

<b>I</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>II</b>	<b>Theoretischer Teil</b>	<b>3</b>
	<b>1 Fluoroxorhenium(VII) – Verbindungen</b>	<b>3</b>
1.1	<i>Fluortrioxorhenium</i>	4
1.1.1	Synthese und Eigenschaften von Fluortrioxorhenium	4
1.1.2	Kristallstruktur von Fluortrioxorhenium	7
1.1.3	Spektroskopische Eigenschaften von Fluortrioxorhenium	9
1.1.4	Eigenschaften und Kristallstrukturen von solvatisiertem $\text{ReO}_3\text{F}$	11
1.2	<i>Trifluordioxorhenium</i>	13
1.2.1	Synthese und Eigenschaften von Trifluordioxorhenium	13
1.2.2	Polymorphismus von Trifluordioxorhenium	14
1.2.2.1	Polymere, kettenartige Modifikationen von $\text{ReO}_2\text{F}_3$	14
1.2.2.2	Zyklische Modifikationen von $\text{ReO}_2\text{F}_3$	17
1.2.3	Spektroskopische Eigenschaften von Trifluordioxorhenium	19
1.3	<i>Pentafluoroxorhenium</i>	20
1.3.1	Synthese und Eigenschaften von Pentafluoroxorhenium	20
1.3.2	Kristallstruktur von Pentafluoroxorhenium	21
1.4	<i>Schlussfolgerung</i>	23
	<b>2 Fluoroxotechnetium(VII) – Verbindungen</b>	<b>24</b>
2.1	<i>Technetium im Überblick</i>	24
2.2	<i>Synthesekonzepte von Fluortrioxotechnetium</i>	25
2.3	<i>Komplexe <math>\text{A}^+\text{Tc}_3\text{O}_9\text{F}_4^- \cdot \text{TcO}_3\text{F}</math> (<math>\text{A}^+ = \text{NH}_4^+, \text{K}^+</math>)</i>	26
2.3.1	Synthese von $\text{A}^+\text{Tc}_3\text{O}_9\text{F}_4^- \cdot \text{TcO}_3\text{F}$ ( $\text{A}^+ = \text{NH}_4^+, \text{K}^+$ )	26
2.3.2	Kristallstruktur von $\text{K}^+[\text{Tc}_3\text{O}_9\text{F}_4]^- \cdot 1.5 \text{TcO}_3\text{F}$	27
2.4	<i>Fluortrioxotechnetium</i>	30
2.4.1	Synthese von Fluortrioxotechnetium	30
2.4.2	Kristallstruktur von Fluortrioxotechnetium	32
2.4.3	Vergleichsanalyse der Strukturen von $\text{TcO}_3\text{F}$ , $\text{CrO}_2\text{F}_2$ und $\text{VOF}_3$	35
2.4.4	Spektroskopische Eigenschaften von Fluortrioxotechnetium	37
2.4.5	Das Addukt $\text{TcO}_2\text{F}_3 \cdot \text{TcO}_3\text{F}$	39
2.4.5.1	Darstellung von $\text{TcO}_2\text{F}_3 \cdot \text{TcO}_3\text{F}$	39
2.4.5.2	Kristallstruktur von $\text{TcO}_2\text{F}_3 \cdot \text{TcO}_3\text{F}$	39
2.4.6	Reaktionen von $\text{TcO}_3\text{F}$ mit $\text{AsF}_5$ und $\text{SbF}_5$	42
2.4.6.1	Synthese von $[\text{TcO}_2\text{F}_2]^+[\text{AsF}_6]^- \cdot 2 \text{HF}$ und $[\text{TcO}_2\text{F}_2]^+[\text{SbF}_6]^- \cdot 2 \text{HF}$	43
2.4.6.2	Vergleich der Kristallstrukturen von $[\text{cis-TcO}_2\text{F}_2]^+[\text{AsF}_6]^- \cdot 2 \text{HF}$ und $[\text{cis-TcO}_2\text{F}_2]^+[\text{SbF}_6]^- \cdot 2 \text{HF}$	44
2.4.6.3	Spektroskopische Eigenschaften von $[\text{TcO}_2\text{F}_2]^+[\text{SbF}_6]^- \cdot 2 \text{HF}$	47

2. 5	<i>Synthese und Kristallstrukturen von <math>TcO_3^+SO_3F^-</math> und <math>[Re_2O_5F_2]^{2+}[SO_3F^-]_2</math></i>	48
2. 6	<i>Schlussfolgerung</i>	49
<b>3</b>	<b>Chloroxorhenium(VII) – Verbindungen</b>	<b>50</b>
3. 1	<i>Chlortrioxorhenium</i>	50
3. 1. 1	Synthese von Chlortrioxorhenium	
3. 1. 2	Kristallstruktur und spektroskopischen Eigenschaften von Chlortrioxorhenium	52
3. 1. 3	Dichlordioxochrom	55
3. 1. 3. 1	Darstellung und spektroskopische Eigenschaften von Dichlordioxochrom	55
3. 1. 3. 2	Kristallstruktur von Dichlordioxochrom	56
3. 1. 4	Darstellung und Kristallstrukturen der Addukte $ReO_3Cl \cdot ReOCl_4$ und $ReO_3Cl \cdot SbCl_5$	57
3. 2	<i>Trichlordioxorhenium</i>	60
3. 2. 1	Synthese und Eigenschaften von Trichlordioxorhenium	60
3. 2. 2	Kristallstruktur von Trichlordioxorhenium	62
3. 2. 3	Spektroskopische Eigenschaften von Trichlordioxorhenium	65
3. 2. 4	Adduktverbindungen von $ReO_2Cl_3$ und $ReOCl_4$	67
3. 2. 4. 1	Kristallstruktur von $ReO_2Cl_3 \cdot H_2O$ und $ReO_2Cl_3 \cdot POCl_3$	68
3. 2. 4. 2	Kristallstruktur von $ReO_2Cl_3 \cdot ReOCl_4$	69
3. 3	<i>Säure-Base – Reaktionen von Trichlordioxorhenium</i>	71
3. 3. 1	Kationischer Komplex $[ReO_2Cl_2]^+[GaCl_4]^-$	71
3. 3. 1. 1	Synthese von $[ReO_2Cl_2]^+[GaCl_4]^-$	71
3. 3. 1. 2	Kristallstruktur und spektroskopische Eigenschaften von $[cis-ReO_2Cl_2]^+[GaCl_4]^-$	72
3. 3. 2	Anionische Komplexe von Trichlordioxorhenium	75
3. 3. 2. 1	Synthese und Eigenschaften von $[ReO_2Cl_4]^-$ -Komplexen	75
3. 3. 2. 2	Kristallstrukturen der Salze $[(C_2H_5)_4P]^+[cis-ReO_2Cl_4]^-$ und $NO^+[cis-ReO_2Cl_4]^-$	75
3. 3. 2. 3	Spektroskopische Eigenschaften von $[(C_2H_5)_4P]^+[cis-ReO_2Cl_4]^-$	79
3. 4	<i>Versuche der Darstellung von Pentachloroxorhenium</i>	79
3. 5	<i>Schlussfolgerung</i>	81
<b>III</b>	<b>Experimenteller Teil</b>	<b>82</b>
<b>4</b>	<b>Allgemeine experimentelle Bedingungen</b>	<b>82</b>
4. 1	<i>Arbeitsmethoden und Charakterisierung der Verbindungen</i>	82
4. 2	<i>Verwendete Reagenzien</i>	84
4. 3	<i>Modifizierte Präparationsverfahren</i>	85

---

<b>5 Synthesevorschriften und Kristallstrukturdaten</b>	<b>87</b>
5.1 <i>Fluorotrioxorhenium, ReO<sub>3</sub>F</i>	87
5.1.1 Synthese und spektroskopische Daten von ReO <sub>3</sub> F	87
5.1.2 Kristall- und Strukturdaten von ReO <sub>3</sub> F	89
5.1.3 ReO <sub>3</sub> F · 2L	91
5.1.3.1 Kristall- und Strukturdaten von [ReO <sub>3</sub> F · 2 (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> O]	91
5.1.3.2 Kristall- und Strukturdaten von [ReO <sub>3</sub> F · 2 (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> O]	94
5.1.3.3 Kristall- und Strukturdaten von [ReO <sub>3</sub> F · 2 THF]	98
5.2 <i>Trifluorodioxorhenium, ReO<sub>2</sub>F<sub>3</sub></i>	103
5.2.1 Synthese und spektroskopische Daten	103
5.2.1.1 Kristall- und Strukturdaten von ReO <sub>2</sub> F <sub>3</sub>   <sub>∞</sub>	104
5.2.1.2 Kristall- und Strukturdaten von ReO <sub>2</sub> F <sub>3</sub>   <sub>3</sub>	110
5.2.1.3 Kristall- und Strukturdaten von ReO <sub>2</sub> F <sub>3</sub>   <sub>4</sub>	112
5.3 <i>Pentafluoromonooxorhenium, ReOF<sub>5</sub></i>	115
5.3.1 Synthese und spektroskopische Daten	115
5.3.2 Kristall- und Strukturdaten	116
5.4 <i>Komplex A<sup>+</sup>Tc<sub>3</sub>O<sub>9</sub>F<sub>4</sub><sup>-</sup> · 1,5 TcO<sub>3</sub>F (A<sup>+</sup> = NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, K<sup>+</sup>)</i>	118
5.4.1 Synthese	118
5.4.2 Kristall- und Strukturdaten	119
5.5 <i>Fluorotrioxotechnetium, TcO<sub>3</sub>F</i>	133
5.5.1 Synthese und spektroskopische Daten	133
5.5.2 Kristall- und Strukturdaten	133
5.6 <i>Difluorodioxochrom, CrO<sub>2</sub>F<sub>2</sub></i>	136
5.6.1 Synthese und spektroskopische Daten	136
5.6.2 Kristall- und Strukturdaten	136
5.7 <i>TcO<sub>2</sub>F<sub>3</sub> · TcO<sub>3</sub>F</i>	139
5.7.1 Synthese	139
5.7.2 Kristall- und Strukturdaten	139
5.8 <i>[TcO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>]<sup>+</sup>[AsF<sub>6</sub>]<sup>-</sup> · 2 HF</i>	143
5.8.1 Synthese	143
5.8.2 Kristall- und Strukturdaten	143
5.9 <i>[TcO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>]<sup>+</sup>[SbF<sub>6</sub>]<sup>-</sup> · 2 HF</i>	145
5.9.1 Synthese und spektroskopische Daten	145
5.9.2 Kristall- und Strukturdaten	146
5.10 <i>TcO<sub>3</sub><sup>+</sup>SO<sub>3</sub>F<sup>-</sup></i>	149
5.10.1 Synthese und spektroskopische Daten	149
5.10.2 Kristall- und Strukturdaten	149

5. 11	$(Re_2O_5F_2)^{2+}(SO_3F^-)_2$	152
5. 11. 1	Synthese	152
5. 11. 2	Kristall- und Strukturdaten	152
5. 12	<i>Chlortrioxorhenium, <math>ReO_3Cl</math></i>	155
5. 12. 1	Synthese und spektroskopische Daten	155
5. 12. 2	Kristall- und Strukturdaten	156
5. 13	<i>Dichlordioxochrom, <math>CrO_2Cl_2</math></i>	158
5. 13. 1	Synthese und spektroskopische Daten	158
5. 13. 2	Kristall- und Strukturdaten	158
5. 14	$ReO_3Cl \cdot ReOCl_4$	160
5. 14. 1	Synthese und Eigenschaften	160
5. 14. 2	Kristall- und Strukturdaten	160
5. 15	$ReO_3Cl \cdot SbCl_5$	163
5. 15. 1	Synthese und spektroskopische Daten	163
5. 15. 2	Kristall- und Strukturdaten	163
5. 16	<i>Trichlordioxorhenium, <math>ReO_2Cl_3</math></i>	166
5. 16. 1	Synthese und spektroskopische Daten	166
5. 16. 2	Kristall- und Strukturdaten	167
5. 17	$ReO_2Cl_3 \cdot H_2O$	169
5. 17. 1	Synthese und spektroskopische Daten	169
5. 17. 2	Kristall- und Strukturdaten	170
5. 18	$ReOCl_4 \cdot H_2O$	172
5. 18. 1	Kristall- und Strukturdaten	172
5. 19	$ReO_2Cl_3 \cdot POCl_3$	174
5. 19. 1	Synthese	174
5. 19. 2	Kristall- und Strukturdaten	175
5. 20	$ReOCl_4 \cdot POCl_3$	177
5. 20.1	Synthese	177
5. 20.2	Kristall- und Strukturdaten	177
5. 21	$ReO_2Cl_3 \cdot ReOCl_4$	180
5. 18. 1	Synthese	180
5. 18. 2	Kristall- und Strukturdaten	180
5. 22	$[ReO_2Cl_2]^+[GaCl_4]^-$	183
5. 22. 1	Synthese und spektroskopische Daten	183
5. 22. 2	Kristall- und Strukturdaten	184

5. 23	$[(C_2H_5)_4P]^+ [cis-ReO_2Cl_4]^-$	187
5. 23. 1	Synthese und spektroskopische Daten	187
5. 23. 2	Kristall- und Strukturdaten	188
5. 24	$[N(C_2H_5)_4]^+ [cis-ReO_2Cl_4]^-$	190
5. 24. 1	Synthese und spektroskopische Daten	190
5. 24. 2	Kristall- und Strukturdaten	191
5. 25	$NO^+ [cis-ReO_2Cl_4]^-$	195
5. 25. 1	Synthese und spektroskopische Daten	195
5. 25. 2	Kristall- und Strukturdaten	196
5. 26	<i>Versuche der Darstellung von Pentachloroxorhenium, <math>ReOCl_5</math></i>	199
<b>IV</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>200</b>
<b>V</b>	<b>Summary</b>	<b>202</b>
<b>VI</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>204</b>