

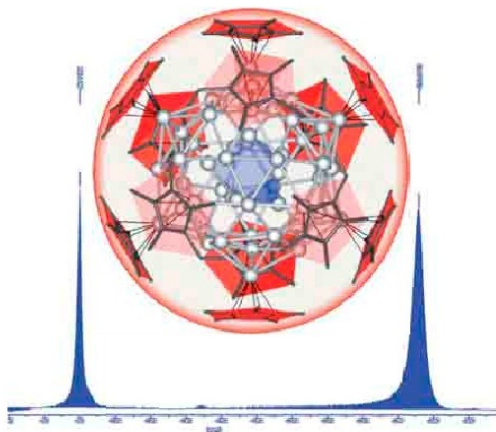


Jean Vollet (Autor)

## **Darstellung und strukturelle Charakterisierung neuer polyedrischer und metalloider Al-Cluster**

Jean Vollet

Darstellung und strukturelle Charakterisierung  
neuer polyedrischer und metalloider  
Al-Cluster



Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/2741>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,  
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>

---

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung und Aufgabenstellung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Niedervalente Aluminiumverbindungen</b>	<b>4</b>
<b>2.1</b>	<b>Aluminiumorganische Verbindungen</b>	<b>4</b>
2.1.1	Allgemeines zum Aluminium	4
2.1.2	Subvalente Aluminiumorganyle	4
<b>2.2</b>	<b>Pentamethylcyclopentadienylaluminium</b>	<b>8</b>
2.2.1	Dekamethylmagnesocen und andere Hauptgruppenmetallocene	8
2.2.2	Synthese und Charakterisierung von $[\text{AlCp}^*]_4$ <b>1</b> und vom $[\text{AlCp}^*]$ <b>2</b>	9
2.2.3	Reaktionsprodukte bei Umsetzungen mit $[\text{AlCp}^*]_4 \rightleftharpoons [\text{AlCp}^*]$ in Lösung	12
2.2.4	Al-Cluster mit stabilisierenden $[\text{AlCp}^*]$ -Resten	14
<b>2.3</b>	<b>Metalloide Aluminium-Cluster</b>	<b>14</b>
<b>2.4</b>	<b>Isolierte Aluminiumsubhalogenide</b>	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>Techniken und Methoden</b>	<b>20</b>
<b>3.1</b>	<b>Darstellung von Aluminiumsubhalogeniden</b>	<b>20</b>
3.1.1	Grundlagen der Kokondensationstechnik	20
3.1.2	Darstellung von $\text{Al}^{\text{I}}\text{X}$ -haltigen Lösungen	21
3.1.3	Subvalente „ $\text{AlX} \cdot \text{D}$ “-Lösungen	23
<b>3.2</b>	<b><math>^{27}\text{Al}</math>-NMR-Spektroskopie</b>	<b>24</b>
3.2.1	Grundlagen zur $^{27}\text{Al}$ -NMR-Spektroskopie	24
3.2.2	Einordnung der Verbindungen	27
<b>3.3</b>	<b>SQUID-Magnetometer</b>	<b>29</b>
<b>4</b>	<b><math>\text{AlCp}^*</math> – Synthese und Charakterisierung</b>	<b>33</b>
<b>4.1</b>	<b>Dekamethylmagnesocen</b>	<b>33</b>
4.1.1	Einleitung	33
4.1.2	Charakterisierung der Reaktion	34
4.1.3	Diskussion der Ergebnisse	35
4.1.4	Experimentelles	37

---

4.1.5	Schlussbetrachtung	37
<b>4.2</b>	<b>Synthese von <math>[\text{AlCp}^*]_4</math> mit <math>\text{AlCl} \cdot \text{Et}_2\text{O}</math></b>	<b>37</b>
4.2.1	Einleitung	37
4.2.2	Charakterisierung der Reaktion	38
4.2.3	Diskussion	40
4.2.4	Experimentelles	44
4.2.5	Schlussbetrachtung	45
<b>5</b>	<b>Teilsubstituierte metalloide Aluminiumcluster</b>	<b>46</b>
<b>5.1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>46</b>
<b>5.2</b>	<b>Charakterisierung der Reaktionen</b>	<b>47</b>
5.2.1	Reaktion von $[\text{AlBr} \cdot \text{NEt}_3]_4$ <b>4</b> mit $[\text{AlCp}^*]_4$ <b>1</b>	47
5.2.2	$\text{MgCp}^*_2$ <b>6</b> und $\text{AlCl} \cdot \text{Et}_2\text{O}$	51
<b>5.3</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>56</b>
<b>5.4</b>	<b>Experimentelles</b>	<b>62</b>
<b>5.5</b>	<b>Schlussbetrachtung</b>	<b>63</b>
<b>6</b>	<b>Dodekakis(pentamethylcyclopentadienyl)pentacontaalan</b>	<b>65</b>
<b>6.1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>65</b>
<b>6.2</b>	<b>Synthese und strukturelle Charakterisierung</b>	<b>66</b>
<b>6.3</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>72</b>
<b>6.4</b>	<b>Weitere Charakterisierung von <u>13</u></b>	<b>78</b>
<b>6.5</b>	<b>Experimentelles</b>	<b>85</b>
<b>6.6</b>	<b>Schlussbetrachtung</b>	<b>86</b>
<b>7</b>	<b>Umsetzungen mit Tris(trimethylsilyl)silanid – ein Weg zur Darstellung von Silaalan-Polyedern?</b>	<b>88</b>
<b>7.1</b>	<b>Allgemeines</b>	<b>88</b>
<b>7.2</b>	<b>Umsetzungen mit <math>\text{LiHsi} \cdot 2, x\text{THF}</math> (<math>\text{Hsi} = -[\text{Si}(\text{SiMe}_3)_3]</math>)</b>	<b>88</b>
7.2.1	Einleitung	88
7.2.2	Synthese und Charakterisierung	90
7.2.3	Diskussion der Ergebnisse	93
7.2.4	Experimentelles	96

---

7.3	<b>Umsetzungen mit <math>\text{KHsi} \cdot 2\text{THF}</math>, <math>\text{KSi}(\text{SiMe}_3)_2\text{Hex}</math> und <math>\text{Mg}(\text{Hsi})_2 \cdot 2\text{THF}</math></b>	<b>97</b>
7.3.1	Einleitung	97
7.3.2	Synthese und Charakterisierung	98
7.3.3	Diskussion der Ergebnisse	101
7.3.4	Experimentelles	102
7.4	<b>Schlussbetrachtung</b>	<b>104</b>
<b>8</b>	<b>Charakterisierte Nebenprodukte</b>	<b>106</b>
8.1	$[\text{AlBr}_2 \cdot \text{NEt}_3]_2$ <u>7</u> und $[\text{AlBr}_3 \cdot \text{NEt}_3]$ <u>8</u>	106
8.2	$\{[\text{Mg}_6\text{Cl}_8\text{Cp}^*_5] [\text{AlCp}^*_2]^+\} \cdot \text{C}_6\text{H}_6$ <u>11</u>	108
8.3	$[\text{MgCp}^*\text{Br} \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}]_2$ <u>12</u> und $[\text{MgCp}^*\text{Br} \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2]_2$ <u>14</u>	110
8.4	$[\text{AlBr}_2\text{Hsi}_2][\text{Li}(\text{THF})_4]$ <u>17</u> und $[\text{AlMe}_2\text{Hsi}_2][\text{Li}(\text{THF})_4]$ <u>18</u>	113
8.5	$[\text{MgHsiCl} \cdot \text{THF}]_2$ <u>20</u>	115
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>117</b>
<b>10</b>	<b>Experimenteller Teil</b>	<b>121</b>
10.1	Ausgangsverbindungen	121
10.2	Allgemeine Arbeitstechnik	122
10.3	Spektroskopische Methoden	123
10.3.1	NMR-Spektroskopie in Lösung	123
10.3.2	EPR-Spektroskopie	124
10.3.3	IR-Spektroskopie	124
10.3.4	Massenspektrometrie	124
10.4	Mikroskopische Methoden	125
10.5	Magnetische Messung	125
10.6	Kristallstrukturanalyse	125
10.7	Ab-initio-Rechnungen	126
10.8	Verwendete Hardware	126
<b>11</b>	<b>Anhang</b>	<b>127</b>
11.1	Abkürzungsverzeichnis	127
11.2	Verbindungsnummerierung	130
11.3	Daten zu den Kristallstrukturanalysen	131

---

<b>11.4</b>	<b>ORTEP-Darstellungen</b>	<b>139</b>
<b>11.5</b>	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>152</b>
<b>11.6</b>	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>157</b>
<b>11.7</b>	<b>Publikationsliste und Tagungsbeiträge</b>	<b>159</b>
<b>12</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>160</b>