

# Kristallographischer Anhang

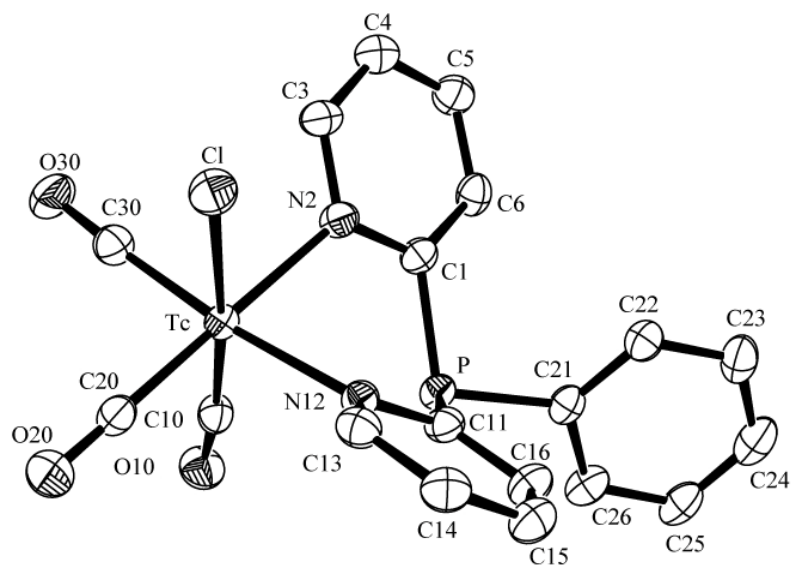
## A Technetiumkomplexe

**Tabelle A - 1** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [TcCl(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>2</sub>PhP-N,N')].

Summenformel	C <sub>19</sub> H <sub>13</sub> Cl N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> P Tc	
M (g/mol)	481.73	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	Pī	
Elementarzelle	a = 9.547(1) Å	α = 102.53(1)°.
	b = 9.645(1) Å	β = 100.88(1)°.
	c = 10.687(1) Å	γ = 98.62(1)°.
Volumen	924.5(2) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	1.731 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	1.035 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	480	
Kristallbeschreibung	farblose Nadel	
Kristallgröße	0.24 x 0.13 x 0.05 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.21 - 26.73°	
Indizes	-12 ≤ h ≤ 12, -11 ≤ k ≤ 12, -10 ≤ l ≤ 13	
Zahl der gemessenen Reflexe	7656	
Zahl der unabhängigen Reflexe	3848 [R(int) = 0.0702]	
Absorptionskorrektur	Keine	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	244	
Goof	0.825	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R <sub>1</sub> = 0.0302, wR <sub>2</sub> = 0.0658	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R <sub>1</sub> = 0.0502, wR <sub>2</sub> = 0.0890	
Restelektronendichte	0.434 und -1.027 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle A - 2** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{TcCl}(\text{CO})_3(\text{Py}_2\text{PhP-N,N}')]$ .

	x	y	z	U(eq)
Tc	3312(1)	1505(1)	1855(1)	22(1)
Cl	2993(1)	1258(1)	4070(1)	34(1)
O(10)	3429(3)	1397(3)	-997(3)	37(1)
C(10)	3440(4)	1536(4)	104(4)	28(1)
C(20)	3067(4)	-542(4)	1201(4)	27(1)
O(20)	2904(3)	-1765(3)	773(3)	41(1)
C(30)	1258(4)	1325(4)	1330(4)	31(1)
O(30)	16(3)	1245(3)	1067(3)	42(1)
P	5878(1)	4089(1)	1413(1)	24(1)
C(1)	4640(4)	4848(4)	2375(4)	25(1)
N(2)	3631(3)	3883(3)	2649(3)	26(1)
C(3)	2680(4)	4404(4)	3315(4)	33(1)
C(4)	2636(4)	5846(4)	3687(5)	37(1)
C(5)	3611(4)	6821(4)	3342(4)	34(1)
C(6)	4613(4)	6322(4)	2684(4)	30(1)
C(11)	6624(4)	2924(4)	2423(4)	24(1)
N(12)	5677(3)	1877(3)	2652(3)	23(1)
C(13)	6209(4)	987(4)	3352(4)	28(1)
C(14)	7674(4)	1056(4)	3793(4)	32(1)
C(15)	8643(4)	2077(4)	3500(4)	32(1)
C(16)	8130(4)	3036(4)	2835(4)	30(1)
C(21)	7452(4)	5572(4)	1793(4)	26(1)
C(22)	7987(4)	6572(4)	3016(4)	30(1)
C(23)	9204(4)	7640(4)	3209(5)	36(1)
C(24)	9929(4)	7697(5)	2213(5)	40(1)
C(25)	9447(4)	6683(5)	1017(5)	37(1)
C(26)	8191(4)	5639(4)	798(4)	30(1)



**Abbildung A - 1** Ellipsoiddarstellung von [TcCl(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>2</sub>PhP-N,N')]. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle A - 3** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [TcCl(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>3</sub>P-N,N')].

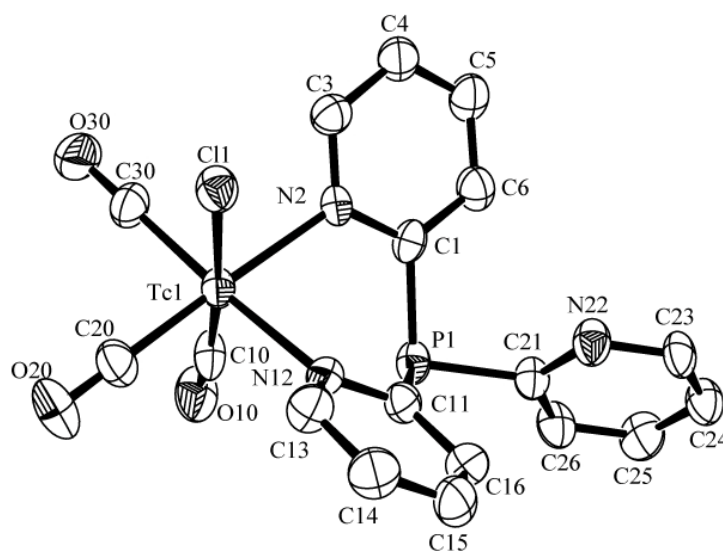
Summenformel	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> Cl N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> P Tc	
M (g/mol)	482.73	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Orthorhombisch	
Raumgruppe*	Pna2 <sub>1</sub>	
Elementarzelle	a = 22.395(2) Å	α = 90°.
	b = 10.649(1) Å	β = 90°.
	c = 16.022(1) Å	γ = 90°.
Volumen	3820.9(5) Å <sup>3</sup>	
Z	8	
Berechnete Dichte	1.678 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	1.001 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	1920	
Kristallbeschreibung	farblose Nadel	
Kristallgröße	0.35 x 0.02 x 0.02 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.64 - 29.24°	
Indizes	-30 ≤ h ≤ 23, -14 ≤ k ≤ 14, -18 ≤ l ≤ 21	
Zahl der gemessenen Reflexe	17115	
Zahl der unabhängigen Reflexe	9084 [R(int) = 0.0398]	
Absorptionskorrektur	Keine	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	488	
Goof	0.932	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R <sub>1</sub> = 0.0478, wR <sub>2</sub> = 0.1152	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R <sub>1</sub> = 0.0663, wR <sub>2</sub> = 0.1297	
Flack Parameter	0.56(5)	
Restelektronendichte	0.681 und -1.126 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

\* Versuche, die Strukturverfeinerung in der zentrosymmetrischen Raumgruppe Pnma durchzuführen, führten nicht zum Erfolg.

**Tabelle A - 4** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{TcCl}(\text{CO})_3(\text{Py}_3\text{P-N,N}')]_n$ .

	x	y	z	U(eq)
Tc(1)	-4727(1)	-2707(1)	-8657(1)	32(1)
Cl(1)	-3796(1)	-2454(1)	-7831(2)	39(1)
C(10)	-5398(3)	-2906(7)	-9356(5)	44(1)
O(10)	-5776(3)	-3017(6)	-9857(4)	60(1)
C(20)	-4456(3)	-1473(6)	-9439(5)	47(2)
O(20)	-4290(3)	-734(5)	-9891(4)	75(2)
C(30)	-4316(3)	-3971(6)	-9304(5)	42(2)
O(30)	-4050(3)	-4681(5)	-9664(4)	58(1)
P(1)	-6090(1)	-2797(2)	-7695(1)	35(1)
C(1)	-5569(3)	-4015(4)	-7319(5)	34(1)
N(2)	-5014(2)	-4022(4)	-7664(3)	31(1)
C(3)	-4626(3)	-4896(5)	-7403(5)	40(1)
C(4)	-4768(3)	-5788(5)	-6813(4)	44(1)
C(5)	-5337(3)	-5815(5)	-6495(4)	47(2)
C(6)	-5740(3)	-4922(5)	-6749(4)	42(2)
C(11)	-5655(3)	-1368(5)	-7469(4)	35(1)
N(12)	-5115(2)	-1261(4)	-7835(4)	34(1)
C(13)	-4798(3)	-218(5)	-7706(4)	42(2)
C(14)	-5009(3)	776(5)	-7235(5)	49(2)
C(15)	-5568(4)	683(5)	-6890(4)	48(2)
C(16)	-5894(3)	-396(5)	-7007(4)	41(1)
C(21)	-6619(3)	-2763(5)	-6816(5)	35(1)
N(22)	-6405(4)	-2658(5)	-6039(6)	43(2)
C(23)	-6800(4)	-2631(6)	-5401(6)	42(2)
C(24)	-7401(4)	-2697(6)	-5529(7)	46(2)
C(25)	-7621(4)	-2800(7)	-6322(7)	54(2)
C(26)	-7222(3)	-2840(6)	-6982(5)	44(2)
Tc(2)	-7212(1)	-2512(1)	-2317(1)	35(1)
Cl(2)	-6279(1)	-2637(1)	-3149(1)	38(1)
C(40)	-7891(4)	-2394(6)	-1587(6)	48(2)
O(40)	-8257(3)	-2352(6)	-1100(5)	69(2)
C(50)	-6916(4)	-3840(7)	-1639(5)	48(2)
O(50)	-6740(3)	-4667(5)	-1242(4)	68(2)

C(60)	-6821(4)	-1321(7)	-1607(5)	52(2)
O(60)	-6579(3)	-627(6)	-1182(5)	77(2)
P(2)	-8573(1)	-2311(1)	-3282(1)	38(1)
C(31)	-8039(3)	-1107(5)	-3619(5)	39(1)
N(32)	-7499(2)	-1098(4)	-3231(4)	36(1)
C(33)	-7108(3)	-200(5)	-3467(5)	45(2)
C(34)	-7231(3)	714(5)	-4043(5)	50(2)
C(35)	-7788(4)	728(5)	-4410(5)	55(2)
C(36)	-8197(3)	-182(5)	-4191(4)	44(2)
C(41)	-8157(3)	-3742(5)	-3542(5)	33(1)
N(42)	-7600(3)	-3860(4)	-3203(4)	35(1)
C(43)	-7288(3)	-4890(5)	-3405(5)	45(2)
C(44)	-7500(3)	-5851(6)	-3884(5)	54(2)
C(45)	-8079(3)	-5762(6)	-4191(5)	49(2)
C(46)	-8401(3)	-4698(6)	-4014(4)	42(1)
C(51)	-9101(3)	-2292(6)	-4163(5)	39(2)
N(52)	-8884(3)	-2424(4)	-4944(6)	40(2)
C(53)	-9274(5)	-2467(6)	-5552(8)	49(2)
C(54)	-9881(5)	-2417(6)	-5459(8)	51(2)
C(55)	-10115(4)	-2275(7)	-4634(6)	51(2)
C(56)	-9701(3)	-2215(6)	-3991(6)	46(2)



**Abbildung A - 2** Ellipsoiddarstellung von  $[\text{TcCl}(\text{CO})_3(\text{Py}_3\text{P-N,N}')]$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle A - 5** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [TcNCl(P(Ph<sub>2</sub>)CH<sub>2</sub>P(Ph<sub>2</sub>)NH-P,N)<sub>2</sub>]Cl · 2 CH<sub>3</sub>CN.

Summenformel	C <sub>54</sub> H <sub>52</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>5</sub> P <sub>4</sub> Tc	
M (g/mol)	1063.79	
Messtemperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /n	
Elementarzelle	a = 12.487(3) Å	α = 90°.
	b = 17.115(4) Å	β = 98.36(1)°.
	c = 25.060(7) Å	γ = 90°.
Volumen	5299(2) Å <sup>3</sup>	
Z	4	
Berechnete Dichte	1.333 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	0.533 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	2192	
Kristallbeschreibung	gelbe Platte	
Kristallgröße	0.21 x 0.2 x 0.09 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	1.45 - 27.56°	
Indizes	-16 ≤ h ≤ 11, -18 ≤ k ≤ 22, -32 ≤ l ≤ 32	
Zahl der gemessenen Reflexe	31775	
Zahl der unabhängigen Reflexe	12184 [R(int) = 0.0726]	
Absorptionskorrektur	Keine	
Messmethode	ω-scans	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	597	
Goof	0.869	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R <sub>1</sub> = 0.0409, wR <sub>2</sub> = 0.0843	
R <sub>1</sub> /wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R <sub>1</sub> = 0.0997, wR <sub>2</sub> = 0.1110	
Restelektronendichte	0.518 und -0.492 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	CCD, Bruker SMART	

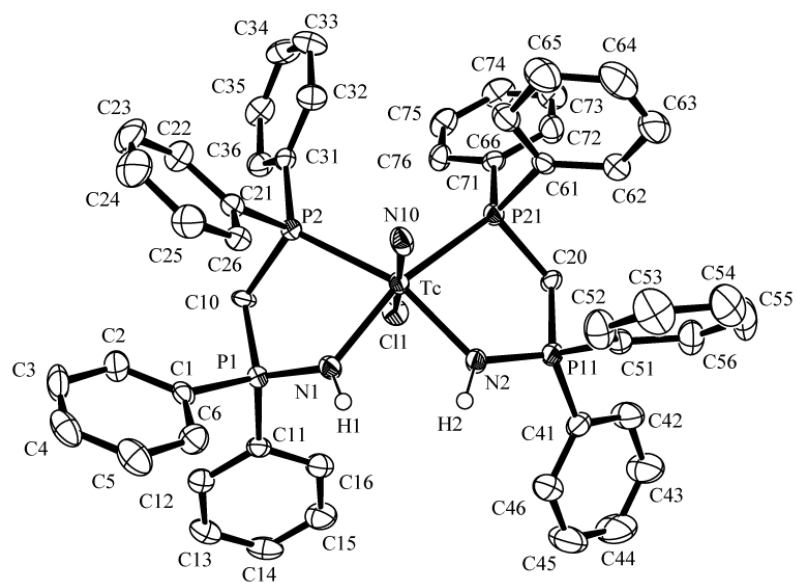


**Tabelle A - 6** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{TcNCl}(\text{P}(\text{Ph}_2)\text{CH}_2\text{P}(\text{Ph}_2)\text{NH-P,N})_2]\text{Cl} \cdot 2 \text{CH}_3\text{CN}$ .

	x	y	z	U(eq)
Tc	7986(1)	1353(1)	6178(1)	18(1)
N(10)	9298(2)	1369(2)	6272(1)	25(1)
N(2)	7561(2)	1611(2)	6941(1)	24(1)
N(1)	7496(2)	2512(2)	6002(1)	22(1)
Cl(1)	5881(1)	952(1)	5879(1)	28(1)
P(1)	6898(1)	2848(1)	5448(1)	20(1)
C(1)	7591(3)	3658(2)	5188(1)	21(1)
C(2)	7645(3)	3774(2)	4643(2)	33(1)
C(3)	8183(3)	4423(3)	4482(2)	40(1)
C(4)	8654(3)	4944(3)	4855(2)	39(1)
C(5)	8607(3)	4839(2)	5393(2)	40(1)
C(6)	8077(3)	4196(2)	5562(2)	31(1)
C(11)	5560(3)	3207(2)	5503(1)	22(1)
C(12)	5059(3)	3784(2)	5165(2)	25(1)
C(13)	4032(3)	4043(2)	5224(2)	33(1)
C(14)	3502(3)	3728(2)	5619(2)	37(1)
C(15)	3993(3)	3152(2)	5952(2)	40(1)
C(16)	5023(3)	2889(2)	5899(2)	32(1)
C(10)	6800(3)	2045(2)	4974(1)	20(1)
P(2)	7919(1)	1367(1)	5209(1)	18(1)
C(21)	9076(3)	1864(2)	4982(2)	23(1)
C(22)	9334(3)	1729(2)	4468(2)	33(1)
C(23)	10205(4)	2112(3)	4299(2)	45(1)
C(24)	10799(4)	2644(3)	4638(2)	47(1)
C(25)	10535(3)	2796(2)	5141(2)	36(1)
C(26)	9682(3)	2402(2)	5314(2)	25(1)
C(31)	7708(3)	517(2)	4782(1)	21(1)
C(32)	8518(3)	-47(2)	4852(2)	30(1)
C(33)	8428(4)	-724(2)	4546(2)	39(1)
C(34)	7514(4)	-848(2)	4176(2)	38(1)
C(35)	6690(3)	-306(2)	4113(2)	33(1)
C(36)	6784(3)	376(2)	4413(2)	28(1)

P(11)	7296(1)	990(1)	7375(1)	22(1)
C(41)	6089(3)	1195(2)	7668(2)	28(1)
C(42)	5537(4)	597(2)	7895(2)	43(1)
C(43)	4628(4)	777(3)	8124(2)	58(2)
C(44)	4254(4)	1537(3)	8122(2)	65(2)
C(45)	4784(4)	2123(3)	7892(2)	57(2)
C(46)	5698(4)	1954(2)	7663(2)	39(1)
C(51)	8387(3)	867(2)	7924(1)	25(1)
C(52)	9367(3)	1223(2)	7888(2)	41(1)
C(53)	10261(4)	1089(3)	8282(2)	53(1)
C(54)	10171(4)	584(3)	8698(2)	49(1)
C(55)	9204(4)	234(3)	8738(2)	48(1)
C(56)	8305(4)	376(2)	8359(2)	37(1)
C(20)	7080(3)	77(2)	7024(1)	21(1)
P(21)	7960(1)	-5(1)	6499(1)	19(1)
C(61)	9271(3)	-336(2)	6844(1)	20(1)
C(62)	9426(3)	-656(2)	7363(2)	32(1)
C(63)	10452(4)	-858(3)	7607(2)	43(1)
C(64)	11337(4)	-759(3)	7343(2)	46(1)
C(65)	11190(3)	-469(3)	6825(2)	44(1)
C(66)	10167(3)	-252(2)	6575(2)	30(1)
C(71)	7378(3)	-882(2)	6151(1)	21(1)
C(72)	7481(3)	-1598(2)	6421(2)	33(1)
C(73)	6989(4)	-2258(2)	6179(2)	39(1)
C(74)	6397(3)	-2216(3)	5669(2)	39(1)
C(75)	6300(3)	-1512(2)	5398(2)	32(1)
C(76)	6783(3)	-846(2)	5641(2)	26(1)
Cl(2)	3074(1)	1492(1)	2099(1)	37(1)
N(3)	6357(5)	1056(3)	1394(2)	93(2)
C(81)	6119(4)	1573(4)	1626(2)	63(2)
C(82)	5786(5)	2254(3)	1919(2)	79(2)
N(4)	6827(4)	2225(3)	3509(2)	63(1)
C(83)	5263(4)	1253(3)	3223(2)	74(2)
C(84)	6151(4)	1801(3)	3382(2)	50(1)

---



**Abbildung A - 3** Ellipsoiddarstellung des  $[\text{TcNCl}(\text{P}(\text{Ph}_2)\text{CH}_2\text{P}(\text{Ph}_2)\text{NH-P,N})_2]^+$ -Kations. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

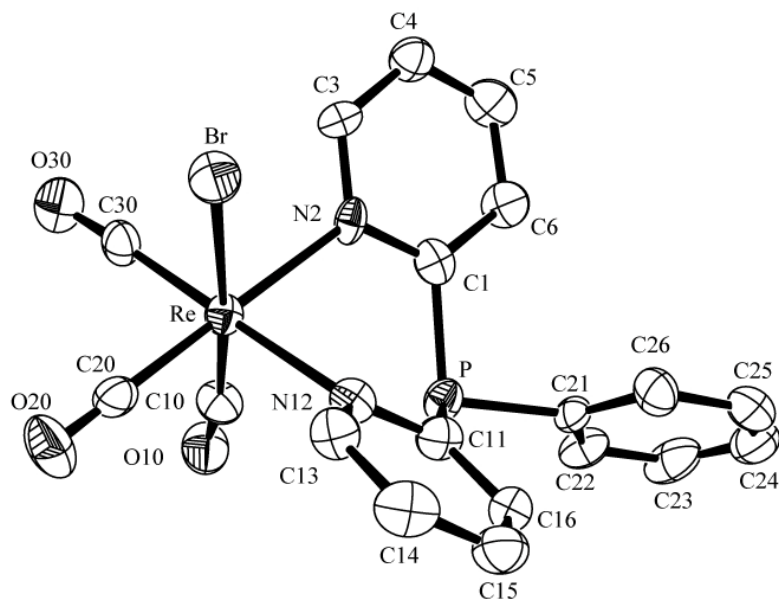
## B Rheniumkomplexe

**Tabelle B - 1** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [ReBr(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>2</sub>PhP-N,N')].

Summenformel	C <sub>19</sub> H <sub>13</sub> Br N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> P Re	
M (g/mol)	614.39	
Messtemperatur	293(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	C2/c	
Elementarzelle	a = 14.363(3) Å	α = 90°.
	b = 12.596(4) Å	β = 90.25(2)°.
	c = 20.798(4) Å	γ = 90°.
Volumen	3763.0(15) Å <sup>3</sup>	
Z	8	
Berechnete Dichte	2.169 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	8.690 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	2320	
Kristallbeschreibung	gelber Block	
Kristallgröße	0.3 x 0.06 x 0.04 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	3.23 to 26.99°	
Indizes	-1 ≤ h ≤ 18, 0 ≤ k ≤ 16, -26 ≤ l ≤ 26	
Zahl der gemessenen Reflexe	4573	
Zahl der unabhängigen Reflexe	4082 [R(int) = 0.0459]	
Absorptionskorrektur	semiempirisch (ψ-scans)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.9781, 0.7080	
Messmethode	ω-scans	
Zersetzung	4 %	
Programm zur Strukturlösung	SIR-92	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	244	
Goof	1.045	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R <sub>1</sub> = 0.0513, wR <sub>2</sub> = 0.1013	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R <sub>1</sub> = 0.1067, wR <sub>2</sub> = 0.1157	
Restelektronendichte	1.722 und -1.284 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	CAD4, Enraf-Nonius	

**Tabelle B - 2** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{ReBr}(\text{CO})_3(\text{Py}_2\text{PhP-N,N}')]$ .

	x	y	z	U(eq)
Re	3448(1)	5598(1)	906(1)	27(1)
Br	3409(1)	6526(1)	2041(1)	40(1)
C(10)	3487(8)	5035(10)	60(5)	36(3)
O(10)	3543(6)	4818(7)	-477(4)	48(2)
C(20)	2493(8)	6563(10)	650(5)	34(3)
O(20)	1904(6)	7126(8)	529(4)	54(2)
C(30)	4355(8)	6573(9)	586(5)	34(3)
O(30)	4866(6)	7167(7)	382(4)	48(2)
P	3451(2)	2914(2)	730(1)	32(1)
C(1)	4415(7)	3421(9)	1240(5)	31(2)
N(2)	4469(6)	4485(7)	1324(4)	27(2)
C(3)	5190(7)	4859(9)	1662(5)	31(2)
C(4)	5885(8)	4216(9)	1916(6)	37(3)
C(5)	5856(8)	3171(11)	1801(6)	44(3)
C(6)	5115(8)	2737(10)	1469(6)	39(3)
C(11)	2433(7)	3383(10)	1172(5)	33(3)
N(12)	2409(6)	4458(8)	1291(4)	32(2)
C(13)	1642(8)	4865(9)	1570(5)	35(3)
C(14)	893(8)	4269(11)	1732(6)	47(3)
C(15)	902(9)	3179(11)	1596(6)	45(3)
C(16)	1681(8)	2760(10)	1318(6)	39(3)
C(21)	3495(8)	1503(8)	926(5)	28(2)
C(22)	3791(8)	834(10)	423(6)	41(3)
C(23)	3865(9)	-240(11)	498(8)	56(4)
C(24)	3631(9)	-670(12)	1082(7)	55(4)
C(25)	3338(9)	-38(11)	1584(7)	48(3)
C(26)	3295(8)	1054(10)	1502(6)	41(3)



**Abbildung B - 1** Ellipsoiddarstellung von  $[\text{ReBr}(\text{CO})_3(\text{Py}_2\text{PhP-N,N}')]$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

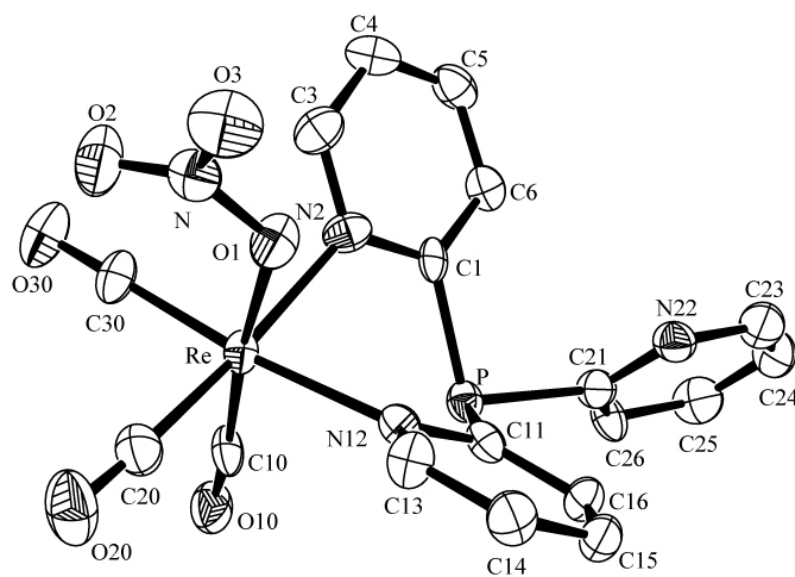
**Tabelle B - 3** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [Re(CO)<sub>3</sub>(NO<sub>3</sub>)(Py<sub>3</sub>P-N,N')].

Summenformel	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O <sub>6</sub> P Re	
M (g/mol)	597.49	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	Pī	
Elementarzelle	a = 8.818(1) Å	α = 110.79(1)°.
	b = 10.992(1) Å	β = 91.19(1)°.
	c = 11.614(1) Å	γ = 109.88(1)°.
Volumen	976.8(2) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	2.032 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	6.347 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	572	
Kristallbeschreibung	farblose Platten	
Kristallgröße	0.600 x 0.217 x 0.010 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.13 - 27.15°	
Indizes	-11 ≤ h ≤ 11, -13 ≤ k ≤ 13, -14 ≤ l ≤ 14	
Zahl der gemessenen Reflexe	8155	
Zahl der unabhängigen Reflexe	4121 [R(int) = 0.0891]	
Absorptionskorrektur	Integration	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.7525, 0.4555	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1%	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-86	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	271	
Goof	1.000	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0498, wR2 = 0.0967	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.0768, wR2 = 0.1099	
Restelektronendichte	1.673 und -1.505 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 4** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{Re}(\text{CO})_3(\text{NO}_3)(\text{Py}_3\text{P-N,N}')].$

	x	y	z	U(eq)
Re	1937(1)	4519(1)	7621(1)	23(1)
C(10)	-298(13)	3240(11)	7098(10)	30(2)
O(10)	-1646(10)	2541(8)	6891(8)	42(2)
C(20)	1691(15)	4550(12)	9265(11)	37(3)
O(20)	1610(13)	4637(10)	10288(8)	56(2)
C(30)	1169(13)	6032(10)	8010(9)	30(2)
O(30)	657(11)	6906(8)	8210(8)	47(2)
N	5174(11)	7027(9)	8992(7)	33(2)
O(1)	4543(9)	5752(7)	8168(7)	34(2)
O(2)	4334(11)	7719(8)	9356(8)	51(2)
O(3)	6657(10)	7475(9)	9324(8)	51(2)
P	1093(3)	1836(2)	4770(2)	25(1)
N(2)	2505(11)	4709(8)	5842(8)	30(2)
C(1)	2141(11)	3602(10)	4742(9)	24(2)
C(3)	3196(14)	5980(10)	5856(10)	35(2)
C(4)	3488(14)	6219(12)	4767(11)	39(3)
C(5)	3051(13)	5109(11)	3646(10)	35(2)
C(6)	2401(12)	3780(11)	3637(9)	29(2)
N(12)	2982(10)	2878(8)	7054(7)	26(2)
C(11)	2581(11)	1843(10)	5902(9)	25(2)
C(13)	4048(13)	2884(10)	7911(9)	29(2)
C(14)	4708(14)	1861(11)	7688(10)	35(2)
C(15)	4229(13)	762(10)	6514(9)	30(2)
C(16)	3168(13)	746(9)	5626(9)	29(2)
N(22)	3039(11)	947(8)	3064(8)	31(2)
C(21)	1467(13)	771(9)	3261(9)	28(2)
C(23)	3226(16)	262(11)	1905(10)	38(3)
C(24)	1984(14)	-600(11)	930(10)	37(2)
C(25)	390(16)	-806(11)	1134(10)	42(3)
C(26)	129(12)	-95(11)	2320(9)	31(2)





**Abbildung B - 2** Ellipsoiddarstellung von [Re(CO)<sub>3</sub>(NO<sub>3</sub>)(Py<sub>3</sub>P-N,N')]. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 5** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von  $(\text{NBu}_4)[\text{Re}_2\text{O}_2\text{Cl}_5(\mu\text{-PPhPy}_2)(\mu\text{-O})] \cdot \frac{1}{4} \text{H}_2\text{O} \cdot \frac{1}{2} \text{THF}$ .

Summenformel	$\text{C}_{34} \text{H}_{53} \text{Cl}_5 \text{N}_3 \text{O}_{3.75} \text{P Re}_2^*$	
M (g/mol)	1144.41	
Messtemperatur	173(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoK $\alpha$	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /n	
Elementarzelle	a = 9.706(1) Å	$\alpha = 90^\circ$ .
	b = 34.820(4) Å	$\beta = 98.16(1)^\circ$ .
	c = 24.922(3) Å	$\gamma = 90^\circ$ .
Volumen	8337(2) Å <sup>3</sup>	
Z	8	
Berechnete Dichte	1.824 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	6.199 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	4464	
Kristallbeschreibung	grüner Block	
Kristallgröße	0.1 x 0.05 x 0.05 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	1.01 - 30.55°	
Indizes	-13 ≤ h ≤ 13, -49 ≤ k ≤ 43, -35 ≤ l ≤ 29	
Zahl der gemessenen Reflexe	103582	
Zahl der unabhängigen Reflexe	25404 [R(int) = 0.0968]	
Absorptionskorrektur	semiempirisch (SADABS)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	1.0, 0.7958	
Messmethode	ω-scans	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	911	
Goof	0.972	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0506, wR2 = 0.0906	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.1085, wR2 = 0.1160	
Restelektronendichte	1.892 und -1.620 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	CCD, Bruker SMART	

\* Die Positionen der Wasserstoffatome des Wassermoleküls wurden in der Rechnung nicht berücksichtigt.

**Tabelle B - 6** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $(\text{NBu}_4)[\text{Re}_2\text{O}_2\text{Cl}_5(\mu\text{-PPhPy}_2)(\mu\text{-O})] \cdot \frac{1}{4} \text{H}_2\text{O} \cdot \frac{1}{2} \text{THF}$ .

	x	y	z	U(eq)
Re(1)	1284(1)	742(1)	2634(1)	21(1)
O(1)	619(5)	1170(2)	2812(2)	29(1)
Cl(1)	1470(2)	463(1)	3507(1)	35(1)
Cl(2)	3674(2)	922(1)	2796(1)	31(1)
P(1)	-169(2)	299(1)	1470(1)	20(1)
N(2)	-812(6)	536(2)	2459(2)	22(1)
C(1)	-1326(7)	361(2)	1989(3)	19(1)
C(3)	-1655(7)	582(2)	2841(3)	30(2)
C(4)	-3005(8)	452(3)	2775(3)	37(2)
C(5)	-3517(7)	262(2)	2309(3)	33(2)
C(6)	-2665(7)	218(2)	1911(3)	29(2)
N(12)	1093(5)	976(2)	1827(2)	21(1)
C(11)	521(7)	781(2)	1384(3)	20(1)
C(13)	1551(8)	1334(2)	1756(3)	30(2)
C(14)	1492(8)	1510(2)	1260(3)	31(2)
C(15)	993(8)	1301(2)	806(3)	30(2)
C(16)	485(7)	936(2)	863(3)	25(2)
C(21)	-1364(7)	228(2)	853(3)	20(1)
C(22)	-1189(8)	-77(3)	519(4)	45(2)
C(23)	-2096(10)	-122(3)	36(4)	62(3)
C(24)	-3171(9)	121(3)	-104(3)	40(2)
C(25)	-3349(8)	428(2)	222(3)	35(2)
C(26)	-2443(8)	481(2)	696(3)	32(2)
Re(2)	1667(1)	-150(1)	1772(1)	21(1)
O(2)	1689(4)	283(1)	2298(2)	21(1)
O(3)	1324(5)	-436(1)	1227(2)	34(1)
Cl(3)	123(2)	-473(1)	2282(1)	41(1)
Cl(4)	3553(2)	-464(1)	2298(1)	39(1)
Cl(5)	3352(2)	224(1)	1389(1)	27(1)
Re(3)	5553(1)	2337(1)	1657(1)	19(1)
O(4)	6528(5)	2126(2)	2203(2)	28(1)
Cl(6)	5785(2)	2975(1)	1976(1)	35(1)
Cl(7)	3369(2)	2285(1)	1982(1)	27(1)

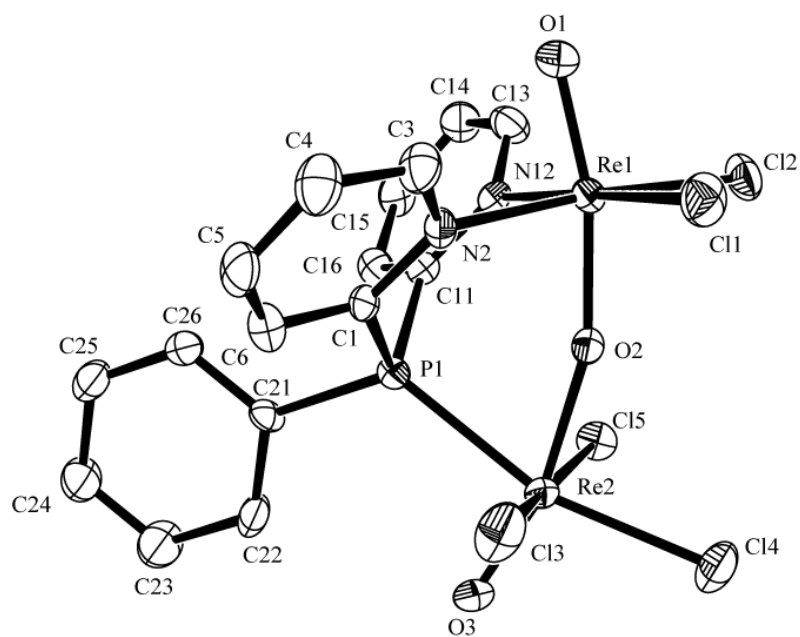
P(2)	5948(2)	2070(1)	368(1)	23(1)
N(32)	7406(6)	2388(2)	1291(3)	25(1)
C(31)	7495(7)	2265(2)	779(3)	27(2)
C(33)	8532(8)	2554(2)	1578(4)	36(2)
C(34)	9790(9)	2594(3)	1382(4)	47(2)
C(35)	9877(8)	2470(3)	867(4)	44(2)
C(36)	8747(8)	2310(2)	563(4)	36(2)
N(42)	5299(5)	1767(2)	1325(2)	19(1)
C(41)	5372(6)	1688(2)	795(3)	21(1)
C(43)	4993(7)	1476(2)	1644(3)	24(2)
C(44)	4670(7)	1114(2)	1460(3)	27(2)
C(45)	4640(8)	1041(2)	914(3)	31(2)
C(46)	4986(7)	1333(2)	576(3)	24(2)
C(51)	6594(8)	1790(2)	-156(3)	33(2)
C(52)	7583(9)	1501(2)	-32(4)	39(2)
C(53)	7971(11)	1270(3)	-439(4)	53(3)
C(54)	7373(15)	1321(3)	-979(4)	79(4)
C(55)	6388(14)	1599(3)	-1101(4)	72(4)
C(56)	6010(10)	1840(3)	-696(3)	46(2)
Re(4)	4221(1)	2565(1)	178(1)	20(1)
O(5)	4664(5)	2481(1)	967(2)	22(1)
O(6)	4206(5)	2556(2)	-496(2)	30(1)
Cl(8)	5939(2)	3061(1)	301(1)	37(1)
Cl(9)	2524(2)	3034(1)	311(1)	28(1)
Cl(10)	2429(2)	2085(1)	151(1)	30(1)
N(70)	4430(7)	1975(2)	3775(3)	39(2)
C(71)	3122(9)	1959(3)	3364(3)	38(2)
C(72)	1942(10)	2215(3)	3483(4)	46(2)
C(73)	700(10)	2170(3)	3031(4)	53(3)
C(74)	-496(10)	2429(3)	3119(4)	52(3)
C(75)	5519(9)	1735(3)	3534(4)	46(2)
C(76)	6934(9)	1710(3)	3883(4)	50(3)
C(77)	7915(9)	1439(3)	3632(4)	53(3)
C(78)	9328(10)	1431(3)	3960(4)	57(3)
C(79)	4158(8)	1805(3)	4315(3)	38(2)
C(80)	3683(11)	1392(3)	4304(4)	53(3)
C(81)	3572(11)	1254(3)	4883(4)	54(3)
C(82)	3052(15)	851(4)	4909(5)	87(4)

C(83)	4961(10)	2385(3)	3884(4)	50(3)
C(84)	5249(16)	2605(3)	3386(5)	88(5)
C(85)*	5896(15)	2991(3)	3554(5)	82(4)
C(86)*	7109(19)	3038(6)	3536(10)	36(6)
C(85A)*	5896(15)	2991(3)	3554(5)	82(4)
C(86A)*	5061(16)	3205(5)	3831(8)	56(5)
N(80)	8427(10)	865(3)	6131(4)	69(3)
C(87)	9926(10)	788(3)	6353(5)	57(3)
C(88)	10944(12)	1084(3)	6214(5)	72(3)
C(89)	12374(13)	983(4)	6432(6)	85(4)
C(90)	12663(15)	987(5)	6988(6)	108(5)
C(91)	7587(10)	536(3)	6326(5)	69(4)
C(92)	6004(12)	574(4)	6218(8)	123(7)
C(93)	5315(12)	170(4)	6324(6)	81(4)
C(94)	5313(15)	-39(5)	5839(7)	123(6)
C(95)	7947(13)	1245(3)	6330(7)	91(5)
C(96)	8047(11)	1289(3)	6928(7)	80(5)
C(97)	7309(12)	1645(4)	7116(10)	150(10)
C(98)	6440(40)	1634(6)	7374(11)	380(30)
C(99)	8188(17)	891(4)	5523(6)	107(6)
C(100)	8660(17)	547(5)	5224(5)	101(5)
C(101)	8060(20)	546(5)	4627(7)	153(10)
C(102)	8477(19)	214(6)	4354(7)	139(8)
O(7)	4065(9)	900(2)	9443(3)	92(3)
C(103)	4338(13)	674(3)	8997(4)	70(4)
C(10B)**	3437(18)	824(4)	8495(6)	101(6)
C(105)**	2870(30)	1123(9)	8582(9)	95(11)
C(106)**	2980(20)	1152(6)	9192(10)	55(7)
C(10A)**	3437(18)	824(4)	8495(6)	101(6)
C(107)**	2530(30)	1006(6)	9365(12)	62(8)
C(108)**	1970(20)	917(6)	8821(8)	55(6)
O(8)***	8340(20)	1461(6)	1968(8)	108(7)

\* Die C(85) und C(86) Atome des Tetrabutylammoniums befinden sich zu 61.1 % auf fehlgeordneten Positionen, die C(85A) und C(86A) Atome zu 38.9 %.

\*\* Diese Kohlenstoffatome des Tetrahydrofurans befinden sich zu 50 % auf fehlgeordneten Positionen.

\*\*\*Das Sauerstoffatom des Wassers ist nur zu 50 % besetzt.



**Abbildung B - 3** Ellipsoiddarstellung des  $[\text{Re}_2\text{O}_2\text{Cl}_5(\mu\text{-PPhPy}_2)(\mu\text{-O})]^-$ -Anions. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 7** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von  $[\text{ReCl}_3(\text{PPh}_3)(\text{OPPhPy}_2\text{-O}_3\text{N})] \cdot \text{THF}$ .

Summenformel	$\text{C}_{38} \text{H}_{36} \text{Cl}_3 \text{N}_2 \text{O}_2 \text{P}_2 \text{Re}$	
M (g/mol)	907.18	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoK $\alpha$	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	$\text{P}\bar{1}$	
Elementarzelle	$a = 11.376(1) \text{ \AA}$	$\alpha = 70.76(1)^\circ$ .
	$b = 12.045(1) \text{ \AA}$	$\beta = 78.23(1)^\circ$ .
	$c = 14.946(1) \text{ \AA}$	$\gamma = 74.08(1)^\circ$ .
Volumen	1844.9(2) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	1.633 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	3.634 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	900	
Kristallbeschreibung	braune Platte	
Kristallgröße	0.360 x 0.167 x 0.060 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	1.88 - 29.20°	
Indizes	-15 ≤ h ≤ 15, -15 ≤ k ≤ 16, -19 ≤ l ≤ 20	
Zahl der gemessenen Reflexe	35594	
Zahl der unabhängigen Reflexe	9905 [R(int) = 0.0618]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
$T_{max}, T_{min}$	0.8073, 0.4942	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-86	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	443	
Goof	1.050	
$R_1 / wR_2 [I > 2\sigma(I)]$	R1 = 0.0336, wR2 = 0.0765	
$R_1 / wR_2$ (alle Reflexe)	R1 = 0.0438, wR2 = 0.0891	
Restelektronendichte	1.542 und -2.198 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 8** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{ReCl}_3(\text{PPh}_3)(\text{OPPhPy}_2\text{-O,N})] \cdot \text{THF}$ .

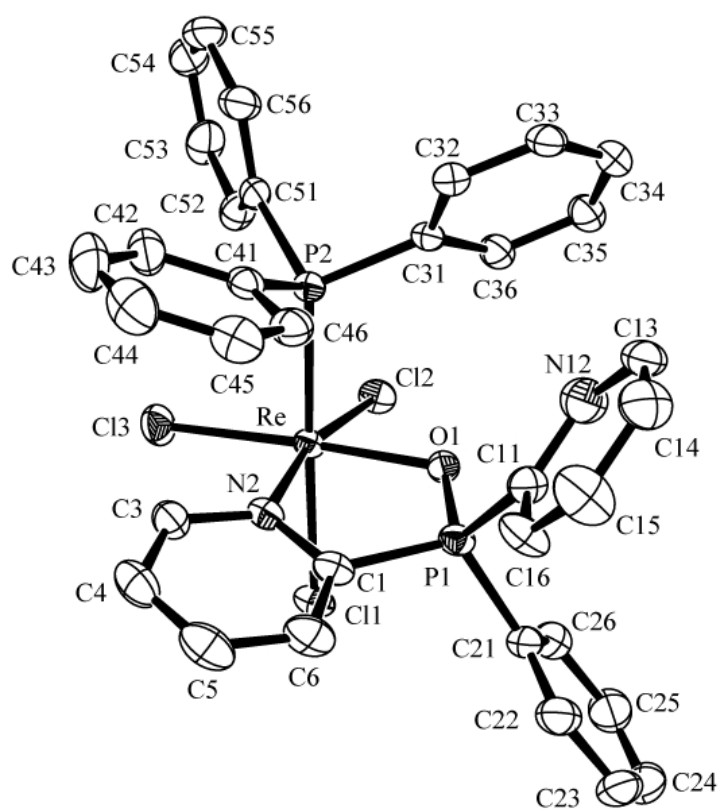
	x	y	z	U(eq)
Re	144(1)	1038(1)	2502(1)	19(1)
Cl(1)	1089(1)	-1032(1)	2473(1)	29(1)
Cl(2)	1208(1)	704(1)	3811(1)	27(1)
Cl(3)	1663(1)	1786(1)	1318(1)	34(1)
P(1)	-2108(1)	-150(1)	3104(1)	23(1)
O(1)	-1285(2)	369(3)	3460(2)	22(1)
N(2)	-901(3)	967(3)	1500(2)	23(1)
C(1)	-1749(3)	274(4)	1816(3)	26(1)
C(3)	-681(4)	1458(4)	543(3)	29(1)
C(4)	-1229(4)	1231(5)	-106(3)	38(1)
C(5)	-2047(4)	473(5)	226(4)	42(1)
C(6)	-2333(4)	12(5)	1204(3)	36(1)
N(12)	-4030(4)	1117(4)	4090(3)	43(1)
C(11)	-3707(3)	546(4)	3385(3)	27(1)
C(13)	-5286(4)	1612(5)	4294(4)	37(1)
C(14)	-6114(4)	1500(5)	3802(4)	42(1)
C(15)	-5700(4)	894(6)	3116(4)	50(1)
C(16)	-4506(4)	424(5)	2896(3)	34(1)
C(21)	-1959(4)	-1731(4)	3667(3)	28(1)
C(22)	-2755(4)	-2341(5)	3531(4)	39(1)
C(23)	-2672(5)	-3547(5)	4064(5)	53(2)
C(24)	-1850(6)	-4121(5)	4720(4)	53(2)
C(25)	-1066(5)	-3505(5)	4846(4)	47(1)
C(26)	-1120(4)	-2303(4)	4326(3)	35(1)
P(2)	-941(1)	3042(1)	2526(1)	22(1)
C(31)	-2073(3)	3134(4)	3580(3)	23(1)
C(32)	-3239(4)	3914(4)	3520(3)	27(1)
C(33)	-4056(4)	3953(4)	4342(3)	30(1)
C(34)	-3717(4)	3241(4)	5229(3)	32(1)
C(35)	-2549(4)	2478(4)	5303(3)	32(1)
C(36)	-1740(4)	2416(4)	4481(3)	27(1)
C(41)	-1861(4)	3741(4)	1527(3)	26(1)
C(42)	-1454(4)	4546(5)	686(3)	36(1)



C(43)	-2086(5)	4929(6)	-107(3)	47(1)
C(44)	-3113(5)	4516(6)	-72(4)	46(1)
C(45)	-3527(4)	3715(5)	758(3)	38(1)
C(46)	-2902(4)	3324(4)	1552(3)	31(1)
C(51)	-74(4)	4151(4)	2458(3)	28(1)
C(52)	1158(4)	3766(5)	2629(3)	33(1)
C(53)	1796(5)	4598(5)	2641(3)	40(1)
C(54)	1222(5)	5798(5)	2489(4)	45(1)
C(55)	-10(5)	6198(5)	2320(4)	48(1)
C(56)	-641(5)	5355(5)	2322(4)	39(1)
O(2) <sup>*</sup>	4477(8)	8498(13)	1847(12)	145(7)
O(3) <sup>*</sup>	5620(30)	7180(30)	2112(19)	120(12)
C(61)	5669(10)	8390(16)	1508(11)	140(6)
C(62)	5946(18)	7760(20)	856(14)	235(13)
C(63)	5143(14)	7180(20)	930(16)	213(11)
C(64)	4247(14)	7333(16)	1753(15)	179(8)

---

\* Diese Sauerstoffatome des Tetrahydrofurans befinden sich zu 68.9 % bzw. 31.1 % auf fehlgeordneten Positionen.



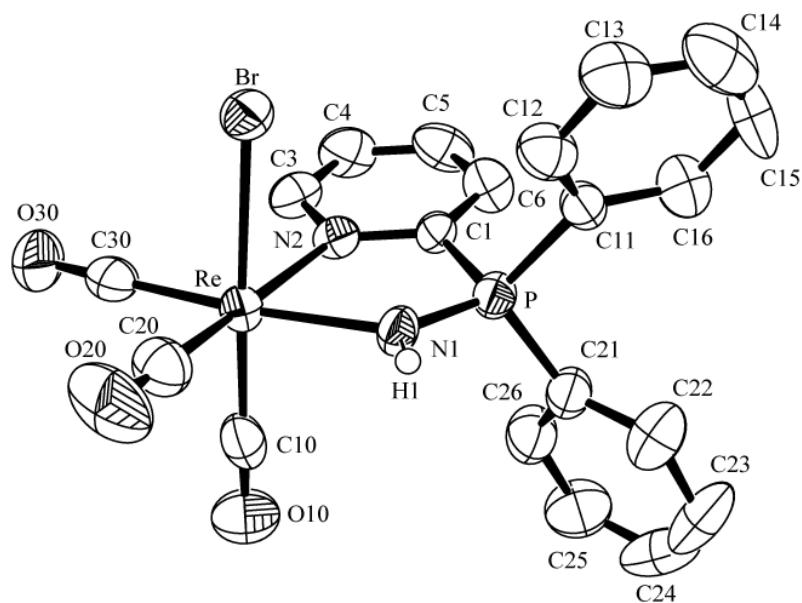
**Abbildung B - 4** Ellipsoiddarstellung von [ReCl<sub>3</sub>(PPh<sub>3</sub>)(OPPhPy<sub>2</sub>-O,N)]. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 9** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [ReBr(CO)<sub>3</sub>(PyPh<sub>2</sub>PNH-N,N')].

Summenformel	C <sub>20</sub> H <sub>15</sub> Br N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> P Re	
M (g/mol)	628.42	
Messtemperatur	293(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Orthorhombisch	
Raumgruppe	Pbcn	
Elementarzelle	a = 17.874(2) Å	α = 90°.
	b = 11.212(1) Å	β = 90°.
	c = 21.152(1) Å	γ = 90°.
Volumen	4238.9(7) Å <sup>3</sup>	
Z	8	
Berechnete Dichte	1.969 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	7.716 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	2384	
Kristallbeschreibung	gelber Block	
Kristallgröße	0.50 x 0.16 x 0.16 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	3.07 - 27.99°	
Indizes	-1 ≤ h ≤ 23, -1 ≤ k ≤ 14, -27 ≤ l ≤ 1	
Zahl der gemessenen Reflexe	6223	
Zahl der unabhängigen Reflexe	5087 [R(int) = 0.0332]	
Absorptionskorrektur	semiempirisch (ψ-scan)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.9764, 0.7196	
Messmethode	ω-scans	
Zersetzung	0 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	253	
Goof	0.939	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0477, wR2 = 0.1016	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.1167, wR2 = 0.1250	
Restelektronendichte	1.858 und -2.268 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	CAD4, Enraf-Nonius	

**Tabelle B - 10** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{ReBr}(\text{CO})_3(\text{PyPh}_2\text{PNH-N,N}')]$ .

	x	y	z	U(eq)
Re	1498(1)	5402(1)	3111(1)	37(1)
Br	1904(1)	4053(1)	4068(1)	47(1)
C(10)	1151(5)	6420(9)	2439(5)	50(2)
O(10)	980(5)	7026(7)	2054(4)	78(2)
C(20)	2447(6)	5249(9)	2695(5)	56(3)
O(20)	3007(4)	5142(9)	2450(4)	96(3)
C(30)	1194(5)	4007(9)	2660(4)	48(2)
O(30)	994(4)	3173(6)	2398(3)	70(2)
N(1)	1798(4)	6913(5)	3691(3)	37(2)
P	1237(1)	7472(2)	4180(1)	38(1)
N(2)	483(4)	5610(6)	3705(3)	38(2)
C(1)	451(4)	6465(7)	4154(4)	34(2)
C(3)	-92(5)	4843(8)	3665(5)	46(2)
C(4)	-704(5)	4920(9)	4045(5)	58(3)
C(5)	-743(5)	5788(10)	4498(5)	59(3)
C(6)	-157(5)	6547(9)	4553(4)	52(2)
C(11)	1604(5)	7530(8)	4973(4)	40(2)
C(12)	2214(5)	6827(9)	5102(5)	54(2)
C(13)	2536(6)	6832(10)	5698(5)	67(3)
C(14)	2254(6)	7557(12)	6153(5)	77(4)
C(15)	1643(7)	8257(13)	6037(5)	82(4)
C(16)	1310(5)	8245(10)	5446(5)	59(3)
C(21)	851(5)	8904(8)	3993(4)	47(2)
C(22)	1170(6)	9958(9)	4189(6)	62(3)
C(23)	893(6)	11042(9)	3964(7)	82(4)
C(24)	327(7)	11077(11)	3561(7)	84(4)
C(25)	1(7)	10033(11)	3372(6)	78(3)
C(26)	263(6)	8965(10)	3566(5)	63(3)



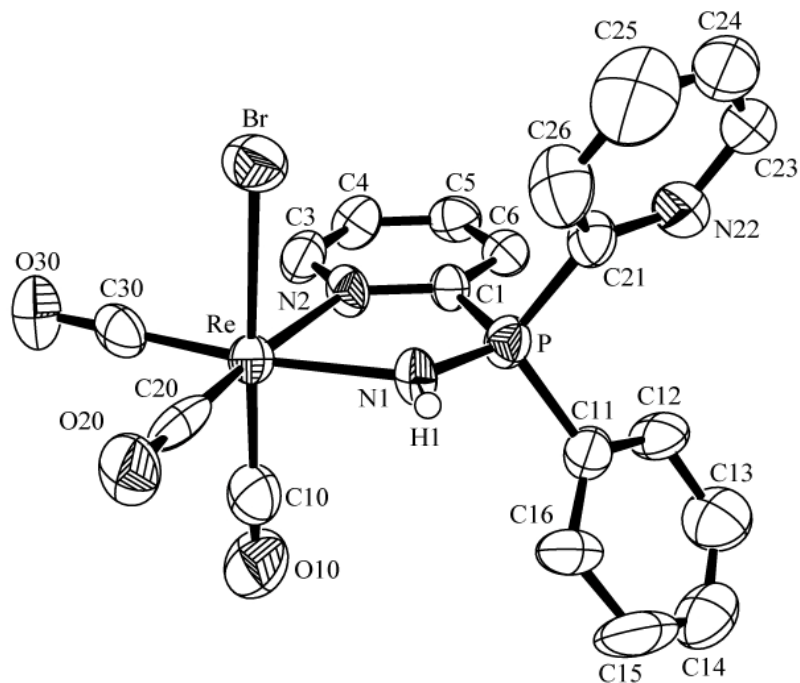
**Abbildung B - 5** Ellipsoiddarstellung von  $[\text{ReBr}(\text{CO})_3(\text{PyPh}_2\text{PNH-N,N}')]$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 11** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [ReBr(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>2</sub>PhPNH-N,N')].

Summenformel	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> Br N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> P Re	
M (g/mol)	629.42	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	Pī	
Elementarzelle	a = 9.772(2) Å	α = 74.17(2)°.
	b = 10.427(3) Å	β = 69.73(2)°.
	c = 10.937(2) Å	γ = 86.35(2)°.
Volumen	1005.1(4) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	2.080 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	8.137 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	596	
Kristallbeschreibung	farblose Nadel	
Kristallgröße	0.12 x 0.07 x 0.04 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.87 - 26.89°	
Indizes	-12 ≤ h ≤ 10, -13 ≤ k ≤ 13, -13 ≤ l ≤ 13	
Zahl der gemessenen Reflexe	7572	
Zahl der unabhängigen Reflexe	4151 [R(int) = 0.0841]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.6767, 0.4756	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	253	
Goof	0.795	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0527, wR2 = 0.1190	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.0848, wR2 = 0.1331	
Restelektronendichte	1.332 und -2.838 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 12** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{ReBr}(\text{CO})_3(\text{Py}_2\text{PhPNH-N,N}')]$ .

	x	y	z	U(eq)
Re	2229(1)	2884(1)	3197(1)	41(1)
Br	2852(2)	1880(1)	1132(1)	60(1)
C(10)	1693(15)	3678(15)	4698(16)	60(3)
O(10)	1406(11)	4064(12)	5498(12)	84(3)
C(20)	3173(14)	1550(13)	4086(12)	57(3)
O(20)	3777(10)	687(10)	4682(9)	68(3)
C(30)	3951(13)	3920(12)	2373(12)	48(3)
O(30)	5085(9)	4540(9)	1851(10)	64(2)
P	-1095(3)	2309(3)	3597(3)	42(1)
N(1)	185(8)	1712(8)	3960(9)	35(2)
C(1)	-514(10)	3978(10)	2456(10)	37(2)
N(2)	865(9)	4318(9)	2220(9)	41(2)
C(3)	1398(12)	5534(12)	1411(12)	50(3)
C(4)	565(12)	6459(11)	831(12)	47(3)
C(5)	-835(12)	6085(11)	1076(11)	47(3)
C(6)	-1414(12)	4839(10)	1923(11)	40(2)
C(11)	-2575(12)	2475(12)	5077(12)	49(3)
C(12)	-3732(13)	3129(13)	4910(12)	55(3)
C(13)	-4862(17)	3247(16)	6065(16)	77(4)
C(14)	-4808(17)	2726(15)	7315(17)	74(4)
C(15)	-3650(20)	2062(18)	7447(14)	91(5)
C(16)	-2437(16)	1918(17)	6322(13)	76(4)
C(21)	-1725(11)	1391(11)	2728(12)	43(3)
N(22)	-2970(12)	1765(12)	2448(11)	65(3)
C(23)	-3446(15)	1067(17)	1750(14)	74(4)
C(24)	-2660(20)	45(19)	1323(17)	91(6)
C(25)	-1450(20)	-332(18)	1600(20)	116(8)
C(26)	-908(15)	358(14)	2315(17)	75(4)



**Abbildung B - 6** Ellipsoiddarstellung von [ReBr(CO)<sub>3</sub>(Py<sub>2</sub>PhPNH-N,N')]. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]



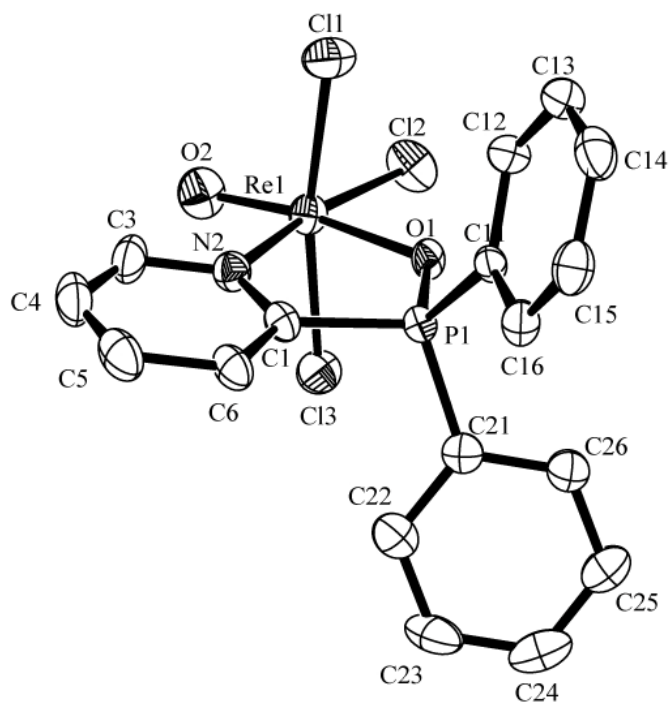
**Tabelle B - 13** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von [ReOCl<sub>3</sub>(OPPh<sub>2</sub>Py-O,N)].

Summenformel	C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> Cl <sub>3</sub> N O <sub>2</sub> P Re	
M (g/mol)	587.84	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoKα	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /c	
Elementarzelle	a = 13.652(1) Å	α = 90°.
	b = 15.955(1) Å	β = 94.99(1)°.
	c = 17.385(1) Å	γ = 90°.
Volumen	3772.4(4) Å <sup>3</sup>	
Z	8	
Berechnete Dichte	2.070 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	6.963 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	2239	
Kristallbeschreibung	grüne Nadel	
Kristallgröße	0.56 x 0.24 x 0.08 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.68 - 29.34°	
Indizes	-17 ≤ h ≤ 18, -21 ≤ k ≤ 20, -23 ≤ l ≤ 23	
Zahl der gemessenen Reflexe	24031	
Zahl der unabhängigen Reflexe	10021 [R(int) = 0.0642]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.6008, 0.2024	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	451	
Goof	0.935	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0452, wR2 = 0.0888	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.0874, wR2 = 0.0994	
Restelektronendichte	1.651 and -2.158 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 14** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{ReOCl}_3(\text{OPPh}_2\text{Py-O}_3\text{N})]$ .

	x	y	z	U(eq)
Re(1)	4855(1)	8122(1)	8373(1)	29(1)
Cl(1)	4646(2)	7844(1)	9689(1)	44(1)
Cl(2)	6054(2)	9090(1)	8778(1)	47(1)
Cl(3)	5349(1)	8185(1)	7095(1)	40(1)
O(2)	3850(4)	8714(4)	8177(3)	46(1)
O(1)	5913(3)	7166(3)	8492(2)	26(1)
P(1)	5724(1)	6279(1)	8198(1)	22(1)
N(2)	3987(4)	7016(4)	8039(3)	28(1)
C(1)	4409(5)	6273(4)	7953(3)	25(1)
C(3)	2995(5)	7067(5)	7921(4)	38(2)
C(4)	2446(5)	6370(6)	7699(4)	40(2)
C(5)	2864(5)	5612(6)	7598(4)	40(2)
C(6)	3889(5)	5554(5)	7722(4)	30(1)
C(11)	6026(4)	5541(4)	8958(3)	21(1)
C(12)	6035(5)	5820(5)	9720(4)	30(1)
C(13)	6215(5)	5259(5)	10315(4)	30(1)
C(14)	6346(5)	4425(5)	10154(4)	35(2)
C(15)	6304(5)	4138(4)	9406(4)	31(2)
C(16)	6160(5)	4703(4)	8799(4)	28(1)
C(21)	6337(5)	5957(4)	7384(4)	26(1)
C(22)	5856(6)	5866(5)	6647(4)	40(2)
C(23)	6362(6)	5552(6)	6057(4)	46(2)
C(24)	7360(7)	5337(6)	6196(5)	52(2)
C(25)	7831(6)	5455(6)	6917(5)	45(2)
C(26)	7332(5)	5759(5)	7509(4)	37(2)
Re(2)	521(1)	1859(1)	2265(1)	29(1)
Cl(6)	261(1)	3306(1)	2059(1)	36(1)
Cl(5)	-605(2)	1550(1)	1224(1)	40(1)
Cl(4)	562(1)	435(1)	2623(1)	38(1)
O(4)	1678(4)	1812(3)	1764(4)	47(1)
O(3)	-654(3)	1953(3)	2966(2)	27(1)
P(2)	-527(1)	2145(1)	3824(1)	24(1)
N(32)	1291(4)	2157(4)	3378(3)	26(1)

C(31)	796(5)	2269(4)	4011(4)	26(1)
C(33)	2268(5)	2224(5)	3461(4)	35(2)
C(34)	2779(5)	2448(5)	4163(5)	40(2)
C(35)	2272(5)	2560(5)	4798(5)	41(2)
C(36)	1258(5)	2480(5)	4724(4)	34(2)
C(41)	-1083(5)	3098(4)	4087(3)	26(1)
C(42)	-589(6)	3848(5)	4004(4)	35(2)
C(43)	-1034(7)	4607(5)	4155(4)	42(2)
C(44)	-1969(7)	4610(5)	4374(4)	44(2)
C(45)	-2478(6)	3860(6)	4461(5)	46(2)
C(46)	-2022(5)	3107(5)	4323(4)	36(2)
C(51)	-920(5)	1304(4)	4378(4)	27(1)
C(52)	-971(5)	1377(5)	5171(4)	30(1)
C(53)	-1171(5)	679(4)	5598(4)	30(1)
C(54)	-1330(5)	-81(5)	5256(4)	32(2)
C(55)	-1290(5)	-173(4)	4466(4)	32(2)
C(56)	-1095(5)	515(4)	4025(4)	29(1)



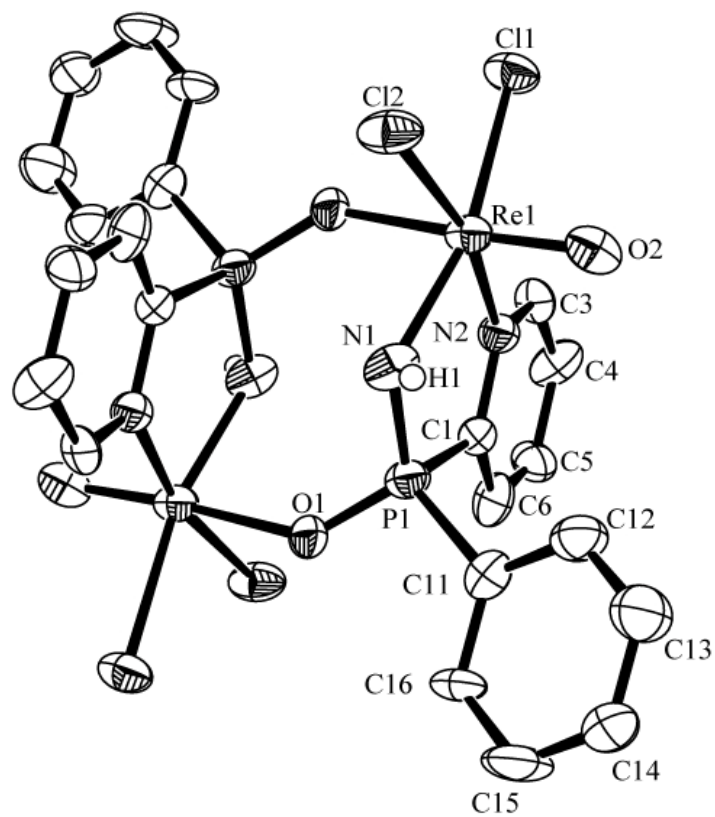
**Abbildung B - 7** Ellipsoiddarstellung von  $[\text{ReOCl}_3(\text{OPPh}_2\text{Py-O,N})]$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 15** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von  $[\{\text{ReOCl}_2(\mu\text{-O,NN}^\prime\text{-OPPhPyNH})\}_2] \cdot 2 \text{ Aceton}$ .

Summenformel	$\text{C}_{28} \text{H}_{32} \text{Cl}_4 \text{N}_4 \text{O}_6 \text{P}_2 \text{Re}_2$	
M (g/mol)	1096.72	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoK $\alpha$	
Kristallsystem	Monoklin	
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /n	
Elementarzelle	a = 11.408(1) Å	$\alpha = 90^\circ$ .
	b = 9.686(1) Å	$\beta = 99.53(1)^\circ$ .
	c = 16.398(2) Å	$\gamma = 90^\circ$ .
Volumen	1786.9(3) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	2.038 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	7.202 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	1048	
Kristallbeschreibung	blaue Platte	
Kristallgröße	0.2 x 0.2 x 0.05 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	2.77 - 26.86°	
Indizes	-14 ≤ h ≤ 10, -12 ≤ k ≤ 12, -20 ≤ l ≤ 20	
Zahl der gemessenen Reflexe	9432	
Zahl der unabhängigen Reflexe	3762 [R(int) = 0.1027]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.8189, 0.7643	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	208	
Goof	1.058	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0620, wR2 = 0.1149	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.1139, wR2 = 0.1313	
Restelektronendichte	1.223 and -2.339 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 16** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\{\text{ReOCl}_2(\mu\text{-O,NN}^\prime\text{-OPhPyNH})\}_2] \cdot 2 \text{ Aceton}$ .

	x	y	z	U(eq)
Re(1)	4575(1)	8764(1)	1385(1)	30(1)
Cl(1)	5513(3)	6678(3)	1990(2)	41(1)
Cl(2)	5628(4)	10064(3)	2472(2)	43(1)
O(2)	3352(9)	8467(9)	1750(5)	41(2)
P(1)	3388(3)	10564(3)	-135(2)	30(1)
O(1)	3876(7)	11291(9)	-829(5)	32(2)
N(1)	4209(10)	10544(11)	761(6)	34(2)
N(2)	3837(10)	7852(10)	217(6)	31(2)
C(1)	3264(10)	8738(14)	-369(7)	33(3)
C(3)	3892(12)	6529(10)	40(8)	31(3)
C(4)	3343(13)	5972(14)	-702(9)	42(4)
C(5)	2783(13)	6876(14)	-1299(8)	40(3)
C(6)	2754(13)	8279(13)	-1128(9)	40(3)
C(11)	1957(11)	11313(15)	-85(8)	35(3)
C(12)	1413(13)	11050(14)	594(9)	44(3)
C(13)	375(16)	11716(17)	677(10)	58(5)
C(14)	-131(14)	12628(16)	81(10)	51(4)
C(15)	391(16)	12905(16)	-603(10)	56(4)
C(16)	1440(13)	12240(13)	-679(8)	41(3)
O(3)	6174(11)	6500(9)	9033(7)	54(3)
C(21)	5883(17)	6474(17)	7572(10)	63(5)
C(22)	6484(16)	6064(16)	8418(11)	53(4)
C(23)	7558(15)	5096(17)	8457(12)	64(5)



**Abbildung B - 8** Ellipsoiddarstellung von  $[\{\text{ReOCl}_2(\mu\text{-O}, \text{NN}'\text{-OPPhPyNH})\}_2]$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

**Tabelle B - 17** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung  
 $[\{\text{Re}(\text{CO})_3(\mu\text{-O}, \text{NN}^\prime\text{-OPPhPyNH})\}_2] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ .

Summenformel	$\text{C}_{28} \text{H}_{20} \text{N}_4 \text{O}_{10} \text{P}_2 \text{Re}_2$ *	
M (g/mol)	1006.82	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoK $\alpha$	
Kristallsystem	Triklin	
Raumgruppe	P $\bar{1}$	
Elementarzelle	a = 11.418(1) Å	$\alpha = 76.46(1)^\circ$ .
	b = 12.426(1) Å	$\beta = 77.69(1)^\circ$ .
	c = 13.167(1) Å	$\gamma = 69.36(1)^\circ$ .
Volumen	1682.1(2) Å <sup>3</sup>	
Z	2	
Berechnete Dichte	1.988 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	7.343 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	952	
Kristallbeschreibung	farblose Nadel	
Kristallgröße	0.48 x 0.16 x 0.14 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	1.78 - 29.32°	
Indizes	-15 ≤ h ≤ 15, -15 ≤ k ≤ 17, -18 ≤ l ≤ 18	
Zahl der gemessenen Reflexe	31369	
Zahl der unabhängigen Reflexe	9075 [R(int) = 0.0953]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.8974, 0.6441	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	414	
Goof	1.104	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0471, wR2 = 0.1111	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.0672, wR2 = 0.1289	
Restelektronendichte	3.313 und -3.303 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

\* Die Positionen der Wasserstoffatome der Wassermoleküle wurden in der Rechnung nicht berücksichtigt.

**Tabelle B - 18** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\{\text{Re}(\text{CO})_3(\mu\text{-O}, \text{NN}'\text{-OPhPyNH})_2\}] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ .

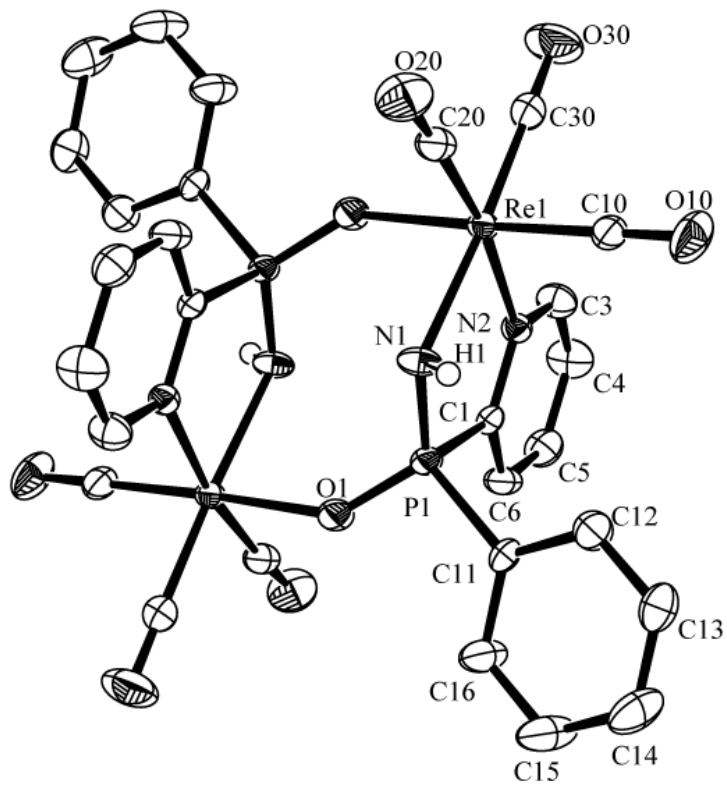
	x	y	z	U(eq)
Re(1)	1293(1)	1169(1)	683(1)	18(1)
C(10)	1590(9)	1230(8)	2012(6)	28(2)
O(10)	1790(8)	1258(7)	2839(5)	44(2)
C(20)	371(8)	2804(8)	537(6)	26(2)
O(20)	-238(7)	3769(6)	476(6)	45(2)
C(30)	2820(8)	1526(9)	107(7)	31(2)
O(30)	3728(7)	1759(8)	-243(7)	54(2)
P(1)	-383(2)	-627(2)	1443(1)	19(1)
O(1)	-1132(5)	-1026(6)	881(4)	25(1)
N(1)	-408(6)	685(6)	1197(5)	24(1)
N(2)	2084(5)	-748(6)	833(5)	19(1)
C(1)	1304(7)	-1403(7)	1143(5)	18(1)
C(3)	3327(8)	-1318(8)	566(7)	29(2)
C(4)	3813(8)	-2505(8)	598(8)	35(2)
C(5)	3003(8)	-3166(8)	914(7)	31(2)
C(6)	1722(8)	-2601(8)	1193(6)	26(2)
C(11)	-835(7)	-1125(7)	2825(5)	22(1)
C(12)	-524(8)	-729(9)	3605(6)	31(2)
C(13)	-825(9)	-1161(9)	4651(6)	36(2)
C(14)	-1427(11)	-2013(10)	4944(7)	45(2)
C(15)	-1751(11)	-2397(10)	4181(8)	45(3)
C(16)	-1439(10)	-1972(9)	3117(7)	35(2)
Re(3)	3466(1)	5132(1)	6932(1)	23(1)
C(70)	3839(8)	5285(9)	8213(7)	33(2)
O(70)	4057(8)	5365(9)	9006(6)	55(2)
C(80)	2121(8)	6595(9)	6964(8)	35(2)
O(80)	1354(8)	7473(8)	6944(8)	61(2)
C(90)	2322(8)	4338(8)	7793(7)	29(2)
O(90)	1648(6)	3883(7)	8321(5)	40(2)
P(4)	3721(2)	4920(2)	4351(2)	22(1)
O(3)	3047(5)	4866(6)	5479(4)	28(1)



N(61)	5148(6)	4146(6)	4107(5)	24(1)
N(62)	4925(6)	6472(6)	3255(5)	23(1)
C(61)	3809(7)	6388(7)	3810(6)	24(2)
C(63)	5023(9)	7556(8)	2881(7)	34(2)
C(64)	4028(10)	8546(9)	3063(9)	45(2)
C(65)	2897(10)	8463(9)	3623(10)	47(3)
C(66)	2794(8)	7370(8)	4002(7)	33(2)
C(71)	2713(8)	4700(8)	3596(7)	28(2)
C(72)	3223(9)	4102(9)	2750(7)	32(2)
C(73)	2442(11)	3939(11)	2168(8)	44(2)
C(74)	1142(10)	4381(10)	2415(9)	42(2)
C(75)	649(9)	4950(10)	3256(9)	43(2)
C(76)	1392(9)	5100(9)	3855(8)	37(2)
O(98)	6038(9)	1264(9)	2196(5)	93(5)
O(99)*	4691(10)	1356(10)	4272(8)	23(2)
O(100)*	5932(13)	1112(13)	4276(11)	41(3)

---

\* Diese Atome des Wassermoleküls befinden sich zu 50 % auf fehlgeordneten Positionen. Aufgrund dieser Fehlordnung ist eine anisotrope Verfeinerung der Sauerstoffatome nicht möglich.



**Abbildung B - 9** Ellipsoiddarstellung von  $[\{\text{Re}(\text{CO})_3(\mu\text{-O}, \text{NN}'\text{-OPhPyNH})_2\}]_2$ . Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

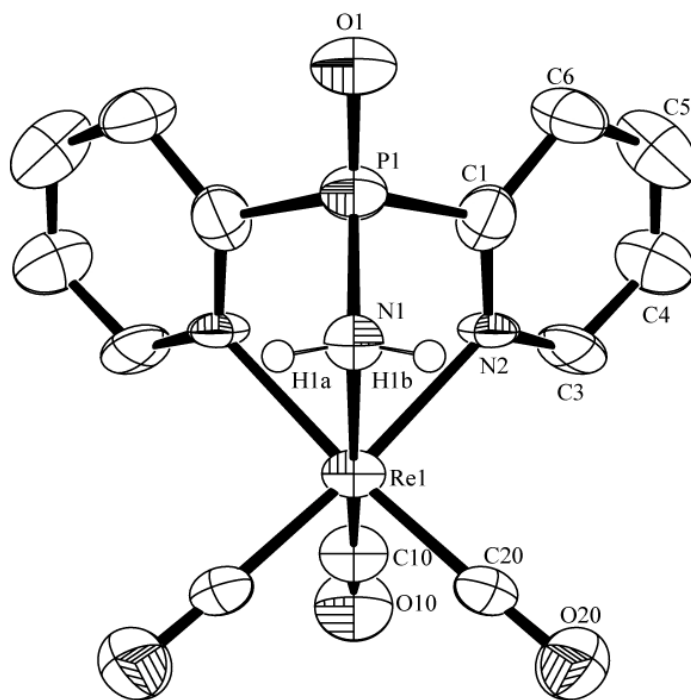
**Tabelle B - 19** Kristallographische Daten und Parameter der Strukturrechnung von  $[\text{Re}(\text{CO})_3\{\text{Py}_2\text{P}(\text{O})\text{NH}_2\text{-N,N',N''}\}]\text{Br} \cdot \text{NEt}_4\text{Br}$ .

Summenformel	$\text{C}_{21} \text{H}_{30} \text{Br}_2 \text{N}_4 \text{O}_4 \text{P Re}$	
M (g/mol)	780.49	
Messtemperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Strahlung	MoK $\alpha$	
Kristallsystem	Orthorhombisch	
Raumgruppe	Pnma	
Elementarzelle	a = 14.118(2) Å	$\alpha = 90^\circ$ .
	b = 13.019(1) Å	$\beta = 90^\circ$ .
	c = 15.045(1) Å	$\gamma = 90^\circ$ .
Volumen	2765.3(5) Å <sup>3</sup>	
Z	4	
Berechnete Dichte	1.872 g/cm <sup>3</sup>	
Linearer Absorptionskoeffizient	7.374 mm <sup>-1</sup>	
F(000)	1504	
Kristallbeschreibung	farblose Nadel	
Kristallgröße	0.4 x 0.15 x 0.14 mm <sup>3</sup>	
Theta-Bereich	1.98 - 25.00°	
Indizes	-16 ≤ h ≤ 16, -14 ≤ k ≤ 15, -17 ≤ l ≤ 15	
Zahl der gemessenen Reflexe	9869	
Zahl der unabhängigen Reflexe	2501 [R(int) = 0.1777]	
Absorptionskorrektur	numerisch (Integration)	
T <sub>max</sub> , T <sub>min</sub>	0.4362, 0.1558	
Messmethode	Rotationsmethode	
Zersetzung	0.1 %	
Programm zur Strukturlösung	SHELXS-97	
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate	
Zahl der verfeinerten Parameter	167	
Goof	1.120	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0898, wR2 = 0.1752	
R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (alle Reflexe)	R1 = 0.1335, wR2 = 0.1950	
Restelektronendichte	2.071 und -1.722 e.Å <sup>-3</sup>	
Diffraktometer	IPDS, STOE	

**Tabelle B - 20** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) von  $[\text{Re}(\text{CO})_3\{\text{Py}_2\text{P}(\text{O})\text{NH}_2\text{-N,N}',\text{N}''\}]\text{Br} \cdot \text{NEt}_4\text{Br}$ .

	x	y	z	U(eq)
Re(1)	2263(1)	2500	3601(1)	40(1)
C(10)	1842(18)	2500	2458(16)	42(6)
O(10)	1529(16)	2500	1688(13)	69(6)
C(20)	1352(12)	1454(14)	3814(13)	45(5)
O(20)	809(10)	791(11)	3922(11)	68(4)
N(1)	2934(14)	2500	4960(16)	47(5)
P(1)	4079(4)	2500	4778(5)	40(2)
O(1)	4759(12)	2500	5519(14)	57(5)
N(2)	3411(8)	1383(11)	3439(8)	34(3)
C(1)	4129(13)	1429(15)	4000(13)	47(5)
C(3)	3405(12)	641(15)	2835(13)	51(5)
C(4)	4136(15)	-100(20)	2770(16)	71(7)
C(5)	4875(17)	-50(20)	3380(13)	69(7)
C(6)	4921(13)	737(18)	4037(14)	56(5)
Br	2413(1)	9725(2)	834(1)	58(1)
N(4)*	3704(14)	2500	9136(13)	37(5)
C(41)*	3570(30)	1830(30)	8380(20)	57(11)
C(42)*	3560(30)	2500	7470(20)	101(14)
C(43)*	2910(30)	3320(40)	9190(30)	68(12)
C(44)*	1870(20)	2880(20)	9330(20)	34(7)
C(45)*	3780(30)	1900(30)	9960(20)	48(9)
C(46)*	3840(30)	2500	10820(20)	86(12)
C(47)*	4580(30)	3260(40)	9050(40)	72(13)
C(48)*	5540(20)	2500	8890(30)	150(20)

\* Diese Atome des Tetraethylammonium-Kations befinden sich zu 50 % auf fehlgeordneten Positionen. Aufgrund dieser Fehlordnung ist eine anisotrope Verfeinerung der Atome C41, C43, C44 und C45 nicht möglich.



**Abbildung B - 10** Ellipsoiddarstellung des  $[\text{Re}(\text{CO})_3\{\text{Py}_2\text{P}(\text{O})\text{NH}_2\text{-N,N',N''}\}]^+$ -Kations. Die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50 % der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. [49]

