Kristallographischer Anhang

Die nachfolgenden Tabellen der Kristallstrukturdaten wurden unter zu Hilfenahme des shelx-Programmpakets und der jeweiligen „cif-Dateien“ erstellt. Weitere Informationen bezüglich der Kristallstrukturdaten sind in der Arbeitsgruppe Lentz auf elektronischen Datenträgern hinterlegt, und können gegebenenfalls dort eingesehen werden.

Diisocyanmethan (1)

Eine Lösung von Diisocyanmethan in Diethylether/Pentan wird in 5 °C/Tag-Schritten von -20 °C auf -90 °C abgekühlt. **1** kristallisiert nach mehreren Tagen als farblose, unregelmäßige Plättchen. Diese Plättchen werden im Stickstoff-Kaltgasstrom auf einen Goniometerkopf montiert und auf ein Diffraktometer bei –160 °C röntgenstrukturanalytisch untersucht. Der spezielle Diffraktometeraufbau entspricht einer von Dietrich et al. [106] beschriebenen Diffraktometergeometrie.

Tabelle 1.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für Diisocyanmethan **1**

Identifikationscode	nc2
Summenformel	$C_3H_2N_2$
Molmasse	66.07
Meßtemperatur	113(2) K
Wellenlänge	71.068 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/n$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 631.0(3) pm b = 768.6(2) pm c = 799.3(2) pm β = 99.81(3) °
Zellvolumen	$3820 \cdot 10^5(2)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.149 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	0.078 mm^{-1}
F(000)	136
Kristallabmessungen	0.5 x 0.4 x 0.1 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	3.70 bis 49.82 °.
Bereich der Indizes	$-11 \leq h \leq 11$, $-14 \leq k \leq 7$, $-14 \leq l \leq 14$
Reflexe gemessen / unabhängige	7769 / 3617 [R(int) = 0.0395]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	3617 / 0 / 54
Goodness-of-fit	0.970
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0569, wR2 = 0.1517

R indices (Alle Daten)	R1 = 0.1130, wR2 = 0.1821
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	730 und -189 e·pm^{-3}

Tabelle 1.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **1**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	y	z	U(eq)
C1	1726(1)	7306(1)	4659(1)	26(1)
C2	2464(1)	9775(1)	6872(1)	34(1)
C3	2375(2)	8227(1)	1685(1)	35(1)
N1	2116(1)	7832(1)	3030(1)	23(1)
N2	2166(1)	8701(1)	5839(1)	25(1)

Tabelle 1.3. Bindungslängen [pm] für **1**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
N2-C1	142.3(1)
N1-C1	142.4(1)
N1-C3	115.6(1)
N2-C2	116.0(1)
C1-H1	93.0(13)
C1-H2	94.0(13)

Tabelle 1.4 . Bindungswinkel [°] für **1**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
C3-N1-C1	177.8(1)
C2-N2-C1	175.6(1)
N2-C1-N1	110.3(1)
N2-C1-H1	109.2(1)
N1-C1-H1	107.7(1)
N2-C1-H2	106.6(1)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
N1-C1-H2	109.5(1)
H1-C1-H2	113.5(1)

Tabelle 1.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **1**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C1	40(1)	21(1)	18(1)	-1(1)	8(1)	-5(1)
C2	41(1)	31(1)	28(1)	-9(1)	-2(1)	6(1)
C3	45(1)	36(1)	26(1)	2(1)	16(1)	-5(1)
N1	27(1)	23(1)	21(1)	0(1)	8(1)	-2(1)
N2	29(1)	24(1)	20(1)	-2(1)	1(1)	3(1)

Tabelle 1.6. Wasserstoffkoordinaten (10^4) und isotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **1**

Wasserstoffatom	x	Y	z	U(eq)
H1	280(2)	7004(18)	4549(16)	34(3)
H2	2670(2)	6400(2)	5073(18)	41(3)

Tabelle 1.7 Ausgewählte Torsionswinkel [°] für **1**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)-Atom(D)	Torsionswinkel [°]
C2-N2-C1-N1	169.2(1)
C3-N1-C1-N2	-142.7(2)

Dicarbonyl(η^5-cyclopentadienyl)(diisocyanmethan)mangan (3)

Aus einer Lösung von **3** in Dichlormethan/Pentan konnten bei -20 °C Kristalle gewonnen werden, die sich für eine Röntgenstrukturanalyse eigneten. Die Datensammlung erfolgte bei -160 °C.

Tabelle 3.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **3**

Identifikationscode	mnnc2
Summenformel	$C_{10}H_7MnN_2O_2$
Molmasse	242.12
Meßtemperatur	113(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/a$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 1214.3(4) pm b = 584.8(2) pm c = 1430.1(5) pm β = 97.77(3)°
Zellvolumen	$10062 \cdot 10^5(6)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.598 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	1.289 mm^{-1}
F(000)	488
Kristallabmessungen	0.4 x 0.2 x 0.1 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	2.87 bis 24.96 °
Bereich der Indizes	$-14 \leq h \leq 14$, $-6 \leq k \leq 0$, $0 \leq l \leq 16$
Reflexe gemessen / unabhängige	1826 / 1753 [R(int) = 0.0130]
Absorptionskorrektur	keine
Verfeinerungsmethode	kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	1753 / 0 / 136
Goodness-of-fit	1.089
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0356, wR2 = 0.0909
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.0483, wR2 = 0.0969
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	696 und -423 e·pm^{-3}

Tabelle 3.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **3**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	y	z	U(eq)
Mn1	1484(1)	1093(1)	7047(1)	19(1)
C1	942(3)	2707(6)	7933(2)	32(1)
C2	386(3)	-924(5)	7003(2)	32(1)
C3	2373(2)	-588(5)	7933(2)	24(1)
C4	3766(3)	-2349(6)	9225(2)	33(1)

Atom	x	y	z	U(eq)
C5	3575(3)	-6604(6)	9680(3)	43(1)
C11	2102(5)	4031(6)	6436(3)	65(2)
C12	2902(3)	2334(9)	6479(3)	54(1)
C13	2496(4)	591(7)	5959(3)	55(1)
C14	1474(4)	1018(9)	5565(3)	63(1)
C15	1154(3)	3162(11)	5837(3)	77(2)
O1	589(2)	3788(5)	8504(2)	53(1)
O2	-332(2)	-2234(5)	6957(2)	55(1)
N1	2943(2)	-1744(5)	8465(2)	32(1)
N2	3647(2)	-4711(5)	9465(2)	31(1)

Tabelle 3.3. Ausgewählte Bindungslängen [pm] für **3**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
Mn1-C2	177.5(3)
Mn1-C1	177.7(3)
Mn1-C3	183.6(3)
C1-O1	116.0(4)
C2-O2	115.6(4)
C3-N1	117.2(4)
C4-N1	141.8(4)
C4-N2	143.6(4)
C5-N2	115.5(4)

Tabelle 3.4 . Ausgewählte Bindungswinkel [°] für **3**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
O1-C1-Mn1	179.0(3)
O2-C2-Mn1	178.8(3)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
N1-C3-Mn1	176.6(3)
N1-C4-N2	109.8(3)
C3-N1-C4	159.2(3)
C5-N2-C4	178.0(3)

Tabelle 3.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **3**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Mn1	22(1)	15(1)	20(1)	2(1)	4(1)	2(1)
C1	41(2)	28(2)	28(2)	7(1)	8(1)	12(1)
C2	26(2)	29(2)	40(2)	11(1)	2(1)	4(1)
C3	28(1)	19(1)	26(1)	-1(1)	8(1)	1(1)
C4	36(2)	25(2)	35(2)	9(1)	-4(1)	3(1)
C5	44(2)	30(2)	54(2)	9(2)	2(2)	-1(2)
C11	143(5)	16(2)	51(2)	-3(2)	59(3)	-20(2)
C12	35(2)	80(3)	47(2)	29(2)	7(2)	-15(2)
C13	82(3)	38(2)	53(2)	13(2)	45(2)	16(2)
C14	86(3)	81(4)	21(2)	-7(2)	9(2)	-48(3)
C15	42(2)	130(5)	64(3)	81(3)	28(2)	46(3)
O1	74(2)	53(2)	35(1)	1(1)	19(1)	32(1)
O2	37(1)	44(2)	83(2)	25(2)	1(1)	-15(1)
N1	34(1)	32(2)	29(1)	8(1)	1(1)	7(1)
N2	34(1)	26(2)	33(1)	5(1)	2(1)	4(1)

μ-Diisocyanmethan{[dicarbonyl(η^5-cyclopentadienyl)mangan][(penta-carbonyl)chrom]} (7)

Geeignete Kristalle für ein Röntgenkristallstrukturanalyse konnten aus einer Dichlor-methan/Pentan-Lösung bei -20 °C erhalten werden.

Tabelle 7.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **7**

Identifikationscode	crmn
Summenformel	$C_{15}H_7CrMnN_2O_7$
Molmasse	434.17
Meßtemperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/c$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 1153.7(7) pm b = 1224.8(5) pm c = 1254.0(2) pm β = 102.75(8) °
Zellvolumen	$1728 \cdot 10^5(3)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.669 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	1.399 mm^{-1}
F(000)	836
Kristallabmessungen	0.2 x 0.1 x 0.025 mm
Bereich der Indizes	$-11 \leq h \leq 0$, $-11 \leq k \leq 0$, $-11 \leq l \leq 11$
Reflexe gemessen / unabhängige	1700 / 1597 [R(int) = 0.9196]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	1597 / 0 / 115
Goodness-of-fit	1.361
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.1504, wR2 = 0.4068
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.3272, wR2 = 0.4799
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	767 und -834 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 7.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **7**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
Cr1	4891(5)	2526(6)	11549(5)	51(2)
Mn1	139(5)	1795(5)	8873(5)	48(2)
C1	580(3)	3140(3)	9360(3)	45(11)
C2	1680(3)	4770(3)	10290(4)	63(13)
C3	3570(4)	3410(3)	10990(3)	58(12)
C4	4300(4)	1500(3)	10450(3)	57(12)

Atom	x	Y	z	U(eq)
C5	4110(4)	1870(4)	12470(3)	64(12)
C6	5530(4)	3480(4)	12550(4)	89(16)
C7	5700(4)	3150(4)	10610(4)	78(14)
C8	6130(3)	1590(3)	12100(5)	84(18)
C9	1050(3)	1220(3)	10020(3)	49(11)
C10	-1110(4)	1770(4)	9470(4)	77(14)
O1	3560(2)	1450(2)	13060(2)	73(9)
O2	6950(3)	1000(3)	12360(3)	89(10)
O3	6160(3)	3630(3)	10010(3)	96(11)
O4	5810(3)	4160(3)	13310(3)	105(11)
O5	3890(2)	980(3)	9720(2)	73(9)
O6	1640(2)	890(2)	10830(2)	71(9)
O7	-1920(3)	1870(3)	9900(3)	100(11)
N1	750(3)	4060(3)	9670(3)	67(12)
N2	2780(3)	4110(2)	10740(3)	53(9)
C1R	580(4)	2130(4)	7380(4)	87(15)
C2R	-610(5)	1890(5)	7300(4)	110(18)
C3R	-760(4)	870(4)	7490(3)	59(12)
C4R	360(5)	440(5)	7830(4)	106(18)
C5R	1170(3)	1220(3)	7820(3)	57(12)

Tabelle 7.3. Bindungslängen [pm] für **7**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
Cr1-C3	187(4)
Mn1-C1	178(4)
C1-N1	119(5)
C2-N1	148(5)
C2-N2	147(5)
C3-N2	126(5)

Tabelle 7.4. . Bindungswinkel [°] für **7**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
N1-C1-Mn1	174(3)
N1-C2-N2	110(3)
N2-C3-Cr1	172(4)
C1-N1-C2	143(4)
C3-N2-C2	169(4)

Tabelle 7.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **7**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cr1	30(3)	49(5)	64(4)	7(4)	1(3)	13(3)
Mn1	41(4)	37(4)	60(4)	-3(4)	11(3)	-1(3)

μ-Diisocyanmethan[dicarbonyl(η^5-cyclopentadienyl)mangan][(tris(1,3-dimethyl-pyrazolyl)hydroborato-kupfer(I)] (8)

Die Kristalle wurden aus einer Dichlormethan-Lösung bei -20 °C erhalten. Um den Kristall zu schützen, wurde er zur Datensammlung in eine Röntgenkapillare eingeschmolzen.

Tabelle 8.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **8**·(CH_2Cl_2)

Identifikationscode	mncu
Summenformel	$C_{26}H_{31}BCl_2CuMnN_8O_2$
Molmasse	687.78
Meßtemperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Triklin, P -1

Dimensionen der Elementarzelle	a = 1004.6(2) pm, α = 73.34(2) ° b = 1004.7(2) pm, β = 88.84(2) ° c = 1661.2(3) pm, γ = 81.74(2) °
Zellvolumen	$15893 \cdot 10^5(5)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	2, 1.437 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	1.271 mm^{-1}
F(000)	704
Kristallabmessungen	0.5 x 0.15 x 0.1 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	2.05 bis 25.01 °
Bereich der Indizes	$-11 \leq h \leq 7$, $-9 \leq k \leq 11$, $-19 \leq l \leq 19$
Reflexe gemessen / unabhängige	5930 / 5584 [R(int) = 0.0214]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	5584 / 0 / 376
Goodness-of-fit	1.025
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0473, wR2 = 0.1191
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.1176, wR2 = 0.1416
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	524 und -565 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 8.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **8**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
Cu1	6955(1)	3612(1)	1261(1)	49(1)
Mn1	9494(1)	2489(1)	-1989(1)	59(1)
C1	6804(4)	4557(5)	147(3)	49(1)
C2	6745(5)	5822(5)	-1445(3)	51(1)
C3	8365(5)	3987(5)	-1864(3)	53(1)
C4	8658(6)	1308(6)	-1215(4)	80(2)
C5	8435(6)	2330(6)	-2789(4)	75(2)
C11	10013(5)	2389(5)	1643(3)	50(1)
C12	10405(5)	2940(6)	749(3)	67(1)
C13	10767(5)	1552(5)	2332(3)	61(1)

Atom	x	Y	z	U(eq)
C14	9910(5)	1321(5)	2996(3)	57(1)
C15	10183(6)	470(6)	3892(3)	81(2)
C21	5306(5)	1011(5)	1662(3)	55(1)
C22	4914(6)	1219(6)	776(3)	72(2)
C23	4987(6)	35(5)	2392(4)	69(2)
C24	5665(6)	244(5)	3032(3)	62(1)
C25	5721(7)	-545(6)	3955(4)	93(2)
C31	5748(5)	5666(5)	2331(3)	56(1)
C32	5264(6)	6875(5)	1581(4)	71(2)
C33	5707(6)	5580(6)	3178(4)	69(2)
C34	6297(5)	4263(6)	3605(3)	63(1)
C35	6550(7)	3598(7)	4531(3)	94(2)
C1R	11235(8)	2250(2)	2684(7)	-147(5)
C2R	11198(7)	3278(11)	-1699(9)	123(3)
C3R	11377(6)	1877(11)	-1335(5)	99(2)
C4R	11397(6)	1241(9)	-1950(8)	113(3)
C5R	11124(9)	3515(13)	-2543(10)	165(6)
N1	6747(4)	5168(4)	-555(2)	52(1)
N2	7640(5)	4997(5)	-1840(3)	64(1)
N11	8747(4)	2676(4)	1867(2)	50(1)
N12	8680(4)	2010(4)	2703(2)	51(1)
N21	6132(4)	1818(4)	1853(2)	48(1)
N22	6360(4)	1330(4)	2709(2)	51(1)
N31	6330(4)	4438(4)	2235(2)	50(1)
N32	6670(4)	3573(4)	3025(2)	53(1)
O4	8130(5)	545(5)	-700(4)	127(2)

Atom	x	Y	z	U(eq)
O5	7723(5)	2236(5)	-3298(3)	108(2)
B1	7298(6)	2032(6)	3130(3)	54(1)
C1L	7789(16)	6214(9)	-3926(5)	232(8)
Cl1	6730(2)	7495(3)	-3772(2)	138(1)
Cl2	8825(5)	6454(4)	-4762(2)	219(2)

Tabelle 8.3. Ausgewählte Bindungslängen [pm] für **8**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
Cu1-C1	182.0(5)
Mn1-C4	177.1(7)
Mn1-C5	177.4(7)
Mn1-C3	180.9(5)
C1-N1	115.1(5)
C2-N2	141.5(6)
C2-N1	143.5(6)
C3-N2	117.1(6)
C4-O4	115.1(7)
C5-O5	115.2(7)

Tabelle 8.4 . Ausgewählte Bindungswinkel [°] für **8**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
C4-Mn1-C5	90.6(3)
C4-Mn1-C3	91.9(2)
C5-Mn1-C3	91.2(2)
N1-C1-Cu1	177.9(4)
N2-C2-N1	110.5(4)
N2-C3-Mn1	175.5(4)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
O4-C4-Mn1	178.6(6)
O5-C5-Mn1	178.5(5)
C1-N1-C2	174.9(4)
C3-N2-C2	154.4(5)

Tabelle 8.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **8**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cu1	51(1)	47(1)	44(1)	-7(1)	2(1)	-5(1)
Mn1	49(1)	56(1)	72(1)	-18(1)	9(1)	-4(1)
C1	46(3)	48(3)	53(3)	-15(2)	2(2)	-3(2)
C2	53(3)	48(3)	49(3)	-12(2)	3(2)	1(2)
C3	53(3)	54(3)	51(3)	-11(2)	9(2)	-10(2)
C4	65(4)	62(4)	98(5)	-6(3)	7(3)	5(3)
C5	70(4)	65(4)	92(4)	-30(3)	5(3)	1(3)
C11	47(3)	47(3)	56(3)	-12(2)	-1(2)	-10(2)
C12	53(3)	85(4)	58(3)	-11(3)	11(2)	-12(3)
C13	47(3)	65(3)	66(3)	10(3)	-5(2)	-5(2)
C14	63(3)	49(3)	54(3)	-8(2)	-9(2)	-4(2)
C15	87(4)	83(4)	56(3)	1(3)	-19(3)	1(3)
C21	60(3)	44(3)	65(3)	-24(2)	7(2)	-4(2)
C22	79(4)	64(3)	81(4)	-29(3)	-4(3)	-17(3)
C23	76(4)	55(3)	81(4)	-25(3)	25(3)	-19(3)
C24	76(4)	42(3)	67(3)	-13(2)	29(3)	-12(2)
C25	128(6)	69(4)	76(4)	-5(3)	35(4)	-27(4)
C31	53(3)	50(3)	71(3)	-26(2)	7(2)	-15(2)
C32	67(4)	48(3)	98(4)	-24(3)	1(3)	-2(3)

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C33	71(4)	61(3)	88(4)	-43(3)	18(3)	-9(3)
C34	69(3)	72(4)	58(3)	-33(3)	16(3)	-18(3)
C35	127(6)	106(5)	-58(4)	41(3)	-14(4)	12(4)
C1R	62(5)	310(17)	91(6)	-92(9)	28(5)	-31(9)
C2R	51(4)	105(7)	246(12)	-99(8)	16(6)	-21(4)
C3R	50(4)	147(8)	92(5)	-22(5)	-5(3)	-8(4)
C4R	54(4)	96(6)	212(10)	-88(7)	16(6)	6(4)
C5R	53(5)	156(10)	207(13)	73(10)	27(7)	-23(6)
N1	50(2)	55(2)	47(2)	-9(2)	2(2)	-2(2)
N2	68(3)	61(3)	60(3)	-18(2)	13(2)	-3(2)
N11	52(2)	53(2)	39(2)	-5(2)	2(2)	-5(2)
N12	56(2)	54(2)	41(2)	-9(2)	-1(2)	-3(2)
N21	54(2)	42(2)	47(2)	-13(2)	5(2)	-4(2)
N22	61(2)	41(2)	50(2)	-12(2)	14(2)	-7(2)
N31	58(2)	42(2)	52(2)	-14(2)	4(2)	-6(2)
N32	62(3)	52(2)	45(2)	-17(2)	7(2)	-6(2)
O4	109(4)	99(4)	137(4)	24(3)	33(3)	-17(3)
O5	98(4)	115(4)	123(4)	-57(3)	-23(3)	-4(3)
B1	68(4)	50(3)	39(3)	-9(2)	4(3)	-1(3)
C1L	490(2)	84(6)	93(6)	-13(5)	110(10)	7(10)
Cl1	125(2)	144(2)	133(2)	-27(2)	-8(1)	-2(2)
Cl2	317(5)	182(3)	145(2)	-57(2)	63(3)	25(3)

Dicarbonyl(η^5-cyclopentadienyl)(isocyanacetonitril)mangan (13)

Die Kristalle wurden aus einer Dichlormethan/Pentan-Lösung bei -20 °C erhalten. Die Datensammlung erfolgte bei Raumtemperatur.

Tabelle 13.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **13**

Identifikationscode	mncn
Summenformel	$C_{10}H_7MnN_2O_2$
Molmasse	242.12
Meßtemperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/a$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 1223.7(2) pm b = 586.0(1) pm c = 1446.3(3) pm β = 97.81(2) °
Zellvolumen	$10275 \cdot 10^5(3)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.565 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	1.263 mm^{-1}
F(000)	488
Kristallabmessungen	0.7 x 0.3 x 0.1 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	2.84 bis 29.55 °
Bereich der Indizes	$-16 \leq h \leq 16$, $-8 \leq k \leq 2$, $-18 \leq l \leq 20$
Reflexe gemessen / unabhängige	2982 / 2878 [R(int) = 0.0175]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	2878 / 0 / 137
Goodness-of-fit	1.063
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0459, wR2 = 0.1099
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.0628, wR2 = 0.1190
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	481 und -600 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 13.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **13**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
Mn1	1526(1)	1097(1)	7059(1)	32(1)
C1	435(2)	-908(5)	7013(2)	53(1)
C2	992(3)	2726(6)	7930(2)	53(1)
C3	2411(2)	-567(5)	7944(2)	39(1)
C4	3786(3)	-2278(6)	9239(2)	52(1)

Atom	x	Y	z	U(eq)
C5	3647(2)	-4672(6)	9503(2)	50(1)
C11	2525(4)	587(7)	5979(3)	75(1)
C12	2922(3)	2345(9)	6486(3)	78(1)
C13	1502(5)	1051(10)	5595(2)	90(2)
C14	2145(6)	4021(6)	6444(3)	95(2)
C15	1210(4)	3190(11)	5866(3)	101(2)
N1	2988(2)	-1643(5)	8479(2)	53(1)
N2	3576(3)	-6495(5)	9733(3)	80(1)
O1	-281(2)	-2195(5)	6974(3)	91(1)
O2	644(3)	3801(5)	8495(2)	91(1)

Tabelle 13.3. Ausgewählte Bindungslängen [pm] für **13**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
Mn1-C1	177.3(3)
Mn1-C2	177.4(3)
Mn1-C3	184.0(3)
C1-O1	115.1(4)
C2-O2	115.8(4)
C3-N1	116.1(4)
C4-N1	141.7(4)
C4-C5	147.0(5)
C5-N2	112.6(4)

Tabelle 13.4 . Ausgewählte Bindungswinkel [°] für **13**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
O1-C1-Mn1	179.2(3)
O2-C2-Mn1	179.6(3)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
N1-C3-Mn1	177.8(2)
N1-C4-C5	111.1(3)
N2-C5-C4	177.2(4)
C3-N1-C4	162.3(3)

Tabelle 13.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **13**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Mn1	31(1)	34(1)	31(1)	3(1)	6(1)	5(1)
C1	38(1)	51(2)	68(2)	14(2)	7(1)	5(1)
C2	61(2)	57(2)	40(1)	7(1)	10(1)	23(2)
C3	39(1)	41(1)	37(1)	4(1)	8(1)	4(1)
C4	48(2)	53(2)	50(2)	14(1)	-5(1)	3(1)
C5	43(1)	53(2)	54(2)	10(1)	0(1)	7(1)
C11	96(3)	68(2)	72(2)	9(2)	53(2)	19(2)
C12	47(2)	118(4)	70(2)	28(3)	10(2)	-26(2)
C13	108(4)	127(4)	34(2)	-6(2)	9(2)	-57(3)
C14	182(6)	39(2)	79(3)	-2(2)	70(3)	-23(3)
C15	72(3)	154(5)	83(3)	84(3)	36(2)	58(3)
N1	49(1)	63(2)	46(1)	16(1)	2(1)	15(1)
N2	76(2)	57(2)	103(3)	19(2)	-1(2)	1(2)
O1	50(1)	77(2)	144(3)	30(2)	6(2)	-20(1)
O2	119(2)	103(2)	56(1)	-6(1)	32(2)	55(2)

1,2-Bis[tris(trimethylsilyl)]methyl-N-[cyanomethyl]-3-diphosphiranimin (15)

Erste Kristallisationsversuche erfolgten aus einer Pentan-Lösung. Die erhaltenen Kristalle erwiesen sich aber als nicht stabil; das mitkristallisierende Lösungsmittel verdampfte bei Raumtemperatur und der Kristall verwitterte. Eine erneute Kristallisation bei -20 °C aus einer n-Hexan-Lösung lieferte Kristalle, die für eine Kristallstrukturanalyse geeignet

waren. Um ein Verdampfen des mitkristallisierenden Lösungsmittels zu verhindern, wurde die Datensammlung bei -40 °C durchgeführt. Tiefere Temperaturen konnten nicht gewählt werden, da der Kristall dann in einen armorphen Zustand überging.

Tabelle 15.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **15**·(1/2 C_6H_{14})

Identifikationscode	ppcn
Summenformel	$C_{26}H_{63}N_2P_2Si_6$
Molmasse	634.26
Meßtemperatur	233(2) K
Wellenlänge	71.068 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Triklin, P-1
Dimensionen der Elementarzelle	a = 918.0(2) pm, α = 93.83(2) ° b = 1174.7(4) pm, β = 97.22(2) ° c = 1821.9(5) pm, γ = 97.08(2) °
Zellvolumen	$19275 \cdot 10^5$ (9) pm^3
Z, Dichte (ber.)	2, 1.093 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	0.317 mm^{-1}
F(000)	694
Kristallabmessungen	0.35 x 0.2 x 0.05 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	2.00 bis 25.00 °
Bereich der Indizes	$-10 \leq h \leq 9$, $-5 \leq k \leq 13$, $-21 \leq l \leq 21$
Reflexe gemessen / unabhängige	7049 / 6758 [R(int) = 0.0703]
Absorptionskorrektur	Keiner
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	6758 / 0 / 316
Goodness-of-fit	1.051
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0694, wR2 = 0.1817
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.1842, wR2 = 0.2390
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	1243 und -383 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 15.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **15**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
P1	6020(2)	9431(1)	2297(1)	29(1)
P2	3557(2)	8770(1)	2171(1)	31(1)
C1	6620(6)	10810(5)	2899(3)	27(1)

Atom	x	Y	z	U(eq)
C2	3216(6)	7182(5)	1869(3)	30(1)
C3	4593(7)	9643(5)	1551(3)	34(2)
C4	3043(10)	10189(7)	559(5)	65(2)
C5	2435(10)	11268(9)	613(5)	67(3)
N1	4499(7)	10257(5)	1010(3)	47(2)
N2	1953(9)	12106(8)	645(5)	85(3)
Si11	8046(2)	10358(2)	3662(1)	38(1)
Si12	7645(2)	11836(2)	2289(1)	37(1)
Si13	5110(2)	11528(2)	3314(1)	36(1)
Si21	2678(2)	6502(2)	2747(1)	44(1)
Si22	1479(2)	6981(2)	1129(1)	43(1)
Si23	4797(2)	6499(2)	1489(1)	47(1)
C111	7352(8)	8983(6)	4031(4)	51(2)
C112	9770(8)	10053(8)	3302(5)	67(2)
C113	8579(9)	11441(8)	4483(4)	66(2)
C121	6467(8)	12767(6)	1774(4)	53(2)
C122	8502(9)	11013(7)	1584(5)	57(2)
C123	9153(8)	12863(7)	2846(5)	60(2)
C131	4341(9)	10687(7)	4049(4)	55(2)
C132	3466(7)	11718(6)	2630(4)	44(2)
C133	5839(9)	13022(6)	3745(5)	59(2)
C211	813(9)	6841(8)	2967(5)	63(2)
C212	2707(9)	4898(6)	2681(5)	59(2)
C213	3976(9)	7072(7)	3588(4)	60(2)
C221	147(8)	8027(7)	1314(4)	53(2)
C222	1939(10)	7116(7)	169(4)	61(2)

Atom	x	Y	z	U(eq)
C223	361(9)	5525(6)	1109(5)	64(2)
C231	6308(8)	6301(7)	2261(5)	65(2)
C232	5717(9)	7344(7)	804(5)	56(2)
C233	4138(5)	5031(4)	983(2)	63(2)
C1L	7147(5)	6185(4)	5097(2)	91(3)
C2L	8368(5)	5912(4)	4719(2)	63(2)
C3L	9292(5)	5110(4)	5176(2)	63(2)

Tabelle 15.3. Bindungslängen [pm] für **15**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
P1-C3	181.7(6)
P1-C1	187.7(6)
P1-P2	227.7(2)
P2-C3	184.9(6)
P2-C2	188.5(6)
C3-N1	126.0(8)
C4-C5	144.9(9)
C4-N1	146.9(9)
N2-C5	112.8(12)

Tabelle 15.4 . Bindungswinkel [°] für **15**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
C3-P1-C1	109.9(3)
C3-P1-P2	52.2(2)
C1-P1-P2	115.5(2)
C3-P2-C2	113.9(3)
C3-P2-P1	51.0(2)
C2-P2-P1	110.6(2)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
N1-C3-P1	136.3(5)
N1-C3-P2	145.7(5)
P1-C3-P2	76.8(3)
C5-C4-N1	112.0(6)
C3-N1-C4	117.2(6)
N2-C5-C4	179.0(10)

Tabelle 15.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **15**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
P1	29(1)	26(1)	31(1)	1(1)	1(1)	1(1)
P2	31(1)	25(1)	35(1)	1(1)	1(1)	-1(1)
C1	28(3)	26(3)	26(3)	1(2)	3(2)	-2(2)
C2	26(3)	26(3)	35(3)	4(3)	-1(3)	-1(2)
C3	39(4)	25(3)	33(4)	-2(3)	0(3)	-3(3)
C4	78(6)	58(5)	47(5)	17(4)	-24(4)	-11(4)
C5	59(5)	76(6)	60(5)	38(5)	-21(4)	-4(5)
N1	54(4)	43(3)	41(3)	7(3)	-2(3)	-3(3)
N2	61(5)	93(6)	103(7)	38(5)	1(4)	13(5)
Si11	30(1)	41(1)	39(1)	2(1)	-6(1)	3(1)
Si12	34(1)	31(1)	47(1)	8(1)	11(1)	-3(1)
Si13	34(1)	38(1)	35(1)	0(1)	7(1)	6(1)
Si21	41(1)	42(1)	48(1)	15(1)	3(1)	-4(1)
Si22	35(1)	41(1)	49(1)	0(1)	-4(1)	-4(1)
C111	54(5)	53(5)	44(4)	15(4)	-8(3)	7(4)
C112	38(4)	81(6)	86(6)	23(5)	1(4)	16(4)
C113	65(5)	78(6)	46(5)	-7(4)	-18(4)	0(5)

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C121	58(5)	42(4)	58(5)	18(4)	7(4)	3(4)
C122	56(5)	55(5)	68(5)	12(4)	32(4)	11(4)
C123	42(4)	53(5)	77(6)	11(4)	0(4)	-14(4)
C131	55(5)	70(5)	47(5)	17(4)	21(4)	14(4)
C132	33(4)	42(4)	60(5)	2(3)	8(3)	15(3)
C133	61(5)	47(5)	67(5)	-21(4)	5(4)	10(4)
C211	68(5)	75(6)	52(5)	11(4)	26(4)	10(4)
C212	67(5)	34(4)	77(6)	19(4)	9(4)	3(4)
C213	59(5)	65(5)	52(5)	22(4)	-3(4)	-9(4)
C221	37(4)	61(5)	58(5)	9(4)	-5(3)	7(3)
C222	71(6)	63(5)	45(5)	7(4)	0(4)	0(4)
C223	54(5)	46(5)	79(6)	-6(4)	-3(4)	-21(4)
C231	36(4)	45(5)	111(7)	8(4)	-3(4)	13(3)
C232	48(5)	52(5)	71(6)	-4(4)	27(4)	1(4)
C233	69(6)	35(4)	84(6)	-14(4)	23(5)	-2(4)
C1L	87(8)	106(9)	91(8)	31(7)	17(6)	35(6)
C2L	58(5)	66(5)	61(5)	3(4)	-3(4)	6(4)
C3L	66(5)	64(5)	56(5)	-1(4)	1(4)	7(4)

Tabelle 15.6 Ausgewählte Torsionswinkel [°] für **15**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)-Atom(D)	Torsionswinkel [°]
C1-P1-P2-C3	96.2(3)
C3-P1-P2-C2	104.6(3)
C1-P1-P2-C2	-159.2(3)
C1-P1-C3-N1	61.9(8)
P2-P1-C3-N1	169.3(9)
C1-P1-C3-P2	-107.4(2)
C2-P2-C3-N1	95.3(9)
P1-P2-C3-N1	-166.8(10)
C2-P2-C3-P1	-97.8(3)
P1-C3-N1-C4	-176.5(6)
P2-C3-N1-C4	-15.2(13)
C5-C4-N1-C3	114.6(8)
N1-C4-C5-N2	145(56)

Difluoracetonitril (19)

Im Hochvakuum wurde in eine 0.3 mm Röntgenkapillare soviel Substanz einkondensiert, daß die Flüssigkeitssäule bei Raumtemperatur 3-5 mm beträgt. Die Kapillare wird im Hochvakuum abgeschmolzen und auf einen Goniometerkopf montiert. Zur Kristallzüchtung dient ein von Dietrichs et al. beschriebener Diffraktometeraufbau. [106]

Tabelle 19.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für Difluoracetonitril **19**

Identifikationscode	cnf2
Summenformel	C_2HF_2N
Molmasse	77.03
Meßtemperatur	112(2) K
Wellenlänge	71.068 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/n$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 764.8(2) pm b = 544.7(1) pm c = 2271.8(1) pm β = 92.67(2) °

Zellvolumen	$9454 \cdot 10^5(4)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	12, 1.624 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	0.186 mm^{-1}
F(000)	456
Kristallabmessungen	0.3 mm Kapillare
Theta-Bereich der Datensammlung	2.77 bis 24.99 °
Bereich der Indizes	$-1 \leq h \leq 9$, $-6 \leq k \leq 4$, $-26 \leq l \leq 26$
Reflexe gemessen / unabhängige	3327 / 1663 [R(int) = 0.0171]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	1663 / 0 / 149
Goodness-of-fit	1.072
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0310, wR2 = 0.0778
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.0427, wR2 = 0.0838
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	173 und -151 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 19.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **19**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
C11	5901(2)	2911(3)	888(1)	30(1)
C12	6896(2)	5240(3)	842(1)	27(1)
N11	7686(2)	6985(3)	810(1)	36(1)
F11	4933(1)	3016(2)	1368(1)	40(1)
F12	4790(1)	2699(2)	417(1)	46(1)
C21	-404(2)	3142(3)	2458(1)	29(1)
C22	466(2)	5479(3)	2306(1)	27(1)
N21	1164(2)	7236(3)	2187(1)	37(1)
F21	-670(2)	3128(2)	3034(1)	52(1)
F22	-1985(1)	3065(2)	2173(1)	44(1)
C31	1711(2)	7975(3)	736(1)	26(1)
C32	1086(2)	10359(3)	958(1)	25(1)

Atom	x	Y	z	U(eq)
N31	600(2)	12164(3)	1139(1)	35(1)
F31	1439(2)	7907(2)	150(1)	51(1)
F32	3443(1)	7815(2)	852(1)	44(1)

Tabelle 19.3.Ausgewählte Bindungslängen [pm] für **19**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
C11-F12	134.0(2)
C11-F11	134.6(2)
C11-C12	148.6(2)
C12-N11	113.0(2)
C21-F21	133.5(2)
C21-F22	134.4(2)
C21-C22	148.4(2)
C22-N21	113.5(2)
C31-F31	133.8(2)
C31-F32	134.1(2)
C31-C32	148.1(2)
C32-N31	113.5(2)

Tabelle 19.4 . Ausgewählte Bindungswinkel [°] für **19**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
F12-C11-F11	107.34(13)
F12-C11-C12	108.98(13)
F11-C11-C12	108.87(13)
N11-C12-C11	178.52(16)
F21-C21-F22	107.26(13)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
F21-C21-C22	108.81(13)
F22-C21-C22	108.55(13)
N21-C22-C21	178.41(16)
F31-C31-F32	107.47(13)
F31-C31-C32	108.97(12)
F32-C31-C32	108.75(12)
N31-C32-C31	178.50(16)

Tabelle 19.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **19**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C11	29(1)	23(1)	38(1)	1(1)	1(1)	0(1)
C12	21(1)	26(1)	34(1)	-1(1)	3(1)	4(1)
N11	27(1)	30(1)	52(1)	-1(1)	5(1)	-3(1)
F11	41(1)	41(1)	39(1)	7(1)	7(1)	-8(1)
F12	54(1)	43(1)	40(1)	-2(1)	-6(1)	-20(1)
C21	33(1)	23(1)	30(1)	1(1)	1(1)	-2(1)
C22	29(1)	24(1)	29(1)	-2(1)	0(1)	4(1)
N21	41(1)	27(1)	42(1)	2(1)	3(1)	-5(1)
F21	84(1)	42(1)	31(1)	8(1)	9(1)	-14(1)
F22	32(1)	44(1)	57(1)	5(1)	-4(1)	-11(1)
C31	23(1)	24(1)	32(1)	-1(1)	3(1)	3(1)
C32	23(1)	23(1)	28(1)	3(1)	1(1)	-1(1)
N31	39(1)	24(1)	43(1)	-4(1)	2(1)	3(1)
F31	65(1)	56(1)	32(1)	-12(1)	2(1)	21(1)
F32	25(1)	36(1)	72(1)	-2(1)	-1(1)	9(1)

Tabelle 19.6. Wasserstoffkoordinaten (x 10^4) und isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **19**

Wasserstoffatom	x	Y	z	U(eq)
H(11)	6670(2)	1530(3)	925(7)	31(4)
H(21)	270(2)	1840(3)	2348(7)	25(4)
H(31)	1140(2)	6670(3)	909(7)	26(4)

Pentacarbonyl(fluorisocyanacetonitril)chrom (21)

Geeignete Kristalle für eine Röntgenstrukturanalyse wurden aus eine Diethylether/Pentan-Lösung bei -20 °C erhalten.

Tabelle 21.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für **21**

Identifikationscode	cnhf
Summenformel	$C_8HCrFN_2O_5$
Molmasse	276.11
Meßtemperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/a$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 1190.0(3) pm b = 632.9(3) pm c = 1448.7(3) pm β = 97.18(2)°
Zellvolumen	$10825 \cdot 10^5(6)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.694 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	1.081 mm^{-1}
F(000)	544
Kristallabmessungen	0.4 x 0.3 x 0.025 mm
Theta-Bereich der Datensammlung	2.83 bis 25.01 °.
Bereich der Indizes	$-14 \leq h \leq 13$, $-2 \leq k \leq 7$, $-16 \leq l \leq 17$
Reflexe gemessen / unabhängige	3925 / 1912 [R(int) = 0.0585]
Absorptionskorrektur	Keine
Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	1912 / 0 / 154
Goodness-of-fit	0.992
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0409, wR2 = 0.0946
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.0975, wR2 = 0.1097
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	520 und -333 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 21.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **21**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	y	z	U(eq)
Cr1	3455(1)	724(1)	8085(1)	34(1)
C1	2385(3)	-483(7)	7125(3)	42(1)
C2	1153(4)	-2149(10)	5760(4)	70(2)
C3	1594(5)	-4170(11)	5624(4)	77(2)
C4	4548(4)	1898(7)	9014(3)	45(1)
C5	2551(4)	3202(8)	8070(3)	47(1)
C6	2650(3)	-482(7)	9018(3)	43(1)
C7	4231(4)	1896(7)	7148(3)	46(1)
C8	4330(4)	-1783(7)	8091(3)	45(1)
O1	4688(3)	2583(7)	6569(2)	77(1)
O2	2184(3)	-1200(6)	9580(2)	70(1)
O3	5207(3)	2575(6)	9573(2)	70(1)
O4	4854(3)	-3289(6)	8091(3)	70(1)
O5	2007(3)	4667(6)	8059(3)	75(1)
N1	1735(3)	-1208(6)	6547(3)	61(1)
N2	1934(6)	-5720(12)	5469(5)	124(2)
F1	38(3)	-2320(7)	5855(3)	129(2)

Tabelle 21.3. Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] für **21**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
Cr1-C4	190.1(5)
Cr1-C1	192.7(4)
C1-N1	115.7(5)
C2-F1	136.0(6)
C2-N1	139.3(6)
C2-C3	140.4(9)

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
C3-N2	110.0(8)

Tabelle 21.4 Ausgewählte Bindungswinkel [°] für **21**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
C4-Cr1-C1	178.3(2)
N1-C1-Cr1	179.5(4)
F1-C2-N1	110.4(5)
F1-C2-C3	109.4(5)
N1-C2-C3	110.1(5)
N2-C3-C2	176.3(8)
C1-N1-C2	168.0(5)

Tabelle 21.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **21**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cr1	35(1)	34(1)	34(1)	0(1)	4(1)	-2(1)
C1	45(2)	37(3)	45(2)	4(2)	8(2)	1(2)
C2	58(3)	85(4)	64(3)	-18(3)	0(2)	-15(3)
C3	70(3)	77(4)	86(4)	-41(4)	20(3)	-2(3)
C4	46(2)	44(3)	46(2)	0(2)	6(2)	2(2)
C5	45(2)	43(3)	53(3)	-1(2)	8(2)	-5(2)
C6	39(2)	42(2)	46(2)	-1(2)	4(2)	0(2)
C7	53(3)	41(3)	44(2)	0(2)	7(2)	-5(2)
C8	48(2)	44(3)	44(2)	1(2)	7(2)	0(2)
O1	82(2)	85(3)	69(2)	16(2)	30(2)	-12(2)
O2	71(2)	80(3)	62(2)	-19(2)	23(2)	-7(2)
O3	66(2)	70(2)	67(2)	-10(2)	-18(2)	-10(2)
O4	69(2)	52(2)	91(3)	-2(2)	15(2)	17(2)

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O5	74(2)	51(2)	100(3)	1(2)	16(2)	17(2)
N1	60(2)	66(3)	52(2)	-14(2)	-11(2)	-15(2)
N2	115(5)	125(6)	135(6)	-25(5)	26(4)	-5(5)
F1	77(2)	144(4)	158(4)	-66(3)	-8(2)	0(3)

Tabelle 21.6. Wasserstoffkoordinaten (10^4 pm) und isotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **21**

Wasserstoffatom	x	Y	z	U(eq)
H7	1237	-1271	5215	84

Difluordiisocyanatomethan (23)

Im Hochvakuum wurde in eine 0.3 mm Röntgenkapillare soviel Substanz einkondensiert, daß die Flüssigkeitssäule bei Raumtemperatur 3-5 mm beträgt. Die Kapillare wird im Hochvakuum abgeschmolzen und auf einen Goniometerkopf montiert. Zur Kristallzüchtung dient ein von Dietrichs et al. beschriebener Diffraktometeraufbau. [106]

Tabelle 23.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für Difluor(diisocyanato)methan **23**

Identifikationscode	nco2
Summenformel	$C_3F_2N_2O_2$
Molmasse	134.05
Meßtemperatur	112(2) K
Wellenlänge	71.069 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 789.6(2) pm b = 488.7(1) pm c = 1259.4(2) pm β = 102.27(2) °
Zellvolumen	$4748 \cdot 10^5(1)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.875 mg/m^{-3}
Absorptionskoeffizient	0.204 mm^{-1}
F(000)	264
Kristallabmessungen	0.3 mm Kapillare
Theta-Bereich der Datensammlung	2.64 bis 45.56 °
Bereich der Indizes	$-15 \leq h \leq 13$, $-1 \leq k \leq 9$, $-25 \leq l \leq 25$
Reflexe gemessen / unabhängige	7263 / 4287 [R(int) = 0.0206]
Absorptionskorrektur	Keine

Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	4287 / 0 / 163
Goodness-of-fit	0.968
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0437, wR2 = 0.1108
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.0734, wR2 = 0.1241
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	506 und -253 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 23.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **23**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	y	z	U(eq)
C11	10612(1)	7814(2)	3300(1)	19(1)
C12	8453(1)	10529(2)	3863(1)	21(1)
C13	13016(2)	10440(3)	4151(1)	25(1)
N11	9611(1)	8858(2)	4013(1)	24(1)
N12	12336(2)	8751(3)	3497(1)	31(1)
O11	7344(1)	12087(2)	3847(1)	31(1)
O12	13804(2)	12021(3)	4735(1)	37(1)
F11	9873(1)	8308(3)	2257(1)	43(1)
F12	10656(2)	5075(2)	3404(1)	39(1)
C21	2659(1)	3116(2)	890(1)	21(1)
C22	2935(2)	5811(3)	-631(1)	24(1)
C23	4654(2)	5681(3)	2160(1)	25(1)
N21	3415(1)	4027(3)	33(1)	26(1)
N22	3503(2)	4009(3)	1931(1)	31(1)
O21	2643(2)	7457(3)	-1306(1)	35(1)
O22	5742(2)	7235(3)	2479(1)	35(1)
F21	2700(2)	362(2)	895(1)	40(1)
F22	973(1)	3803(3)	728(1)	40(1)

Tabelle 23.3 Bindungslängen [pm] für **23**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
N11-C12	121.1(1)
N11-C11	141.2(1)
C11-F11	134.1(1)
C11-F12	134.5(1)
C11-N12	140.8(1)
N12-C13	120.8(2)
C12-O11	115.7(1)
C13-O12	115.3(2)
C21-F22	134.6(1)
C21-F21	134.6(1)
C21-N22	140.8(1)
C21-N21	141.1(1)
N21-C22	121.2(2)
C23-O22	115.3(2)
C23-N22	121.0(2)
C22-O21	115.7(2)

Tabelle 23.4 . Bindungswinkel [°] für **23**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
C12-N11-C11	130.6(1)
F11-C11-F12	105.8(1)
F11-C11-N12	108.5(1)
F12-C11-N12	107.6(1)
F11-C11-N11	111.9(1)
F12-C11-N11	107.7(1)
N12-C11-N11	114.9(1)
C13-N12-C11	127.9(1)
O11-C12-N11	172.0(1)
O12-C13-N12	173.4(1)
F22-C21-F21	105.8(1)
F22-C21-N22	108.7(1)
F21-C21-N22	107.4(1)
F22-C21-N21	111.7(1)
F21-C21-N21	107.8(1)
N22-C21-N21	114.9(1)
C22-N21-C21	129.3(1)
O22-C23-N22	173.5(1)
C23-N22-C21	127.8(1)
O21-C22-N21	172.4(1)

Tabelle 23.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **23**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C11	20(1)	18(1)	20(1)	0(1)	4(1)	2(1)
C12	19(1)	23(1)	21(1)	-4(1)	5(1)	-1(1)

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C13	20(1)	23(1)	34(1)	-1(1)	8(1)	-2(1)
N11	23(1)	28(1)	22(1)	1(1)	8(1)	5(1)
N12	24(1)	33(1)	39(1)	-12(1)	15(1)	-9(1)
O11	28(1)	31(1)	34(1)	-4(1)	8(1)	9(1)
O12	27(1)	29(1)	51(1)	-9(1)	3(1)	-6(1)
F11	40(1)	69(1)	18(1)	-1(1)	3(1)	22(1)
F12	42(1)	16(1)	66(1)	-1(1)	23(1)	-1(1)
C21	21(1)	20(1)	22(1)	-1(1)	5(1)	-1(1)
C22	24(1)	28(1)	21(1)	-3(1)	4(1)	-6(1)
C23	27(1)	25(1)	23(1)	-4(1)	4(1)	-1(1)
N21	25(1)	32(1)	23(1)	3(1)	9(1)	3(1)
N22	37(1)	35(1)	22(1)	-7(1)	8(1)	-14(1)
O21	41(1)	35(1)	27(1)	6(1)	5(1)	-6(1)
O22	31(1)	34(1)	37(1)	-9(1)	2(1)	-8(1)
F21	67(1)	18(1)	35(1)	-4(1)	10(1)	-6(1)
F22	20(1)	59(1)	43(1)	9(1)	10(1)	3(1)

Tabelle 23.6 Ausgewählte Torsionswinkel [°] für **23**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)-Atom(D)	Torsionswinkel [°]
N11-C11-N12-C13	-4.8(2)
N12-C11-N11-C12	107.3(2)
C11-N11-C12-O11	-177.6(1)
C11-N12-C13-O12	-176.6(1)
C12-N11-C11-F11	-17.0(2)
C12-N11-C11-F12	-132.9(2)
F11-C11-N12-C13	121.2(2)
F12-C11-N12-C13	-124.8(2)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)-Atom(D)	Torsionswinkel [°]
N21-C21-N22-C23	9.1(2)
N22-C21-N21-C22	-104.0(2)
C21-N21-C22-O21	176.0(1)
C21-N22-C23-O22	177.9(1)
F22-C21-N21-C22	20.4(2)
F21-C21-N21-C22	136.3(2)
F22-C21-N22-C23	-117.0(2)
F21-C21-N22-C23	129.0(2)

Difluormalonodinitril (25)

Im Hochvakuum wurde in eine 0.3 mm Röntgenkapillare soviel Substanz einkondensiert, daß die Flüssigkeitssäule bei Raumtemperatur 3-5 mm beträgt. Die Kapillare wird im Hochvakuum abgeschmolzen und auf einen Goniometerkopf montiert. Zur Kristallzüchtung dient ein von Dietrichs et al. beschriebener Diffraktometeraufbau. [106]

Tabelle 25.1. Zell-, Meß- und Verfeinerungsparameter für Difluormalonodinitril **25**

Identifikationscode	cf2cn2
Summenformel	$C_3F_2N_2$
Molmasse	102.05
Meßtemperatur	150(2) K
Wellenlänge	71.068 pm
Kristallsystem, Raumgruppe	Monoklin, $P2_1/c$
Dimensionen der Elementarzelle	a = 619.2(2) pm b = 1757.3(1) pm c = 750.9(2) pm β = 90.43(3) °
Zellvolumen	$8176 \cdot 10^5(4)$ pm^3
Z, Dichte (ber.)	4, 1.659 mg/m^3
Absorptionskoeffizient	0.173 mm^{-1}
F(000)	400
Kristallabmessungen	0.3 mm Kapillare
Theta-Bereich der Datensammlung	2.32 bis 42.09 °.
Bereich der Indizes	$-11 \leq h \leq 11$, $-33 \leq k \leq 11$, $-3 \leq l \leq 14$
Reflexe gemessen / unabhängige	8025 / 5711 [R(int) = 0.0389]
Absorptionskorrektur	Keine

Verfeinerungsmethode	Kleinste Fehlerquadrate F^2
Daten / unberücksichtigt / Parameter	5711 / 0 / 127
Goodness-of-fit	1.094
Endgültige R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0486, wR2 = 0.1472
R indices (Alle Daten)	R1 = 0.1023, wR2 = 0.1692
Extinktionskoeffizient	keiner
Größter positiver und negativer Peak der Restelektronendichte in der Differenz-Fourieranalyse	520 und -288 $e \cdot pm^{-3}$

Tabelle 25.2. Atomkoordinaten (x 10^4) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren (pm^2 x 10^{-1}) für **25**. U(eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensors

Atom	x	Y	z	U(eq)
C11	9746(1)	6130(1)	4184(1)	22(1)
C12	8614(1)	6807(1)	3490(1)	24(1)
C13	11796(1)	5979(1)	3249(2)	24(1)
F11	10162(2)	6228(1)	5915(1)	31(1)
F12	8452(1)	5522(1)	4010(1)	32(1)
N11	7715(2)	7327(1)	2964(2)	35(1)
N12	13378(2)	5857(1)	2538(2)	35(1)
C21	4790(1)	6154(1)	8299(1)	22(1)
C22	6864(2)	6027(1)	9234(1)	23(1)
C23	3639(2)	6832(1)	8967(1)	25(1)
F21	3526(1)	5544(1)	8507(1)	32(1)
F22	5167(1)	6243(1)	6565(1)	33(1)
N21	8464(2)	5932(1)	9961(1)	31(1)
N22	2727(2)	7348(1)	9489(2)	35(1)

Tabelle 25.3. Bindungslängen [pm] für **25**

Atom(A)-Atom(B)	Bindungsabstand [pm]
C11-F11	133.4(1)
C11-F12	134.0(1)
C11-C12	147.4(1)
C11-C13	147.9(1)
C12-N11	113.9(1)
C13-N12	114.0(1)
C21-F22	133.3(1)
C21-F21	133.7(1)
C21-C23	147.7(1)
C21-C22	147.6(1)
C22-N21	114.0(1)
C23-N22	114.0(1)

Tabelle 23.4 . Bindungswinkel [°] für **23**

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
F11-C11-F12	108.0(1)
F11-C11-C12	109.1(1)
F12-C11-C12	109.0(1)
F11-C11-C13	109.0(1)
F12-C11-C13	109.0(1)
C12-C11-C13	112.6(1)
N11-C12-C11	179.1(1)
N12-C13-C11	179.3(1)
F22-C21-F21	108.3(1)
F22-C21-C23	109.1(1)
F21-C21-C23	108.8(1)

Atom(A)-Atom(B)-Atom(C)	Bindungswinkel [°]
F22-C21-C22	109.3(1)
F21-C21-C22	109.1(1)
C23-C21-C22	112.3(1)
N21-C22-C21	179.7(1)
N22-C23-C21	179.0(1)

Tabelle 25.5. Anisotrope Temperaturfaktoren ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **25**
Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert über: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U11 + .. + 2 h k a^* b^* U12]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C11	21(1)	23(1)	22(1)	1(1)	0(1)	1(1)
C12	22(1)	24(1)	27(1)	-3(1)	0(1)	2(1)
C13	24(1)	26(1)	22(1)	-1(1)	-1(1)	6(1)
F11	33(1)	43(1)	19(1)	1(1)	1(1)	2(1)
F12	30(1)	24(1)	41(1)	4(1)	-2(1)	-5(1)
N11	31(1)	28(1)	44(1)	-1(1)	-3(1)	7(1)
N12	29(1)	44(1)	32(1)	-5(1)	2(1)	10(1)
C21	21(1)	22(1)	22(1)	-1(1)	-2(1)	0(1)
C22	24(1)	23(1)	21(1)	-1(1)	0(1)	1(1)
C23	22(1)	24(1)	28(1)	2(1)	-1(1)	1(1)
F21	30(1)	23(1)	45(1)	-4(1)	-3(1)	-6(1)
F22	34(1)	47(1)	18(1)	-2(1)	-3(1)	4(1)
N21	28(1)	34(1)	31(1)	2(1)	-5(1)	3(1)
N22	31(1)	27(1)	47(1)	-2(1)	0(1)	6(1)