

I. Einleitung	1
II. Allgemeiner Teil	4
1. Allgemeines über Struktur und Bindung von Osmium(VIII)- und Ruthenium(VIII)-Verbindungen	4
2. Osmium(VII)-Verbindungen	5
2.1. Osmium(VII)-oxide	5
2.1.1. Versuche zur Darstellung von OsO_4	6
2.2. Osmium(VII)-oxidfluoride	7
2.2.1. Darstellung von Osmium(VII)-oxidfluoriden	7
2.2.1.1. Kristallstrukturen von OsO_2F_3	10
2.2.1.2. Die Kristallstruktur von $[\text{Os}_2\text{O}_3\text{F}_7]_2$	14
2.2.1.3. Die Kristallstruktur von OsOF_5	17
2.3. Osmiumheptafluorid OsF_7 und Heptafluoroosmat $[\text{OsF}_7]^-$	19
2.3.1. Versuche zur Darstellung von OsF_7	20
2.3.2. Versuche zur Darstellung von $[\text{OsF}_7]^-$	21
2.4. Schlussfolgerung	21
3. Osmiumoxidtetrahalogenide und Rutheniumoxidfluoride	23
3.1. Osmiumoxidtetrahalogeniden	23
3.1.1. Synthese und Eigenschaften von OsOF_4	23
3.1.1.1. Die Kristallstruktur von OsOF_4 -I	24
3.1.1.2. Die Kristallstruktur von OsOF_4 -II	25
3.1.1.3. Spektroskopische Charakterisierung von OsOF_4	26
3.1.2. Synthese und Eigenschaften von OsOCl_4	27
3.1.2.1. Kristallstruktur von Osmiumoxidtetrachlorid	28
3.1.3. Versuche zur Darstellung von OsO_2Cl_3 , OsO_2Cl_4 , OsO_3Cl_2 und OsOCl_5	29
3.1.3.1. Kristallstruktur von $\text{OsOCl}_4 \cdot 0.5\text{OsO}_4$	31
3.1.3.3. $\text{OsOCl}_4 \cdot \text{OsO}_4$	32
3.2. Rutheniumoxid und Rutheniumoxidfluoride	33
3.2.1. Synthese und Eigenschaften von Ru(VIII)oxid	33
3.2.2. Rutheniumoxidfluoride	33
3.2.2.1. Kristallstrukturen von RuOF_4	34
3.2.2.1.2. Synthese und Kristallstruktur von RuOF_4 -II (Dimer)	35
3.3. Schlussfolgerung	38
4. Fluoride und Oxidfluoride von Elementen der VI. Nebengruppe	40
4.1. Molybdänoxidfluorid	40
4.1.1. Synthese und Eigenschaften von $\text{Na}_2\text{MoO}_2\text{F}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	40
4.1.1.1. Kristallstruktur von $\text{Na}_2\text{MoO}_2\text{F}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	41
4.1.1.2. Spektroskopische Eigenschaften von Natriumdioxotetrafluoromolybdat	42
4.1.2. Synthese und Eigenschaften von MoO_2F_2	43
4.1.2.1. Pulverstrukturanalyse von MoO_2F_2	44
4.1.2.2. Synthese und Kristallstrukturanalyse von $\text{MoO}_2\text{F}_2 \cdot 2\text{DMF}$	46
4.2. Chromfluoride	48
4.2.1. Synthese und Eigenschaften von CrF_5	48
4.2.1.1. Kristallstruktur von Chrompentafluorid	49
4.2.2. Kristallstruktur von $\text{CrF}_4^+ \cdot \text{SbF}_6^-$	50
5. Kationen mit Hexafluoroosmat und Hexafluoroantimonat	53

Inhaltsverzeichnis

5.1. Versuche zur Darstellung von $\text{Cl}_2+\text{OsF}_6^-$	53
5.2. Das Hexafluorobenzolradikalkation $\text{C}_6\text{F}_6^{+\bullet}$	53
5.2.1. $\text{C}_6\text{F}_6^{+\bullet}$ Kation	53
5.2.1.1. Darstellung von $\text{C}_6\text{F}_6^{+\bullet}\text{Os}_2\text{F}_{11}^-$	54
5.2.1.2. Darstellung und spektroskopische Untersuchung von $\text{C}_6\text{F}_6^{+\bullet}\text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$	60
5.2.1.3 Kristallstruktur von C_6F_6	62
5.3. Schlussfolgerung	63
III Experimenteller Teil	64
6. Allgemeines	64
6.1. Arbeitsmethoden und Geräte	64
6.2. Ausgangssubstanzen	66
7. Synthesevorschriften und Kristallstrukturanalysen	68
7.1. Synthese von OsF_6	68
7.2. Synthese von XeF_2	68
7.3. Synthese von OsO_2F_3	68
7.3.1. Kristall- und Strukturdaten für OsO_2F_3 -Polymer.	69
7.3.2. Kristall- und Strukturdaten für OsO_2F_3 -Tetramer	71
7.4. Synthese von $\text{Os}_2\text{O}_3\text{F}_7$	74
7.4.1. Kristall- und Strukturdaten $\text{Os}_2\text{O}_3\text{F}_7$	74
7.5. Synthese von OsOF_5	77
7.5.1. Kristall- und Strukturdaten OsOF_5	77
7.6. Synthese von OsF_7	79
8. Osmiumoxidtetrahalogeniden und Rutheniumoxidtetrafluorid	80
8. 1. Synthese von OsOF_4	80
8.1.1. Kristall- und Strukturdaten von $\text{OsOF}_4\text{-I}$	80
8.1.2. Kristall- und Strukturdaten	83
8.2. Synthese von OsOCl_4	85
8.2.1. Kristall- und Angaben zur Strukturdaten von OsOCl_4	85
8.2.2. Versuche zur Darstellung von OsO_3Cl_2 und OsO_4Cl_4 oder OsO_3Cl_2	87
8.2.2.1. Synthese von $\text{OsOCl}_4\cdot 0.5\text{OsO}_4$ und $\text{OsOCl}_4\cdot \text{OsO}_4$	87
8.3. Synthese von RuOF_4	92
8.3.1. Kristall- und Strukturdaten von $\text{RuOF}_4\text{-I}$ Polymer	93
8.3.2. Kristall- und Strukturdaten von $\text{RuOF}_4\text{-II}$	96
9. Versuche zur Darstellung von Molybdän- und Wolframdioxidifluorid, MoO_2F_2 und WO_2F_2	98
9.1. Synthese von $\text{Na}_2\text{MoO}_2\text{F}_4\cdot \text{H}_2\text{O}$	98
9.1.2. Kristall- und Strukturdaten von $\text{Na}_2\text{MoO}_2\text{F}_4$	98
9.2. Synthese von MoO_2F_2	103
9.3. Synthese von $\text{Na}_2\text{WO}_2\text{F}_4$	104
9.4. Chrompentafluorid- und Antimonpentafluorid	104
9.4.1. Synthese von CrF_5	105
9.4.1.1. Kristall- und Strukturdaten von CrF_5	104

Inhaltsverzeichnis

9.4.2. Synthese von $\text{CrF}_5 \cdot \text{SbF}_5$	107
9.4.2.2. Kristall- und Strukturdaten von $\text{CrF}_5 \cdot \text{SbF}_5$	107
9.4.3. Synthese von $[\text{CrF}_4 \cdot \text{Sb}_2\text{F}_{12}]^- \text{IF}_6^+$	110
9.4.3.1. Kristall- und Strukturdaten von $\text{CrF}_5 \cdot \text{SbF}_5 \cdot \text{IF}_6$	110
10. Versuche zur Darstellung von $\text{Cl}_2\text{OsF}_6 \cdot \text{Pn}$ ($\text{Pn} = \text{AsF}_5, \text{SbF}_5$)	114
10.1. Synthese von $\text{Cl}_3\text{OsF}_6\text{As}_2\text{F}_{10}$	114
10.1.1. Kristall- und Strukturdaten von $\text{Cl}_3\text{OsF}_6\text{As}_2\text{F}_{10}$	114
10.2. Darstellung von $\text{C}_6\text{F}_6^+ \text{Os}_2\text{F}_{11}^-$	117
10.2.1. Kristall- und Strukturdaten von $\text{C}_6\text{F}_6^+ \text{Os}_2\text{F}_{11}^-$	117
10.3. Kristallisation von C_6F_6	122
10.3.1. Kristall- und Strukturdaten von C_6F_6	122
10.4. Darstellung von $\text{C}_6\text{F}_6^+ \text{Sb}_2\text{F}_{11}^-$	125
IV. Zusammenfassung	126
V. Summary	130
VI. Literaturverzeichnis	134