)	4058(4)	3176(6)	2953(3)	31(1)
F(14)	3158(4)	-81(6)	2920(3)	32(1)
F(1)	3332(3)	-418(5)	4776(3)	25(1)
F(15)	2444(3)	2348(6)	3963(3)	26(1)
F(16)	4932(3)	242(6)	3787(3)	32(1)
Sb(2)	2500	-2500	5000	17(1)
F(21)	3055(4)	-3638(6)	4019(3)	35(1)
F(22)	3508(4)	-3391(6)	5810(3)	33(1)
Br(3)	5617(1)	-3354(1)	3033(1)	29(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{Br}_2^+ \text{Sb}_3\text{F}_{16}^-$.

Sb(1)-F(13)	184.2(4)
Sb(1)-F(12)	185.0(4)
Sb(1)-F(16)	185.6(4)
Sb(1)-F(14)	185.7(4)
Sb(1)-F(15)	186.3(4)
Sb(1)-F(1)	209.5(4)
Sb(1)-Br(3)#1	422.01(9)
Sb(1)-Br(3)	462.57(8)
Sb(1)-Br(3)#2	462.91(9)
Sb(1)-Br(3)#3	476.26(8)
Sb(1)-Br(3)#4	483.29(9)
Sb(1)-Br(3)#5	483.62(8)
F(12)-Br(3)#3	305.3(4)
F(13)-Br(3)#5	303.9(4)
F(13)-Br(3)#4	335.9(5)
F(14)-Br(3)#2	331.6(5)
F(14)-Br(3)#1	364.0(5)
F(14)-Br(3)	411.0(5)
F(1)-Sb(2)	197.3(4)
F(15)-Br(3)#1	274.8(4)
F(16)-Br(3)	310.1(4)
F(16)-Br(3)#2	381.3(5)
Sb(2)-F(21)#6	183.9(5)
Sb(2)-F(21)	183.9(5)
Sb(2)-F(22)	184.4(4)
Sb(2)-F(22)#6	184.4(4)
Sb(2)-F(1)#6	197.3(4)
Sb(2)-Br(3)#7	482.21(7)
Sb(2)-Br(3)#1	482.22(7)
F(21)-Br(3)#2	351.7(5)
F(21)-Br(3)	377.3(5)
F(22)-Br(3)#7	316.1(4)
Br(3)-Br(3)#2	216.77(13)
Br(3)-F(15)#8	274.8(4)
Br(3)-F(13)#9	303.9(4)
Br(3)-F(12)#3	305.3(4)
Br(3)-F(22)#7	316.1(4)

Br(3)-F(14)#2	331.6(5)
Br(3)-F(13)#10	335.9(5)
Br(3)-F(21)#2	351.7(5)
Br(3)-F(14)#8	364.0(5)
Br(3)-F(16)#2	381.3(5)
Br(3)-Sb(1)#8	422.01(9)
F(13)-Sb(1)-F(12)	95.1(2)
F(13)-Sb(1)-F(16)	96.3(2)
F(12)-Sb(1)-F(16)	90.0(2)
F(13)-Sb(1)-F(14)	96.3(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)	168.7(2)
F(16)-Sb(1)-F(14)	89.2(2)
F(13)-Sb(1)-F(15)	95.0(2)
F(12)-Sb(1)-F(15)	90.3(2)
F(16)-Sb(1)-F(15)	168.5(2)
F(14)-Sb(1)-F(15)	88.3(2)
F(13)-Sb(1)-F(1)	178.7(2)
F(12)-Sb(1)-F(1)	84.6(2)
F(16)-Sb(1)-F(1)	84.9(2)
F(14)-Sb(1)-F(1)	84.2(2)
F(15)-Sb(1)-F(1)	83.8(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)#1	94.4(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)#1	119.3(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)#1	147.6(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)#1	59.3(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)#1	29.2(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)#1	84.8(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)	104.5(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)	115.0(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)	27.6(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)	62.4(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)	146.0(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)	76.8(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)	120.07(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)#2	97.3(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)#2	142.1(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)#2	53.1(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)#2	36.2(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)#2	124.0(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)#2	83.7(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)#2	95.34(2)
Br(3)-Sb(1)-Br(3)#2	27.09(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)#3	112.0(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)#3	17.8(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)#3	93.2(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)#3	151.2(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)#3	83.8(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)#3	67.5(1)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)#3	110.80(2)
Br(3)-Sb(1)-Br(3)#3	113.18(2)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)#3	138.13(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)#4	29.7(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)#4	66.9(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)#4	87.3(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)#4	124.4(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)#4	103.5(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)#4	150.3(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)#4	115.57(2)
Br(3)-Sb(1)-Br(3)#4	107.34(2)

Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)#4	113.710(9)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)#4	84.46(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)#5	9.9(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)#5	87.6(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)#5	103.0(2)
F(14)-Sb(1)-Br(3)#5	103.6(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)#5	88.5(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)#5	169.0(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)#5	92.35(2)
Br(3)-Sb(1)-Br(3)#5	113.712(9)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)#5	107.230(2)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)#5	103.87(1)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)#5	25.91(2)
Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	151.6(2)
Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	164.1(2)
Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	134.6(2)
Br(3)#5-F(13)-Br(3)#4	39.21(6)
Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	124.5(2)
Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	94.7(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)#1	140.5(2)
Sb(1)-F(14)-Br(3)	94.0(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)	31.71(5)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)	163.1(2)
Sb(2)-F(1)-Sb(1)	146.1(2)
Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	131.5(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)	136.4(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	104.1(2)
Br(3)-F(16)-Br(3)#2	34.64(6)
F(21)#6-Sb(2)-F(21)	180.0
F(21)#6-Sb(2)-F(22)	90.5(2)
F(21)-Sb(2)-F(22)	89.5(2)
F(21)#6-Sb(2)-F(22)#6	89.5(2)
F(21)-Sb(2)-F(22)#6	90.5(2)
F(22)-Sb(2)-F(22)#6	179.999(1)
F(21)#6-Sb(2)-F(1)	90.0(2)
F(21)-Sb(2)-F(1)	90.0(2)
F(22)-Sb(2)-F(1)	90.3(2)
F(22)#6-Sb(2)-F(1)	89.8(2)
F(21)#6-Sb(2)-F(1)#6	90.1(2)
F(21)-Sb(2)-F(1)#6	90.0(2)
F(22)-Sb(2)-F(1)#6	89.8(2)
F(22)#6-Sb(2)-F(1)#6	90.3(2)
F(1)-Sb(2)-F(1)#6	180.0
F(21)#6-Sb(2)-Br(3)#7	94.9(2)
F(21)-Sb(2)-Br(3)#7	85.1(2)
F(22)-Sb(2)-Br(3)#7	20.5(2)
F(22)#6-Sb(2)-Br(3)#7	159.6(2)
F(1)-Sb(2)-Br(3)#7	110.2(2)
F(1)#6-Sb(2)-Br(3)#7	69.9(2)
F(21)#6-Sb(2)-Br(3)#1	85.1(2)
F(21)-Sb(2)-Br(3)#1	94.9(2)
F(22)-Sb(2)-Br(3)#1	159.6(2)
F(22)#6-Sb(2)-Br(3)#1	20.5(2)
F(1)-Sb(2)-Br(3)#1	69.8(2)
F(1)#6-Sb(2)-Br(3)#1	110.2(2)
Br(3)#7-Sb(2)-Br(3)#1	180.0
Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	148.2(2)
Sb(2)-F(21)-Br(3)	132.1(2)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)	34.37(5)
Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	147.8(2)

Br(3)#2-Br(3)-F(15)#8	161.4(1)
Br(3)#2-Br(3)-F(13)#9	78.4(1)
F(15)#8-Br(3)-F(13)#9	104.3(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(12)#3	134.1(1)
F(15)#8-Br(3)-F(12)#3	59.2(2)
F(13)#9-Br(3)-F(12)#3	126.6(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(16)	90.96(9)
F(15)#8-Br(3)-F(16)	86.1(2)
F(13)#9-Br(3)-F(16)	169.4(2)
F(12)#3-Br(3)-F(16)	61.2(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(22)#7	127.19(9)
F(15)#8-Br(3)-F(22)#7	67.4(2)
F(13)#9-Br(3)-F(22)#7	60.0(2)
F(12)#3-Br(3)-F(22)#7	67.1(2)
F(16)-Br(3)-F(22)#7	128.3(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(14)#2	94.75(8)
F(15)#8-Br(3)-F(14)#2	67.0(2)
F(13)#9-Br(3)-F(14)#2	112.2(2)
F(12)#3-Br(3)-F(14)#2	106.2(2)
F(16)-Br(3)-F(14)#2	68.9(2)
F(22)#7-Br(3)-F(14)#2	129.1(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(13)#10	62.40(8)
F(15)#8-Br(3)-F(13)#10	134.1(2)
F(13)#9-Br(3)-F(13)#10	53.5(2)
F(12)#3-Br(3)-F(13)#10	99.5(1)
F(16)-Br(3)-F(13)#10	120.9(2)
F(22)#7-Br(3)-F(13)#10	66.9(2)
F(14)#2-Br(3)-F(13)#10	153.7(1)
Br(3)#2-Br(3)-F(21)#2	79.3(1)
F(15)#8-Br(3)-F(21)#2	86.5(2)
F(13)#9-Br(3)-F(21)#2	57.9(2)
F(12)#3-Br(3)-F(21)#2	145.7(2)
F(16)-Br(3)-F(21)#2	121.1(2)
F(22)#7-Br(3)-F(21)#2	101.5(2)
F(14)#2-Br(3)-F(21)#2	54.6(1)
F(13)#10-Br(3)-F(21)#2	105.3(1)
Br(3)#2-Br(3)-F(14)#8	129.37(8)
F(15)#8-Br(3)-F(14)#8	45.3(1)
F(13)#9-Br(3)-F(14)#8	60.4(2)
F(12)#3-Br(3)-F(14)#8	95.5(1)
F(16)-Br(3)-F(14)#8	129.0(1)
F(22)#7-Br(3)-F(14)#8	55.0(2)
F(14)#2-Br(3)-F(14)#8	76.86(6)
F(13)#10-Br(3)-F(14)#8	106.7(1)
F(21)#2-Br(3)-F(14)#8	55.0(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(21)	66.33(9)
F(15)#8-Br(3)-F(21)	128.6(2)
F(13)#9-Br(3)-F(21)	106.3(1)
F(12)#3-Br(3)-F(21)	69.4(1)
F(16)-Br(3)-F(21)	68.3(1)
F(22)#7-Br(3)-F(21)	94.2(2)
F(14)#2-Br(3)-F(21)	132.4(2)
F(13)#10-Br(3)-F(21)	53.0(2)
F(21)#2-Br(3)-F(21)	144.92(6)
F(14)#8-Br(3)-F(21)	149.2(2)
Br(3)#2-Br(3)-F(16)#2	54.41(7)
F(15)#8-Br(3)-F(16)#2	108.4(2)
F(13)#9-Br(3)-F(16)#2	109.7(2)
F(12)#3-Br(3)-F(16)#2	123.7(1)
F(16)-Br(3)-F(16)#2	63.5(2)

F(22)#7-Br(3)-F(16)#2	165.5(2)
F(14)#2-Br(3)-F(16)#2	42.2(1)
F(13)#10-Br(3)-F(16)#2	116.8(1)
F(21)#2-Br(3)-F(16)#2	64.1(1)
F(14)#8-Br(3)-F(16)#2	111.7(1)
F(21)-Br(3)-F(16)#2	99.0(1)
Br(3)#2-Br(3)-F(14)	53.53(6)
F(15)#8-Br(3)-F(14)	125.4(1)
F(13)#9-Br(3)-F(14)	130.3(2)
F(12)#3-Br(3)-F(14)	86.9(1)
F(16)-Br(3)-F(14)	39.4(1)
F(22)#7-Br(3)-F(14)	139.8(2)
F(14)#2-Br(3)-F(14)	86.5(2)
F(13)#10-Br(3)-F(14)	89.4(1)
F(21)#2-Br(3)-F(14)	116.4(1)
F(14)#8-Br(3)-F(14)	163.2(2)
F(21)-Br(3)-F(14)	46.7(1)
F(16)#2-Br(3)-F(14)	54.5(1)
Br(3)#2-Br(3)-Sb(1)#8	150.56(6)
F(15)#8-Br(3)-Sb(1)#8	19.30(9)
F(13)#9-Br(3)-Sb(1)#8	85.9(1)
F(12)#3-Br(3)-Sb(1)#8	75.10(8)
F(16)-Br(3)-Sb(1)#8	104.01(9)
F(22)#7-Br(3)-Sb(1)#8	61.11(9)
F(14)#2-Br(3)-Sb(1)#8	68.28(8)
F(13)#10-Br(3)-Sb(1)#8	125.37(8)
F(21)#2-Br(3)-Sb(1)#8	71.25(9)
F(14)#8-Br(3)-Sb(1)#8	26.02(7)
F(21)-Br(3)-Sb(1)#8	142.78(8)
F(16)#2-Br(3)-Sb(1)#8	110.00(7)
F(14)-Br(3)-Sb(1)#8	142.65(6)
Br(3)#2-Br(3)-Sb(1)	76.54(3)
F(15)#8-Br(3)-Sb(1)	101.99(9)
F(13)#9-Br(3)-Sb(1)	153.8(1)
F(12)#3-Br(3)-Sb(1)	69.00(9)
F(16)-Br(3)-Sb(1)	16.07(9)
F(22)#7-Br(3)-Sb(1)	133.6(1)
F(14)#2-Br(3)-Sb(1)	77.64(8)
F(13)#10-Br(3)-Sb(1)	106.96(8)
F(21)#2-Br(3)-Sb(1)	123.64(8)
F(14)#8-Br(3)-Sb(1)	144.81(7)
F(21)-Br(3)-Sb(1)	56.05(7)
F(16)#2-Br(3)-Sb(1)	60.35(7)
F(14)-Br(3)-Sb(1)	23.61(6)
Sb(1)#8-Br(3)-Sb(1)	120.08(2)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

#1 $x-1/2, y+1/2, z$ #2 $-x+1, y, -z+1/2$ #3 $-x+1, -y, -z+1$
 #4 $x, y+1, z$ #5 $-x+1, y+1, -z+1/2$ #6 $-x+1/2, -y-1/2, -z+1$
 #7 $-x+1, -y-1, -z+1$ #8 $x+1/2, y-1/2, z$ #9 $-x+1, y-1, -z+1/2$
 #10 $x, y-1, z$

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{Br}_2^+ \text{Sb}_3\text{F}_{16}^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{p}^2 [h^2 a^*^2 U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Sb(1)	16(1)	13(1)	17(1)	2(1)	-1(1)	-2(1)
F(12)	27(2)	24(2)	23(2)	-5(2)	-5(2)	-9(2)
F(13)	34(2)	27(2)	32(2)	12(2)	5(2)	-4(2)
F(14)	44(3)	28(2)	24(2)	-6(2)	-4(2)	-10(2)
F(1)	31(2)	20(2)	24(2)	6(2)	-7(2)	-10(2)
F(15)	18(2)	33(2)	27(2)	4(2)	-2(2)	3(2)
F(16)	24(2)	27(2)	46(3)	1(2)	1(2)	10(2)
Sb(2)	20(1)	13(1)	17(1)	4(1)	-3(1)	-4(1)
F(21)	56(3)	25(2)	26(2)	-2(2)	12(2)	-4(2)
F(22)	29(2)	32(2)	37(2)	16(2)	-13(2)	-4(2)
Br(3)	32(1)	23(1)	30(1)	-7(1)	-17(1)	6(1)

Torsionswinkel [°] für $\text{Br}_2^+ \text{Sb}_3\text{F}_{16}^-$.

F(13)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	163.2(5)
F(16)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	-100.5(5)
F(14)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	-14(1)
F(15)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	68.1(5)
F(1)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	-15.6(4)
Br(3)#1-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	65.2(5)
Br(3)-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	-88.3(4)
Br(3)#2-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	-88.0(5)
Br(3)#4-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	172.6(5)
Br(3)#5-Sb(1)-F(12)-Br(3)#3	156.6(4)
F(12)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	-41.6(9)
F(16)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	-132.2(9)
F(14)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	137.9(9)
F(15)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	49.1(9)
F(1)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	29(10)
Br(3)#1-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	78.4(9)
Br(3)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	-159.0(9)
Br(3)#2-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	174.4(9)
Br(3)#3-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	-36.1(9)
Br(3)#4-Sb(1)-F(13)-Br(3)#5	-59.3(8)
F(12)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	17.7(3)
F(16)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	-72.9(3)
F(14)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	-162.8(3)
F(15)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	108.4(3)
F(1)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	89(9)
Br(3)#1-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	137.7(3)
Br(3)-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	-99.7(3)
Br(3)#2-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	-126.4(3)
Br(3)#3-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	23.2(3)
Br(3)#5-Sb(1)-F(13)-Br(3)#4	59.3(8)
F(13)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	93.9(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-89(1)
F(16)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-2.4(2)
F(15)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-171.3(2)
F(1)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-87.3(2)
Br(3)#1-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-174.7(3)
Br(3)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-9.2(2)
Br(3)#3-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	-97.6(3)
Br(3)#4-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	83.6(2)

Br(3)#5-Sb(1)-F(14)-Br(3)#2	100.7(2)
F(13)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	-91.4(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	87(1)
F(16)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	172.3(2)
F(15)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	3.5(2)
F(1)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	87.4(2)
Br(3)-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	165.5(2)
Br(3)#2-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	174.7(3)
Br(3)#3-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	77.1(3)
Br(3)#4-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	-101.6(2)
Br(3)#5-Sb(1)-F(14)-Br(3)#1	-84.6(1)
F(13)-Sb(1)-F(14)-Br(3)	103.1(2)
F(12)-Sb(1)-F(14)-Br(3)	-80(1)
F(16)-Sb(1)-F(14)-Br(3)	6.8(2)
F(15)-Sb(1)-F(14)-Br(3)	-162.1(2)
F(1)-Sb(1)-F(14)-Br(3)	-78.2(2)
Br(3)#1-Sb(1)-F(14)-Br(3)	-165.6(2)
Br(3)#2-Sb(1)-F(14)-Br(3)	9.2(2)
Br(3)#3-Sb(1)-F(14)-Br(3)	-88.4(3)
Br(3)#4-Sb(1)-F(14)-Br(3)	92.9(2)
Br(3)#5-Sb(1)-F(14)-Br(3)	109.91(7)
F(13)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	92(9)
F(12)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	162.7(5)
F(16)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	-106.7(4)
F(14)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	-17.0(4)
F(15)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	71.8(4)
Br(3)#1-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	42.5(4)
Br(3)-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	-80.0(4)
Br(3)#2-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	-53.4(4)
Br(3)#3-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	157.6(5)
Br(3)#4-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	178.1(2)
Br(3)#5-Sb(1)-F(1)-Sb(2)	117.8(5)
F(13)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	90.0(3)
F(12)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-174.9(3)
F(16)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-84(1)
F(14)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-6.1(3)
F(1)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-90.4(3)
Br(3)-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-35.3(4)
Br(3)#2-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-12.3(3)
Br(3)#3-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	-158.4(2)
Br(3)#4-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	118.9(2)
Br(3)#5-Sb(1)-F(15)-Br(3)#1	97.5(2)
F(13)-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-109.3(3)
F(12)-Sb(1)-F(16)-Br(3)	155.6(3)
F(14)-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-13.1(3)
F(15)-Sb(1)-F(16)-Br(3)	64(1)
F(1)-Sb(1)-F(16)-Br(3)	71.1(3)
Br(3)#1-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-0.7(5)
Br(3)#2-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-14.9(2)
Br(3)#3-Sb(1)-F(16)-Br(3)	138.1(3)
Br(3)#4-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-137.6(3)
Br(3)#5-Sb(1)-F(16)-Br(3)	-116.8(3)
F(13)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	-94.5(2)
F(12)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	170.5(2)
F(14)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	1.8(2)
F(15)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	79(1)
F(1)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	86.0(2)
Br(3)#1-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	14.2(4)
Br(3)-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	14.9(2)
Br(3)#3-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	153.0(1)

Br(3)#4-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	-122.7(2)
Br(3)#5-Sb(1)-F(16)-Br(3)#2	-102.0(1)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-F(21)#6	-123.7(5)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-F(21)	56.3(5)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-F(22)	145.9(5)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-F(22)#6	-34.1(5)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-F(1)#6	-65.8(8)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-Br(3)#7	141.1(4)
Sb(1)-F(1)-Sb(2)-Br(3)#1	-38.9(4)
F(21)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	90(3)
F(22)-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	-108.5(5)
F(22)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	71.5(5)
F(1)-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	-18.3(5)
F(1)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	161.7(5)
Br(3)#7-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	-128.5(5)
Br(3)#1-Sb(2)-F(21)-Br(3)#2	51.5(5)
F(21)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)	139(3)
F(22)-Sb(2)-F(21)-Br(3)	-59.3(3)
F(22)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)	120.7(3)
F(1)-Sb(2)-F(21)-Br(3)	30.9(3)
F(1)#6-Sb(2)-F(21)-Br(3)	-149.1(3)
Br(3)#7-Sb(2)-F(21)-Br(3)	-79.3(2)
Br(3)#1-Sb(2)-F(21)-Br(3)	100.7(2)
F(21)#6-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	102.9(5)
F(21)-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	-77.1(5)
F(22)#6-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	9(4)
F(1)-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	-167.2(5)
F(1)#6-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	12.8(5)
Br(3)#1-Sb(2)-F(22)-Br(3)#7	180.0
Sb(1)-F(16)-Br(3)-Br(3)#2	26.0(3)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(15)#8	-172.5(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(15)#8	161.6(1)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(13)#9	22.8(9)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(13)#9	-3.2(7)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(12)#3	-115.7(4)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(12)#3	-141.7(1)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(22)#7	-115.6(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(22)#7	-141.6(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(14)#2	120.7(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(14)#2	94.8(1)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(13)#10	-32.0(4)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(13)#10	-58.0(1)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(21)#2	104.0(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(21)#2	78.1(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(14)#8	172.0(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(14)#8	146.1(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(21)	-38.0(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(21)	-64.0(1)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(16)#2	74.7(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(16)#2	48.8(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-F(14)	9.3(2)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-F(14)	-16.7(2)
Sb(1)-F(16)-Br(3)-Sb(1)#8	-179.6(3)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-Sb(1)#8	154.40(6)
Br(3)#2-F(16)-Br(3)-Sb(1)	-26.0(3)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-Br(3)#2	-135.0(3)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(15)#8	31.9(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(15)#8	166.9(2)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(13)#9	155.9(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(13)#9	-69.1(1)

Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(12)#3	32.3(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(12)#3	167.3(1)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(16)	-33.8(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(16)	101.2(1)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(22)#7	96.0(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(22)#7	-129.04(9)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(14)#2	-61.1(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(14)#2	73.9(2)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(13)#10	152.7(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(13)#10	-72.4(1)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(21)#2	-147.3(2)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(21)#2	-12.4(3)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(14)#8	97.0(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(14)#8	-128.1(2)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(16)#2	-90.4(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(16)#2	44.57(8)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-F(14)	-73.6(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-F(14)	61.4(1)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-Sb(1)#8	50.8(3)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-Sb(1)#8	-174.19(6)
Sb(2)-F(21)-Br(3)-Sb(1)	-45.6(2)
Br(3)#2-F(21)-Br(3)-Sb(1)	89.36(6)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-Br(3)#2	-165.5(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-Br(3)#2	73.7(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(15)#8	-8.6(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(15)#8	157.0(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(15)#8	-129.4(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(13)#9	176.9(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(13)#9	-17.7(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(13)#9	56.0(5)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(12)#3	39.6(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(12)#3	-155.0(1)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(12)#3	-81.3(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(16)	-6.4(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(16)	159.1(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(16)	-127.2(5)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(22)#7	87.7(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(22)#7	-106.9(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(22)#7	-33.2(5)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(14)#2	-66.9(1)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(14)#2	98.6(1)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(14)#2	172.3(5)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(13)#10	139.1(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(13)#10	-55.5(1)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(13)#10	18.2(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(21)#2	-114.2(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(21)#2	51.4(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(21)#2	125.0(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(14)#8	-59.2(5)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(14)#8	106.3(4)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(14)#8	180.0
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(21)	103.9(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(21)	-90.6(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(21)	-16.9(4)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-F(16)#2	-96.7(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-F(16)#2	68.8(1)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-F(16)#2	142.5(5)
Sb(1)-F(14)-Br(3)-Sb(1)#8	-20.7(2)
Br(3)#2-F(14)-Br(3)-Sb(1)#8	144.73(8)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-Sb(1)#8	-141.6(4)

Br(3)#2-F(14)-Br(3)-Sb(1)	165.5(2)
Br(3)#1-F(14)-Br(3)-Sb(1)	-120.8(5)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	-77.6(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	179.7(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	-153.2(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	12.0(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	45.4(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	102.2(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	26.35(5)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	160.31(4)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	-108.34(3)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-Br(3)#2	-81.47(4)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	83.4(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	-19.5(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	7.7(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	172.9(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	-153.7(3)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	-96.9(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	-172.74(9)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	160.9(1)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	-38.78(9)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	52.57(9)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(15)#8	79.44(9)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-95.0(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	162.2(3)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-170.7(4)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-5.5(3)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	27.9(3)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	84.8(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	8.9(2)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-17.4(2)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	142.9(2)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-125.8(2)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(13)#9	-98.9(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	133.4(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	30.6(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	57.7(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	-137.1(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	-103.7(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	-46.9(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	-122.72(8)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	-149.06(9)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	11.24(8)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	102.60(8)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(12)#3	129.46(8)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(16)	75.6(4)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(16)	-27.1(4)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(16)	165.2(4)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(16)	-161.4(4)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(16)	-104.6(3)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(16)	179.6(3)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(16)	153.2(3)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(16)	-46.5(3)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(16)	44.9(3)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(16)	71.8(3)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	153.4(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	50.7(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	77.7(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	-117.1(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	-83.7(3)

F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	-26.9(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	-102.7(2)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	-129.1(2)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	31.3(2)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	122.6(2)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(22)#7	149.5(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	20.5(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	-82.3(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	-55.2(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	110.0(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	143.4(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	-159.8(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	124.37(8)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	98.03(9)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	-101.66(8)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	-10.31(8)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(14)#2	16.56(8)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-132.8(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	124.5(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	151.6(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-43.2(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-9.8(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	47.1(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-28.83(9)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-55.18(9)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	105.13(9)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-163.52(8)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(13)#10	-136.65(9)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-10.5(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-113.2(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-86.1(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	79.1(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	112.5(3)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	169.4(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	93.5(1)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	67.2(1)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-132.6(1)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-41.2(1)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(21)#2	-14.4(1)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	64.8(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	-37.9(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	-10.8(4)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	154.4(3)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	-172.2(3)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	-115.4(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	168.8(2)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	142.5(2)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	-57.3(2)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	34.1(2)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(14)#8	61.0(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-148.0(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	109.4(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	136.4(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-58.4(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-25.0(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(21)	31.9(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-44.0(1)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-70.4(1)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(21)	89.97(9)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-178.67(9)

Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(21)	-151.80(9)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-21.2(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-123.9(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-96.8(4)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	68.5(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	101.8(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	158.7(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	82.81(8)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	56.47(8)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-143.23(8)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-51.87(8)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(16)#2	-25.00(8)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-F(14)	-89.6(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-F(14)	167.7(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-F(14)	-165.2(4)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-F(14)	33.4(3)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-F(14)	90.2(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-F(14)	14.4(2)
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-F(14)	-12.0(2)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-F(14)	148.4(2)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-F(14)	-120.3(2)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-F(14)	-93.5(2)
F(13)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	76.1(2)
F(12)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	-26.7(2)
F(16)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	0.4(3)
F(14)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	165.6(2)
F(15)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	-161.0(2)
F(1)-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	-104.2(2)
Br(3)#1-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	180.0
Br(3)#2-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	153.66(5)
Br(3)#3-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	-46.04(2)
Br(3)#4-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	45.32(3)
Br(3)#5-Sb(1)-Br(3)-Sb(1)#8	72.18(2)

Verwendete Symmetrietransformationen zur Generierung equivalenter Atome:

#1 $x-1/2, y+1/2, z$ #2 $-x+1, y, -z+1/2$ #3 $-x+1, -y, -z+1$
 #4 $x, y+1, z$ #5 $-x+1, y+1, -z+1/2$ #6 $-x+1/2, -y-1/2, -z+1$
 #7 $-x+1, -y-1, -z+1$ #8 $x+1/2, y-1/2, z$ #9 $-x+1, y-1, -z+1/2$
 #10 $x, y-1, z$

3.2.11. Das $\text{AuXe}_4^{2+} (\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-)_2$

3.2.11.1. Synthese und spektroskopische Daten

Im Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) 250 mg (1 mmol) AuF_3 und 6.8 g (31 mmol) SbF_5 gefüllt. Auf die auf -196°C gekühlte Mischung werden an der Metallvakuumapparatur 2.7 g (135 mmol) aHF kondensiert. Es wird auf Raumtemperatur erwärmt und gut durchmischt, wobei sich das AuF_3 nur geringfügig in der HF/ SbF_5 Mischung löst. Darauf werden bei -196°C 1.2 g (9 mmol) Xe kondensiert und das Rohr verschmolzen. Lässt man die Probe auf Raumtemperatur erwärmen, entsteht eine dunkelrote, klare Lösung, aus der durch langsames Abkühlen auf -78°C dunkelrote Einkristalle wachsen.

Ramanspektrum (-120°C , fest, cm^{-1}): $\tilde{\nu} = 710$ (4), 697 (5), 681 (Schulter), 673 (41), 658 (14), 646 (8), 627 (4), 614 (9), 603 (6), 384 (6), 307 (8), 293 (8), 229 (9), 129 (100).

ESR-Spektrum (-83°C , X-Band): $g = 2.246$

3.2.11.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	xe4auf	
Farbe	rot	
Summenformel	Au F ₂₂ Sb ₄ Xe ₄	
Molmasse	1627.17 g/mol	
Meßtemperatur	153(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$	
Zelldimensionen	a = 794.1(2) pm	$\alpha = 99.539(5)^\circ$.
	b = 917.8(2) pm	$\beta = 92.640(4)^\circ$.
	c = 1739.1(3) pm	$\gamma = 94.656(5)^\circ$.
Volumen	1.2434(3) nm ³	
Z	2	
Dichte (berechnet)	4.346 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	15.679 mm ⁻¹	
F(000)	1394	
Kristalldimensionen	0.2 x 0.2 x 0.1 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.26 bis 33.10°.	
Bereich der Indizes	-12<=h<=12, -13<=k<=14, -26<=l<=26	
Anzahl gemessene Reflexe	33450	
unabhängige Reflexe	8837 [R(int) = 0.0497]	
Vollständigkeit zu Theta = 33.10°	93.6 %	
Reflexe >2sigma(I)°	7300	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	8837 / 0 / 281	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.049	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0390, wR2 = 0.0954	
R (alle Daten)	R1 = 0.0499, wR2 = 0.0995	
Extinktionskoeffizient	0.00058(9)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	4.140 und -3.769 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{AuXe}_4^{2+} (\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-)_2$. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Au(1)	5997(1)	7207(1)	2569(1)	17(1)
Xe(1)	3660(1)	6967(1)	1341(1)	26(1)
Xe(2)	3769(1)	5573(1)	3329(1)	22(1)
Xe(3)	8429(1)	7415(1)	3752(1)	23(1)
Xe(4)	8177(1)	8887(1)	1816(1)	24(1)
Sb(1)	8950(1)	3920(1)	1263(1)	18(1)
F(12)	7097(6)	4883(5)	1658(3)	34(1)
F(13)	10311(7)	4697(7)	2165(3)	49(1)
F(14)	9761(6)	5555(5)	847(3)	40(1)
F(15)	7811(6)	3106(6)	320(3)	37(1)
F(16)	8380(7)	2204(5)	1655(3)	37(1)
F(11)	10962(6)	2950(6)	831(3)	36(1)
Sb(2)	12976(1)	1656(1)	846(1)	20(1)
F(17)	14782(6)	517(6)	873(3)	39(1)
F(18)	11713(6)	626(5)	1495(3)	36(1)
F(19)	13781(7)	3078(6)	1691(3)	41(1)
F(110)	13898(7)	2856(6)	182(3)	42(1)
F(111)	11832(7)	449(6)	-9(3)	41(1)
Sb(3)	7873(1)	12998(1)	4169(1)	19(1)
F(27)	10007(6)	13973(6)	4167(3)	40(1)
F(28)	8433(7)	11168(5)	3650(3)	39(1)
F(29)	7111(6)	13524(5)	3231(2)	34(1)
F(210)	6920(6)	14638(4)	4702(2)	28(1)
F(211)	8316(7)	12377(5)	5126(3)	37(1)
F(21)	5487(6)	11987(5)	4185(3)	33(1)
Sb(4)	3545(1)	10545(1)	3654(1)	19(1)
F(22)	1851(6)	9132(5)	3160(3)	36(1)
F(23)	2696(7)	12139(5)	3297(3)	36(1)
F(24)	2458(7)	10964(6)	4570(3)	39(1)
F(25)	4715(7)	9122(5)	4069(3)	40(1)
F(26)	4874(6)	10226(5)	2792(3)	36(1)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{AuXe}_4^{2+} (\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-)_2$.

Au(1)-Xe(3)	272.79(6)
Au(1)-Xe(1)	273.30(6)
Au(1)-Xe(4)	274.56(5)
Au(1)-Xe(2)	274.98(5)
Sb(1)-F(15)	184.7(4)
Sb(1)-F(16)	184.9(4)
Sb(1)-F(14)	185.4(5)
Sb(1)-F(13)	186.7(5)
Sb(1)-F(12)	187.7(4)
Sb(1)-F(11)	200.7(4)
F(11)-Sb(2)	207.0(4)
Sb(2)-F(17)	184.5(5)
Sb(2)-F(19)	184.8(5)
Sb(2)-F(111)	185.2(5)
Sb(2)-F(110)	185.8(4)
Sb(2)-F(18)	186.5(4)
Sb(3)-F(27)	185.1(5)
Sb(3)-F(29)	186.4(4)
Sb(3)-F(210)	186.7(4)
Sb(3)-F(28)	186.9(4)
Sb(3)-F(211)	187.5(4)
Sb(3)-F(21)	204.5(4)
F(21)-Sb(4)	202.8(4)
Sb(4)-F(23)	184.4(4)
Sb(4)-F(24)	184.6(4)
Sb(4)-F(22)	186.3(4)
Sb(4)-F(26)	186.9(4)
Sb(4)-F(25)	188.1(5)
Xe(3)-Au(1)-Xe(1)	177.59(2)
Xe(3)-Au(1)-Xe(4)	88.92(2)
Xe(1)-Au(1)-Xe(4)	89.48(2)
Xe(3)-Au(1)-Xe(2)	91.57(2)
Xe(1)-Au(1)-Xe(2)	90.09(2)
Xe(4)-Au(1)-Xe(2)	178.78(2)
F(15)-Sb(1)-F(16)	90.5(2)
F(15)-Sb(1)-F(14)	90.5(2)
F(16)-Sb(1)-F(14)	173.4(2)
F(15)-Sb(1)-F(13)	174.0(2)
F(16)-Sb(1)-F(13)	90.8(3)
F(14)-Sb(1)-F(13)	87.6(3)
F(15)-Sb(1)-F(12)	93.9(2)
F(16)-Sb(1)-F(12)	94.5(2)
F(14)-Sb(1)-F(12)	91.9(2)
F(13)-Sb(1)-F(12)	91.8(2)
F(15)-Sb(1)-F(11)	86.3(2)
F(16)-Sb(1)-F(11)	87.3(2)
F(14)-Sb(1)-F(11)	86.2(2)
F(13)-Sb(1)-F(11)	87.9(2)
F(12)-Sb(1)-F(11)	178.2(2)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)	155.2(2)
F(17)-Sb(2)-F(19)	95.6(2)
F(17)-Sb(2)-F(111)	95.2(2)
F(19)-Sb(2)-F(111)	169.2(2)
F(17)-Sb(2)-F(110)	96.0(2)
F(19)-Sb(2)-F(110)	89.4(2)
F(111)-Sb(2)-F(110)	89.3(2)
F(17)-Sb(2)-F(18)	94.0(2)

F(19)-Sb(2)-F(18)	90.7(2)
F(111)-Sb(2)-F(18)	88.8(2)
F(110)-Sb(2)-F(18)	169.9(2)
F(17)-Sb(2)-F(11)	179.2(2)
F(19)-Sb(2)-F(11)	83.7(2)
F(111)-Sb(2)-F(11)	85.5(2)
F(110)-Sb(2)-F(11)	84.2(2)
F(18)-Sb(2)-F(11)	85.8(2)
F(27)-Sb(3)-F(29)	94.0(2)
F(27)-Sb(3)-F(210)	95.0(2)
F(29)-Sb(3)-F(210)	88.8(2)
F(27)-Sb(3)-F(28)	95.7(2)
F(29)-Sb(3)-F(28)	91.3(2)
F(210)-Sb(3)-F(28)	169.3(2)
F(27)-Sb(3)-F(211)	94.0(2)
F(29)-Sb(3)-F(211)	171.8(2)
F(210)-Sb(3)-F(211)	89.0(2)
F(28)-Sb(3)-F(211)	89.4(2)
F(27)-Sb(3)-F(21)	178.1(2)
F(29)-Sb(3)-F(21)	85.7(2)
F(210)-Sb(3)-F(21)	83.2(2)
F(28)-Sb(3)-F(21)	86.2(2)
F(211)-Sb(3)-F(21)	86.2(2)
Sb(4)-F(21)-Sb(3)	149.9(2)
F(23)-Sb(4)-F(24)	90.7(2)
F(23)-Sb(4)-F(22)	96.0(2)
F(24)-Sb(4)-F(22)	94.9(2)
F(23)-Sb(4)-F(26)	90.6(2)
F(24)-Sb(4)-F(26)	173.4(2)
F(22)-Sb(4)-F(26)	91.4(2)
F(23)-Sb(4)-F(25)	171.1(2)
F(24)-Sb(4)-F(25)	90.2(2)
F(22)-Sb(4)-F(25)	92.8(2)
F(26)-Sb(4)-F(25)	87.5(2)
F(23)-Sb(4)-F(21)	87.0(2)
F(24)-Sb(4)-F(21)	86.8(2)
F(22)-Sb(4)-F(21)	176.5(2)
F(26)-Sb(4)-F(21)	86.8(2)
F(25)-Sb(4)-F(21)	84.2(2)

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{AuXe}_4^{2+} (\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-)_2$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{p}^2 [h^2 a^*^2 U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Au(1)	16(1)	19(1)	16(1)	5(1)	0(1)	1(1)
Xe(1)	24(1)	33(1)	21(1)	10(1)	-6(1)	-2(1)
Xe(2)	22(1)	21(1)	23(1)	8(1)	0(1)	-2(1)
Xe(3)	21(1)	27(1)	22(1)	8(1)	-6(1)	-2(1)
Xe(4)	25(1)	25(1)	25(1)	11(1)	3(1)	-2(1)
Sb(1)	15(1)	19(1)	19(1)	3(1)	0(1)	2(1)
F(12)	28(2)	26(2)	50(3)	2(2)	13(2)	12(2)
F(13)	40(3)	71(4)	29(2)	-5(2)	-8(2)	-5(3)
F(14)	38(3)	32(2)	55(3)	17(2)	18(2)	2(2)
F(15)	32(2)	47(3)	28(2)	-1(2)	-10(2)	2(2)
F(16)	50(3)	27(2)	39(2)	15(2)	19(2)	9(2)
F(11)	26(2)	52(3)	37(2)	16(2)	9(2)	21(2)
Sb(2)	16(1)	25(1)	21(1)	7(1)	4(1)	4(1)
F(17)	28(2)	48(3)	46(3)	15(2)	4(2)	17(2)
F(18)	35(3)	41(2)	39(2)	24(2)	12(2)	6(2)
F(19)	43(3)	43(3)	31(2)	-1(2)	-3(2)	-6(2)
F(110)	37(3)	53(3)	45(3)	28(2)	19(2)	6(2)
F(111)	38(3)	47(3)	34(2)	-4(2)	0(2)	3(2)
Sb(3)	19(1)	19(1)	20(1)	3(1)	-3(1)	1(1)
F(27)	22(2)	46(3)	47(3)	0(2)	2(2)	-8(2)
F(28)	40(3)	24(2)	51(3)	-5(2)	2(2)	7(2)
F(29)	37(3)	49(3)	18(2)	9(2)	-4(2)	8(2)
F(210)	33(2)	21(2)	27(2)	-4(2)	2(2)	1(2)
F(211)	46(3)	42(3)	26(2)	14(2)	-9(2)	3(2)
F(21)	29(2)	33(2)	31(2)	-4(2)	0(2)	-10(2)
Sb(4)	18(1)	16(1)	23(1)	2(1)	2(1)	0(1)
F(22)	27(2)	32(2)	46(3)	2(2)	-3(2)	-10(2)
F(23)	44(3)	27(2)	39(2)	14(2)	-2(2)	7(2)
F(24)	40(3)	50(3)	26(2)	3(2)	13(2)	-1(2)
F(25)	42(3)	26(2)	53(3)	12(2)	-11(2)	8(2)
F(26)	27(2)	44(3)	33(2)	-8(2)	12(2)	-3(2)

Torsionswinkel [°] für $\text{AuXe}_4^{2+} (\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-)_2$.

F(15)-Sb(1)-F(11)-Sb(2)	-129.2(7)
F(16)-Sb(1)-F(11)-Sb(2)	-38.6(7)
F(14)-Sb(1)-F(11)-Sb(2)	140.0(7)
F(13)-Sb(1)-F(11)-Sb(2)	52.3(7)
F(12)-Sb(1)-F(11)-Sb(2)	133(6)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)-F(17)	-51(16)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)-F(19)	-63.0(7)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)-F(111)	117.2(7)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)-F(110)	-153.0(7)
Sb(1)-F(11)-Sb(2)-F(18)	28.1(7)
F(27)-Sb(3)-F(21)-Sb(4)	136(6)
F(29)-Sb(3)-F(21)-Sb(4)	53.4(5)
F(210)-Sb(3)-F(21)-Sb(4)	142.6(6)
F(28)-Sb(3)-F(21)-Sb(4)	-38.3(5)
F(211)-Sb(3)-F(21)-Sb(4)	-127.9(6)
Sb(3)-F(21)-Sb(4)-F(23)	-92.8(6)
Sb(3)-F(21)-Sb(4)-F(24)	176.4(6)
Sb(3)-F(21)-Sb(4)-F(22)	57(4)
Sb(3)-F(21)-Sb(4)-F(26)	-2.0(6)
Sb(3)-F(21)-Sb(4)-F(25)	85.8(6)

3.2.12. Das $\text{XeCl}^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$ **3.2.12.1. Synthese und spektroskopische Daten**

Im Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (6.5 mm Innendurchmesser) 320 mg (2 mmol) XeF_2 , 2.67g (12 mmol) SbF_5 und 60 mg (0.2 mmol) SbCl_5 eingewogen. An der Stahlvakuumapparatur werden auf die Reaktionsmischung 650 mg (32.5 mmol) HF aufkondensiert. Das PFA-Rohr wird verschmolzen und auf Raumtemperatur erwärmt. Es entsteht eine gelbe Lösung, aus der durch langsames Abkühlen auf -30 °C gelbe Kristalle auskristallisieren.

Raman-Spektrum (-120 °C , fest, cm^{-1}): $\tilde{\nu} = 683$ (62), 672 (100), 649 (55), 614 (82), 493 (16), 391(50), 383 (Schulter), 301 (40), 282 (19), 263 (19), 228 (38).

^{129}Xe -NMR (aHF/SbF_5 , 17 °C): $\delta = -551$ ppm (breites Dublett, Aufspaltung : 5165 Hz, $\delta_{1/2} = 8084$ Hz).

3.2.12.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	xecl	
Farbe	gelb	
Summenformel	Cl F ₁₁ Sb ₂ Xe	
Molmasse	619.25 g/mol	
Meßtemperatur	218(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	orthorhombisch	
Raumgruppe	Pna2 ₁	
Zelldimensionen	a = 1778.8(3) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 744.82(9) pm	$\beta = 90^\circ$.
	c = 1708.7(2) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	2.2639(5) nm ³	
Z	8	
Dichte (berechnet)	3.634 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	8.066 mm ⁻¹	
F(000)	2176	
Kristalldimensionen	0.4 x 0.2 x 0.1 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	2.29 bis 30.52°.	
Bereich der Indizes	-25<=h<=25, -10<=k<=10, -24<=l<=24	
Anzahl gemessene Reflexe	26631	
unabhängige Reflexe	6923 [R(int) = 0.0807]	
Vollständigkeit zu Theta = 30.52°	99.9 %	
Reflexe >2sigma(I)°	5073	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	6923 / 1 / 272	
Goodness-of-fit gegen F ²	0.773	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0374, wR2 = 0.0863	
R (alle Daten)	R1 = 0.0620, wR2 = 0.0997	
Absol. Strukturparameter (Flack-Par.)	-0.02(4)	
Extinktionskoeffizient	0.00192(9)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	1.438 und -1.620 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

**Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{XeCl}^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$.
 $U(\text{eq})$ ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.**

	x	y	z	U(eq)
Xe(1)	4780(1)	8442(1)	3947(1)	29(1)
Cl(1)	5460(2)	11035(3)	3813(2)	38(1)
Sb(2)	3316(1)	3596(1)	4137(1)	27(1)
Sb(3)	2010(1)	-541(1)	3853(1)	26(1)
Xe(2)	-2457(1)	-8424(1)	1600(1)	32(1)
Cl(2)	-3141(2)	-11029(4)	1569(3)	50(1)
Sb(4)	303(1)	521(1)	1584(1)	26(1)
Sb(5)	-981(1)	-3664(1)	1366(1)	27(1)
F(31)	1139(3)	770(9)	3937(6)	60(2)
F(41)	-661(3)	1478(7)	1574(5)	43(2)
F(42)	781(3)	2577(8)	1933(5)	50(2)
F(32)	1523(3)	-2526(8)	3450(5)	45(2)
F(51)	-1502(4)	-2518(12)	581(5)	63(2)
F(21)	3903(4)	2284(9)	4834(5)	47(2)
F(22)	2862(4)	4801(9)	4955(4)	44(2)
F(33)	2958(3)	-1546(8)	3852(6)	58(2)
F(23)	2636(4)	4563(8)	3434(5)	48(2)
F(52)	-359(4)	-4578(9)	2135(4)	45(2)
F(53)	-461(4)	-5022(9)	642(4)	49(2)
F(43)	-191(3)	-1775(7)	1183(4)	39(2)
F(24)	2535(3)	1652(7)	4311(4)	39(2)
F(25)	3687(4)	2174(9)	3333(4)	43(2)
F(54)	-1405(4)	-2090(9)	2093(5)	50(2)
F(55)	-1731(4)	-5410(8)	1512(5)	49(2)
F(34)	1891(5)	-1254(11)	4887(5)	65(2)
F(45)	129(4)	-384(9)	2571(4)	50(2)
F(35)	2195(5)	482(11)	2883(4)	66(2)
F(26)	4055(4)	5390(8)	3972(4)	44(2)
F(44)	1205(3)	-766(8)	1523(5)	48(2)
F(46)	404(4)	1123(10)	535(4)	52(2)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{XeCl}^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$.

Xe(1)-Cl(1)	229.0(2)
Xe(1)-F(26)	261.4(6)
Sb(2)-F(22)	184.6(6)
Sb(2)-F(23)	185.1(7)
Sb(2)-F(25)	185.6(6)
Sb(2)-F(21)	186.1(6)
Sb(2)-F(26)	189.5(6)
Sb(2)-F(24)	202.8(5)
Sb(3)-F(31)	183.8(6)
Sb(3)-F(33)	184.5(6)
Sb(3)-F(32)	184.7(6)
Sb(3)-F(35)	185.3(7)
Sb(3)-F(34)	185.8(7)
Sb(3)-F(24)	203.8(5)
Xe(2)-Cl(2)	229.1(3)
Xe(2)-F(55)	259.4(6)
Sb(4)-F(45)	184.4(7)
Sb(4)-F(42)	185.0(6)
Sb(4)-F(46)	185.5(7)
Sb(4)-F(41)	185.8(5)
Sb(4)-F(44)	187.1(6)

Sb(4)-F(43)	204.1(5)
Sb(5)-F(51)	183.9(7)
Sb(5)-F(53)	184.6(6)
Sb(5)-F(52)	185.0(6)
Sb(5)-F(54)	186.7(7)
Sb(5)-F(55)	187.9(6)
Sb(5)-F(43)	201.3(5)
Cl(1)-Xe(1)-F(26)	174.7(2)
F(22)-Sb(2)-F(23)	90.9(3)
F(22)-Sb(2)-F(25)	173.2(3)
F(23)-Sb(2)-F(25)	88.5(3)
F(22)-Sb(2)-F(21)	90.9(3)
F(23)-Sb(2)-F(21)	170.5(3)
F(25)-Sb(2)-F(21)	88.5(3)
F(22)-Sb(2)-F(26)	94.2(3)
F(23)-Sb(2)-F(26)	94.7(3)
F(25)-Sb(2)-F(26)	92.6(3)
F(21)-Sb(2)-F(26)	94.4(3)
F(22)-Sb(2)-F(24)	86.4(3)
F(23)-Sb(2)-F(24)	85.7(3)
F(25)-Sb(2)-F(24)	86.8(3)
F(21)-Sb(2)-F(24)	85.2(3)
F(26)-Sb(2)-F(24)	179.3(3)
F(31)-Sb(3)-F(33)	170.6(3)
F(31)-Sb(3)-F(32)	93.3(3)
F(33)-Sb(3)-F(32)	96.0(3)
F(31)-Sb(3)-F(35)	90.1(4)
F(33)-Sb(3)-F(35)	90.2(4)
F(32)-Sb(3)-F(35)	94.5(4)
F(31)-Sb(3)-F(34)	88.9(4)
F(33)-Sb(3)-F(34)	89.4(4)
F(32)-Sb(3)-F(34)	94.2(4)
F(35)-Sb(3)-F(34)	171.3(4)
F(31)-Sb(3)-F(24)	86.0(3)
F(33)-Sb(3)-F(24)	84.6(3)
F(32)-Sb(3)-F(24)	179.1(3)
F(35)-Sb(3)-F(24)	86.1(3)
F(34)-Sb(3)-F(24)	85.2(3)
Cl(2)-Xe(2)-F(55)	174.9(2)
F(45)-Sb(4)-F(42)	94.8(3)
F(45)-Sb(4)-F(46)	171.3(3)
F(42)-Sb(4)-F(46)	93.9(4)
F(45)-Sb(4)-F(41)	89.6(3)
F(42)-Sb(4)-F(41)	96.3(3)
F(46)-Sb(4)-F(41)	89.3(3)
F(45)-Sb(4)-F(44)	90.4(3)
F(42)-Sb(4)-F(44)	92.8(3)
F(46)-Sb(4)-F(44)	89.3(3)
F(41)-Sb(4)-F(44)	170.9(3)
F(45)-Sb(4)-F(43)	85.9(3)
F(42)-Sb(4)-F(43)	178.1(3)
F(46)-Sb(4)-F(43)	85.4(3)
F(41)-Sb(4)-F(43)	85.4(3)
F(44)-Sb(4)-F(43)	85.5(3)
F(51)-Sb(5)-F(53)	91.1(4)
F(51)-Sb(5)-F(52)	172.2(3)
F(53)-Sb(5)-F(52)	88.5(3)
F(51)-Sb(5)-F(54)	89.5(4)
F(53)-Sb(5)-F(54)	172.7(3)

F(52)-Sb(5)-F(54)	90.0(3)
F(51)-Sb(5)-F(55)	93.5(3)
F(53)-Sb(5)-F(55)	93.8(3)
F(52)-Sb(5)-F(55)	94.3(3)
F(54)-Sb(5)-F(55)	93.4(3)
F(51)-Sb(5)-F(43)	85.1(3)
F(53)-Sb(5)-F(43)	85.9(3)
F(52)-Sb(5)-F(43)	87.1(3)
F(54)-Sb(5)-F(43)	86.9(3)
F(55)-Sb(5)-F(43)	178.5(3)
Sb(5)-F(43)-Sb(4)	146.6(3)
Sb(2)-F(24)-Sb(3)	146.1(4)
Sb(5)-F(55)-Xe(2)	163.7(4)
Sb(2)-F(26)-Xe(1)	163.3(4)

Anisotrope Temperaturfaktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für $\text{XeCl}^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$. Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form: $-2\mathbf{p}^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Xe(1)	32(1)	23(1)	33(1)	1(1)	2(1)	-6(1)
Cl(1)	40(1)	26(1)	47(2)	7(1)	0(1)	-10(1)
Sb(2)	32(1)	18(1)	31(1)	-3(1)	-1(1)	-2(1)
Sb(3)	27(1)	17(1)	34(1)	0(1)	-1(1)	-1(1)
Xe(2)	32(1)	28(1)	38(1)	-6(1)	3(1)	-7(1)
Cl(2)	37(1)	32(1)	81(2)	-11(2)	1(2)	-9(1)
Sb(4)	25(1)	18(1)	35(1)	1(1)	2(1)	0(1)
Sb(5)	32(1)	18(1)	30(1)	2(1)	-1(1)	-2(1)
F(31)	29(3)	47(4)	103(7)	-29(5)	-18(4)	17(3)
F(41)	32(3)	33(3)	62(4)	-1(3)	5(3)	7(2)
F(42)	34(3)	29(3)	86(6)	-22(3)	2(3)	-10(3)
F(32)	37(3)	25(3)	74(5)	-11(3)	5(3)	-7(3)
F(51)	60(5)	63(5)	67(6)	31(4)	-24(4)	-9(4)
F(21)	44(4)	41(4)	54(5)	13(3)	-5(3)	10(3)
F(22)	48(4)	39(3)	46(4)	-15(3)	4(3)	-3(3)
F(33)	29(3)	31(3)	115(7)	-21(4)	-4(4)	6(2)
F(23)	48(4)	38(4)	58(5)	-3(3)	-15(3)	3(3)
F(52)	57(4)	41(4)	38(4)	4(3)	-14(3)	8(3)
F(53)	76(5)	34(3)	37(4)	-13(3)	15(3)	-7(3)
F(43)	46(4)	27(3)	45(4)	-9(3)	11(3)	-12(2)
F(24)	42(3)	29(3)	45(4)	-9(3)	10(3)	-16(3)
F(25)	50(4)	31(3)	50(4)	-9(3)	15(3)	-2(3)
F(54)	50(4)	36(3)	64(5)	-12(3)	18(3)	2(3)
F(55)	57(4)	29(3)	63(5)	-1(4)	3(4)	-16(3)
F(34)	86(6)	66(5)	43(5)	18(4)	0(4)	-22(4)
F(45)	65(5)	51(4)	35(4)	4(3)	0(3)	-8(3)
F(35)	109(7)	59(5)	29(4)	7(3)	-1(4)	-31(5)
F(26)	52(4)	38(3)	43(4)	2(3)	-2(3)	-19(3)
F(44)	41(3)	36(3)	66(5)	1(3)	8(4)	10(3)
F(46)	65(5)	39(3)	51(5)	18(3)	11(4)	1(3)

Torsionswinkel [°] für $\text{XeCl}^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$.

F(51)-Sb(5)-F(43)-Sb(4)	105.2(7)
F(53)-Sb(5)-F(43)-Sb(4)	-163.4(7)
F(52)-Sb(5)-F(43)-Sb(4)	-74.7(7)
F(54)-Sb(5)-F(43)-Sb(4)	15.4(7)
F(55)-Sb(5)-F(43)-Sb(4)	119(11)
F(45)-Sb(4)-F(43)-Sb(5)	34.2(7)
F(42)-Sb(4)-F(43)-Sb(5)	147(10)
F(46)-Sb(4)-F(43)-Sb(5)	-145.4(7)
F(41)-Sb(4)-F(43)-Sb(5)	-55.7(7)
F(44)-Sb(4)-F(43)-Sb(5)	125.0(7)
F(22)-Sb(2)-F(24)-Sb(3)	162.9(7)
F(23)-Sb(2)-F(24)-Sb(3)	71.7(7)
F(25)-Sb(2)-F(24)-Sb(3)	-17.0(7)
F(21)-Sb(2)-F(24)-Sb(3)	-105.9(7)
F(26)-Sb(2)-F(24)-Sb(3)	-55(24)
F(31)-Sb(3)-F(24)-Sb(2)	-118.7(7)
F(33)-Sb(3)-F(24)-Sb(2)	62.2(7)
F(32)-Sb(3)-F(24)-Sb(2)	-164(20)
F(35)-Sb(3)-F(24)-Sb(2)	-28.4(7)
F(34)-Sb(3)-F(24)-Sb(2)	152.0(7)
F(51)-Sb(5)-F(55)-Xe(2)	119(2)
F(53)-Sb(5)-F(55)-Xe(2)	27(2)
F(52)-Sb(5)-F(55)-Xe(2)	-61(2)
F(54)-Sb(5)-F(55)-Xe(2)	-152(2)
F(43)-Sb(5)-F(55)-Xe(2)	105(11)
Cl(2)-Xe(2)-F(55)-Sb(5)	-99(2)
F(22)-Sb(2)-F(26)-Xe(1)	-23(2)
F(23)-Sb(2)-F(26)-Xe(1)	68(2)
F(25)-Sb(2)-F(26)-Xe(1)	157(2)
F(21)-Sb(2)-F(26)-Xe(1)	-114(2)
F(24)-Sb(2)-F(26)-Xe(1)	-165(60)
Cl(1)-Xe(1)-F(26)-Sb(2)	-145(2)

3.2.13. Die Umsetzung von $\text{Pd}(\text{SbF}_6)_2$ mit Xenon

Die Synthese des $\text{Pd}(\text{SbF}_6)$ erfolgt nach Literatur [73]

In ein PFA-Reaktionsrohr werden (12 mm Innendurchmesser) werden 70 mg (0.7 mmol) Palladiumpulver eingewogen und das Rohr über Nacht an der Hochvakuumapparatur evakuiert. Im Handschuhkasten werden auf das Palladiumpulver 1.92 g (8.9 mmol) SbF_5 gegeben. Auf die auf -196°C gekühlte Mischung werden an der Metallvakuumapparatur 750 mg (37.5 mmol) aHF kondensiert. Es wird dann auf Raumtemperatur erwärmt und an der Metallvakuumapparatur ein Fluordruck von 1 bar eingestellt. Die Reaktionsmischung wird dann unter dem Fluordruck 3 Stunden geschüttelt. Nachdem sich das Palladiumpulver vollständig gelöst hat und eine blaue Lösung entstanden ist, werden das Fluor und der HF über einen mit Natronkalk gefüllten Trockenturm im Hochvakuum abgezogen. Der verbleibende türkisfarbene Feststoff wird dann im Handschuhkasten mit 1.4 g (6.4 mmol)

SbF₅ versetzt. Auf diese Mischung werden dann an der Metallvakuumapparatur 300 mg (15 mmol) aHF aufkondensiert, auf Raumtemperatur erwärmt und gut durchmischt. Bei -196°C werden 1.2 g (9.1 mmol) Xenon aufkondensiert. Das verschmolzene Reaktionsrohr wird langsam auf Raumtemperatur erwärmt. Dabei ist keinerlei Farbänderung der Reaktionsmischung zu beobachten.

3.2.14. Die Umsetzung von PtF₄ mit Xenon

Die Synthese des PtF₄ erfolgt gemäß der Literatur [73,26]

In eine spezielle Apparatur, bestehend aus zwei PFA-Reaktionsrohren (12 mm Innendurchmesser), die über ein Teflon Verbindungsstück verbunden sind und in einem Winkel von 90° zueinander stehen, werden in eines dieser Rohre 100 mg (0.5 mmol) Platinpulver eingewogen und das Rohr über Nacht an der Hochvakuumapparatur evakuiert. Im Handschuhkasten werden dann 60 mg (1 mmol) KF in das Rohr eingewogen. Auf die bei -196°C gekühlte Reaktionsmischung werden dann 600 mg (30 mmol) aHF kondensiert, auf Raumtemperatur erwärmt und ein Fluordruck von 1 bar eingestellt. Das Rohr wird ca 15 Stunden mit dem Fluordruck von 1 bar geschüttelt, so dass man eine Lösung des Kaliumhexafluoroplatinats in aHF erhält. Das überschüssige Fluor wird aus der auf -78°C gekühlten Apparatur über einen mit Natronkalk gefüllten Trockenturm geleitet. Auf die bei -196°C gefrorene Lösung werden 400 mg (2.3 mmol) AsF₅ kondensiert. Es wird auf -65°C erwärmt und durchmischt. Nach ca. 1h wird das überschüssige AsF₅ im Hochvakuum entfernt. Die überstehende Lösung des Kaliumhexafluoroarsenats in aHF wird vorsichtig von dem als Niederschlag vorliegenden PtF₄ in das zweite PFA-Rohr dekantiert. Der HF wird dann auf das PtF₄ zurückkondensiert, so dass das KAsF₆ im zweiten Rohr verbleibt. Der Niederschlag wird dann mit der aHF gewaschen, die Lösung abdekantiert und das aHF wieder zurückkondensiert, somit wird das KAsF₆ aus dem PtF₄ gewaschen. Nach viermaliger Wiederholung dieser Prozedur wird der entstandene hellbraune Feststoff im Hochvakuum getrocknet.

Im Handschuhkasten werden dann von dem synthetisierten PtF₄ 70 mg (0.3 mmol) und 1.9 g (8.8 mmol) SbF₅ in ein PFA-Reaktionsrohr eingewogen. Auf diese Mischung werden an der Metallvakuumapparatur 520 mg (26 mmol) aHF kondensiert. Die Reaktionsmischung wird auf Raumtemperatur erwärmt und durchgemengt, wobei sich das PtF₄ kaum löst. Bei -196°C werden auf diese Mischung 1g (7.6 mmol) Xenon kondensiert und das Rohr verschmolzen. Es

wird langsam auf Raumtemperatur erwärmt, wobei keinerlei Reaktion zu beobachten ist. Es tritt keine Farbänderung auf und das PtF_4 liegt weiterhin zum größten Teil ungelöst vor.

3.2.15. Das $\text{XeF}^+ \text{IrSbF}_{11}^-$

3.2.15.1. Synthese

Im Handschuhkasten werden in ein PFA-Reaktionsrohr (12 mm Innendurchmesser) 1.2 g (5.5 mmol) SbF_5 eingewogen. Darauf werden an der Metallvakuumapparatur 680 mg aHF kondensiert. Die Probe wird auf Raumtemperatur erwärmt und gut durchmischt. Auf diese Mischung werden 1.06 g (3.5 mmol) IrF_6 kondensiert und auf Raumtemperatur erwärmt. Es entsteht eine gelbe Lösung auf die bei -196°C 1.5g (11 mmol) Xe kondensiert werden. Das Rohr wird verschmolzen und langsam auf Raumtemperatur erwärmt. Die dabei entstehende orangefarbene Lösung wird langsam auf -60°C abgekühlt, wobei gelbe Kristalle entstehen.

3.2.15.2. Kristall- und Strukturdaten

Bezeichnung	irxem	
Farbe	gelb	
Summenformel	F ₁₂ Ir Sb Xe	
Molmasse	673.25 g/mol	
Meßtemperatur	173(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	Cc	
Zelldimensionen	a = 589.76(7) pm	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 2091.1(2) pm	$\beta = 90.021(2)^\circ$.
	c = 787.95(9) pm	$\gamma = 90^\circ$.
Volumen	0.9717(2) nm ³	
Z	4	
Dichte (berechnet)	4.602 Mg/m ³	
Absorptionskoeffizient	20.037 mm ⁻¹	
F(000)	1160	
Kristalldimensionen	0.4 x 0.4 x 0.2 mm ³	
Theta-Bereich der Datensammlung	1.95 bis 32.56°.	
Bereich der Indizes	-8<=h<=8, -31<=k<=30, -11<=l<=11	
Anzahl gemessene Reflexe	6476	
unabhängige Reflexe	3192 [R(int) = 0.0538]	
Vollständigkeit zu Theta = 32.56°	97.6 %	
Reflexe >2sigma(I)°	3015	
Methode der Strukturverfeinerung	Vollmatrixleast-squares on F ²	
Reflexe / restraints / Parameter	3192 / 2 / 133	
Goodness-of-fit gegen F ²	1.014	
Entgültiger Fehler R [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0567, wR2 = 0.1528	
R (alle Daten)	R1 = 0.0590, wR2 = 0.1549	
Absol. Strukturparameter (Flack-Par.)	0.18(2)	
Extinktionskoeffizient	0.0064(4)	
Grösste und kleinste Restelektronendichte	4.831 und -4.771 10 ⁻⁶ e.pm ⁻³	

Atomkoordinaten (x 10⁴) und equivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm²x 10⁻¹) für XeF⁺ IrSbF₁₁⁻. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten U_{ij} Tensors.

	x	y	z	U(eq)
Ir	3698(1)	7532(1)	4660(1)	15(1)
Xe	6312(1)	5929(1)	5339(1)	16(1)
Sb	6305(1)	9163(1)	5314(1)	10(1)
F(1)	6500(20)	10044(6)	5455(16)	29(2)
F(2)	4020(20)	9207(5)	3716(14)	29(2)
F(3)	8647(18)	9015(5)	6832(14)	24(2)
F(4)	8390(20)	9113(6)	3547(16)	31(2)
F(5)	4230(20)	9105(6)	7076(15)	30(2)
F(6)	6099(18)	8199(4)	5084(14)	22(2)
F(7)	3775(19)	7754(6)	2365(14)	29(2)
F(8)	3884(19)	7286(5)	6877(13)	24(2)
F(9)	1480(20)	8106(5)	5078(16)	27(2)
F(10)	1630(20)	6890(5)	4239(15)	28(2)
F(11)	6174(18)	6934(4)	4200(13)	21(2)
F(12)	6490(20)	5098(5)	6263(16)	28(2)

Bindungslängen [pm] und Winkel [°] für $\text{XeF}^+ \text{IrSbF}_{11}^-$.

Ir-F(9)	181(1)
Ir-F(8)	183(1)
Ir-F(10)	185(1)
Ir-F(7)	187(1)
Ir-F(11)	196(1)
Ir-F(6)	202(1)
Xe-F(12)	189(1)
Xe-F(11)	228.6(9)
Sb-F(2)	185(1)
Sb-F(1)	185(1)
Sb-F(3)	185.2(9)
Sb-F(5)	186(1)
Sb-F(4)	186(1)
Sb-F(6)	202.6(9)
F(9)-Ir-F(8)	93.2(6)
F(9)-Ir-F(10)	92.2(6)
F(8)-Ir-F(10)	90.3(5)
F(9)-Ir-F(7)	91.7(5)
F(8)-Ir-F(7)	174.8(5)
F(10)-Ir-F(7)	91.3(6)
F(9)-Ir-F(11)	178.0(5)
F(8)-Ir-F(11)	87.2(5)
F(10)-Ir-F(11)	89.7(5)
F(7)-Ir-F(11)	87.8(5)
F(9)-Ir-F(6)	91.0(5)
F(8)-Ir-F(6)	89.7(5)
F(10)-Ir-F(6)	176.8(5)
F(7)-Ir-F(6)	88.4(5)
F(11)-Ir-F(6)	87.1(4)
F(12)-Xe-F(11)	178.8(5)
F(2)-Sb-F(1)	92.1(5)
F(2)-Sb-F(3)	172.9(5)
F(1)-Sb-F(3)	94.7(5)
F(2)-Sb-F(5)	91.8(6)
F(1)-Sb-F(5)	93.5(6)
F(3)-Sb-F(5)	89.9(5)
F(2)-Sb-F(4)	88.6(6)
F(1)-Sb-F(4)	93.5(6)
F(3)-Sb-F(4)	88.9(6)
F(5)-Sb-F(4)	173.0(5)
F(2)-Sb-F(6)	86.8(4)
F(1)-Sb-F(6)	178.3(5)
F(3)-Sb-F(6)	86.3(4)
F(5)-Sb-F(6)	87.9(5)
F(4)-Sb-F(6)	85.2(5)
Ir-F(6)-Sb	138.2(5)
Ir-F(11)-Xe	122.8(5)

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

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir	18(1)	11(1)	16(1)	-2(1)	-4(1)	3(1)
Xe	20(1)	12(1)	16(1)	-1(1)	-3(1)	4(1)
Sb	13(1)	6(1)	9(1)	-1(1)	-4(1)	2(1)
F(2)	31(5)	27(5)	28(5)	5(4)	-21(4)	-1(4)
F(3)	29(5)	16(4)	25(5)	-4(4)	-16(4)	-2(4)
F(4)	30(5)	36(6)	26(5)	8(5)	12(4)	-9(5)
F(5)	28(5)	42(7)	20(5)	9(5)	2(4)	-5(5)
F(6)	31(5)	7(3)	28(5)	-2(3)	-9(4)	7(3)
F(7)	28(5)	41(7)	18(5)	8(5)	-7(4)	6(5)
F(8)	34(5)	21(5)	16(4)	-1(4)	-8(4)	1(4)
F(9)	31(5)	12(4)	37(6)	1(4)	-1(4)	2(4)
F(10)	39(6)	21(5)	25(5)	2(4)	0(4)	-3(4)
F(11)	36(5)	5(3)	20(4)	0(3)	-2(4)	2(3)
F(12)	36(5)	13(4)	36(5)	7(4)	-7(5)	1(4)

Torsionswinkel [°] für $\text{XeF}^+ \text{IrSbF}_{11}^-$.

F(9)-Ir-F(6)-Sb	-14(1)
F(8)-Ir-F(6)-Sb	-107.0(9)
F(10)-Ir-F(6)-Sb	162(9)
F(7)-Ir-F(6)-Sb	77.8(9)
F(11)-Ir-F(6)-Sb	165.7(9)
F(2)-Sb-F(6)-Ir	-35(1)
F(1)-Sb-F(6)-Ir	-84(17)
F(3)-Sb-F(6)-Ir	147.7(9)
F(5)-Sb-F(6)-Ir	57.6(9)
F(4)-Sb-F(6)-Ir	-123.1(9)
F(9)-Ir-F(11)-Xe	147(16)
F(8)-Ir-F(11)-Xe	43.3(6)
F(10)-Ir-F(11)-Xe	-47.1(6)
F(7)-Ir-F(11)-Xe	-138.4(6)
F(6)-Ir-F(11)-Xe	133.1(6)
F(12)-Xe-F(11)-Ir	-169(23)