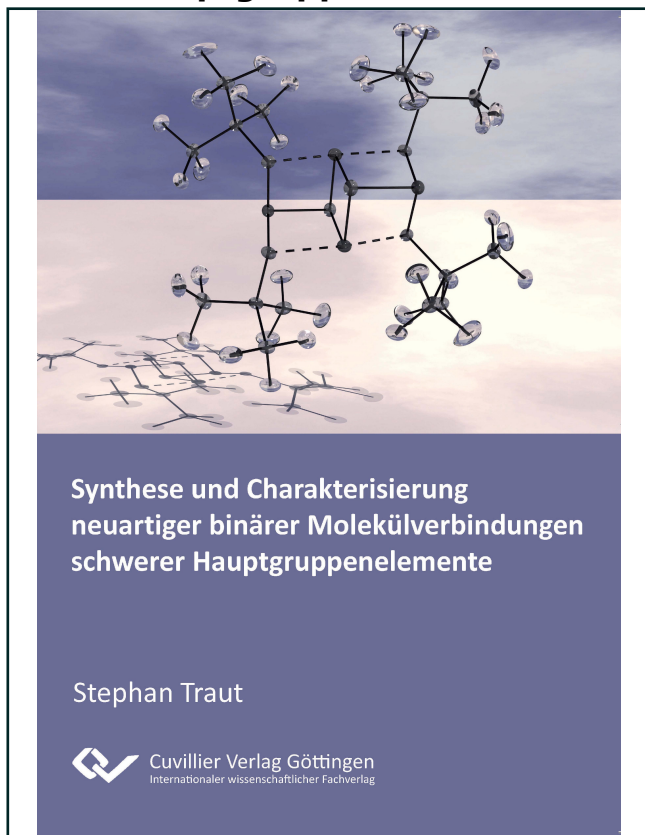




Stephan Traut (Autor)

# Synthese und Charakterisierung neuartiger binärer Molekülverbindungen schwerer Hauptgruppenelemente



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/397>

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</b> .....	<b>1</b>
1.1	ALLGEMEINER TEIL .....	1
1.2	BINÄRE MOLEKÜLVERBINDUNGEN.....	2
1.2.1	<i>Binäre Gruppe 14/15-Molekülverbindungen</i> .....	2
1.2.2	<i>Binäre Interpnikogen-Molekülverbindungen</i> .....	5
1.2.3	<i>Binäre Tellurverbindungen der 14. und 15. Gruppe</i> .....	7
1.3	THERMOELEKTRISCHE MATERIALIEN .....	9
1.3.1	<i>Der Seebeck-Effekt</i> .....	9
1.3.2	<i>Gütezah <math>zT</math> nach Altenkirch</i> .....	10
1.3.3	<i>Binäre Molekülverbindungen als Vorläufer für thermoelektrische Materialien</i> .....	10
<b>2</b>	<b>AUFGABENSTELLUNG UND ZIELSETZUNG</b> .....	<b>12</b>
<b>3</b>	<b>DISKUSSION DER ERGEBNISSE</b> .....	<b>14</b>
3.1	SYNTHESEPRINZIPIEN .....	14
3.2	DARSTELLUNG UND CHARAKTERISIERUNG VON SILYLVERBINDUNGEN DER PNIKOGENE UND CHALCOGENE.....	14
3.2.1	<i>Silylverbindungen des Phosphors, Arsens und Tellurs</i> .....	15
3.2.2	<i>Dilithiumphosphandiide und -arsandiide</i> .....	16
3.2.3	<i>Darstellung und Charakterisierung von <math>(Me_3Si)_3C BiCl_2</math> (4)</i> .....	20
3.3	BINÄRE 14/15-MOLEKÜLVERBINDUNGEN .....	22
3.3.1	<i>Untersuchungen zu Reaktion der primären Phosphane bzw. Arsane <math>tBu_2PhSiEH_2</math> mit den Amidinen <math>[M\{N(SiMe_3)_2\}_2]</math> (<math>M = Sn, Pb</math>)</i> .....	22
3.3.2	<i>Untersuchungen zur Reaktion des Dilithiumsilylarsandiids <math>[tBu_2PhSiAsLi_2]_8</math> (2) mit <math>SnCl_2</math></i> .....	27
3.3.3	<i>Untersuchungen zur Reaktion des primären Silylphosphans <math>(Me_3Si)_3SiPH_2</math> mit den Amidinen <math>M\{N(SiMe_3)_2\}_2</math> (<math>M = Sn, Pb</math>)</i> .....	32
3.3.4	<i>Untersuchungen zur Reaktion der gemischt silylierten Phosphane bzw. Arsane <math>(Me_3Si)_3SiE(SiMe_3)_2</math> mit <math>MCl_2</math> (<math>M = Sn, Pb</math>)</i> .....	35
3.3.5	<i>Darstellung und Charakterisierung der Blei-Antimon-Käfigverbindung <math>[(iPr_3SiSb)_6Pb_4]</math> (16)</i> .....	41
3.4	BINÄRE 15/15-MOLEKÜLVERBINDUNGEN .....	44
3.4.1	<i>Untersuchungen zur Darstellung von Phosphor-Bismut-Verbindungen</i> .....	44
3.4.2	<i>Untersuchungen zur Darstellung von Arsen-Antimonverbindungen und Arsen-Bismutverbindungen</i> .....	47
3.5	BINÄRE GRUPPE 16 -MOLEKÜLVERBINDUNGEN .....	55
3.5.1	<i>Untersuchungen zur Reaktion gemischt silylierter Tellurverbindungen mit <math>MCl_2</math> (<math>M = Sn, Pb</math>)</i> .....	55

3.5.2	Untersuchungen zur Reaktion gemischt silylierter Tellur-verbindungen mit $\text{BiCl}_3$ und $\text{RBiCl}_2$ ( $\text{R} = (\text{Me}_3\text{Si})_2\text{CH}$ , $(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{C}$ ).....	62
<b>4</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL .....</b>	<b>71</b>
4.1	ALLGEMEINER TEIL .....	71
4.1.1	Arbeitstechnik.....	71
4.1.2	Schutzgas.....	71
4.1.3	Lösungsmittel.....	71
4.1.4	Spektroskopische Untersuchungen .....	71
4.2	DARSTELLUNG DER AUSGANGSVERBINDUNGEN .....	73
4.2.1	Darstellung von $[\text{LiPH}_2 \cdot (\text{dme})]$ .....	73
4.2.2	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiH}$ .....	74
4.2.3	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiCl}$ .....	74
4.2.4	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiBr}$ .....	75
4.2.5	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiNa}(\text{thf})]$ .....	75
4.2.6	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiTeNa}(\text{thf})_2]$ .....	76
4.3	DARSTELLUNG VON SILYLVERBINDUNGEN DES PHOSPHORS, ARSENS UND TELLURS .....	77
4.3.1	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiPH}_2$ .....	77
4.3.2	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiAsH}_2$ .....	78
4.3.3	Darstellung von $(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiAs}(\text{SiMe}_3)_2$ .....	79
4.3.4	Darstellung von $t\text{Bu}_2\text{PhSiTeSiMe}_3$ .....	80
4.4	DARSTELLUNG VON DILITHIUMPHOSPHANDIIDEN UND -ARSANDIIDEN .....	81
4.4.1	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiPLi}_2]_8$ (1).....	81
4.4.2	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiAsLi}_2]_8$ (2).....	81
4.4.3	Darstellung von $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPLi}_2]_6 \cdot 2 \text{ tol}$ (3).....	82
4.5	DARSTELLUNG VON $(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CBiCl}_2$ (4) .....	83
4.6	DARSTELLUNG VON 14/15-MOLEKÜLVERBINDUNGEN.....	84
4.6.1	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiPSn}]_4$ (5) .....	84
4.6.2	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiPPb}]_4$ (6) .....	84
4.6.3	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiAsSn}]_4$ (7) .....	85
4.6.4	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiAsPb}]_4 \cdot 2 \text{ thf}$ (8).....	86
4.6.5	Darstellung von $[(t\text{Bu}_2\text{PhSiAs})_4\text{Sn}_3\text{Li}_2 \cdot 6 \text{ Et}_2\text{O}$ (9) .....	87
4.6.6	Darstellung von $[(t\text{Bu}_2\text{PhSiAsSn})_4 \cdot \text{SnCl}(\text{Bu})]$ (10).....	87
4.6.7	Darstellung von $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPSn}]_4$ (11).....	88
4.6.8	Darstellung von $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPPb}]_4$ (12).....	89
4.6.9	Darstellung von $\{[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiP}]_2\text{Sn}_3\text{Cl}_3\} \cdot [\text{Li}(\text{thf})_4]^+ \cdot \{[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiP}]_2\text{Sn}_3\text{Cl}_2\} \cdot \text{tol}$ (13) .....	89
4.6.10	Darstellung von $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiAsSn}]_4 \cdot 2 \text{ tol}$ (14).....	90
4.6.11	Darstellung von $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiAsPb}]_4 \cdot 2 \text{ tol}$ (15).....	91
4.6.12	Darstellung von $[(i\text{Pr}_3\text{SiSb})_6\text{Pb}_4]$ (16).....	91
4.7	DARSTELLUNG VON 15/15-MOLEKÜLVERBINDUNGEN.....	92
4.7.1	Darstellung von $[t\text{Bu}_2\text{PhSiP}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (17).....	92

4.7.2	Darstellung von $[P(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_3]$ (18).....	92
4.7.3	Darstellung von $[(\text{tBu}_2\text{PhSiAs})_4\text{Sb}_4] \cdot \text{tol}$ (19).....	93
4.7.4	Darstellung von $[\text{tBu}_2\text{PhSiAs}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (20).....	94
4.7.5	Darstellung von $[\text{iPr}_3\text{SiAs}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (21) und $[\text{As}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]_2$ (22) .....	94
4.7.6	Darstellung von $[\text{As}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]_2$ (22).....	95
4.8	DARSTELLUNG VON GRUPPE 16-MOLEKÜLVERBINDUNGEN .....	96
4.8.1	Darstellung von $[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_4\text{Sn}_2]$ (23).....	96
4.8.2	Darstellung von $[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_4\text{Pb}_2]$ (24).....	96
4.8.3	Darstellung von $[\{(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiTe}\}_4\text{Te}_2\text{Sn}_4]$ (25).....	97
4.8.4	Darstellung von $[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_3\text{Bi}]$ (26).....	98
4.8.5	Darstellung von $[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_2\text{BiC}(\text{SiMe}_3)_3]$ (27).....	99
4.8.6	Darstellung von $[\{(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiTe}\}_2\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2]$ (28).....	99
4.8.7	Darstellung von $[\{(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiTe}\}_2\text{BiC}(\text{SiMe}_3)_3] \cdot \text{Et}_2\text{O}$ (29).....	100
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>101</b>
<b>6</b>	<b>KRISTALLSTRUKTURANALYSEN .....</b>	<b>108</b>
6.1	ALLGEMEINES.....	108
6.2	KRISTALLSTRUKTURDATEN.....	110
6.2.1	$[\text{tBu}_2\text{PhSiAsLi}_2]_8$ (2).....	110
6.2.2	$[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPLi}_2]_6 \cdot 2 \text{ tol}$ (3).....	111
6.2.3	$(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CBiCl}_2$ (4).....	112
6.2.4	$[\text{tBu}_2\text{PhSiPSn}]_4$ (5).....	113
6.2.5	$[\text{tBu}_2\text{PhSiPPb}]_4$ (6).....	114
6.2.6	$[\text{tBu}_2\text{PhSiAsPb}]_4 \cdot 2 \text{ thf}$ (8).....	115
6.2.7	$[(\text{tBu}_2\text{PhSiAs})_4\text{Sn}_3\text{Li}_2] \cdot 6 \text{ Et}_2\text{O}$ (9).....	116
6.2.8	$[(\text{tBu}_2\text{PhSiAsSn})_4 \cdot \text{Sn}(\text{Cl})\text{Bu}]$ (10).....	117
6.2.9	$[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPSn}]_4$ (11).....	118
6.2.10	$[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiPPb}]_4$ (12).....	119
6.2.11	Darstellung von $[\{(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiP}\}_2\text{Sn}_3\text{Cl}_3]^- \cdot [\text{Li}(\text{thf})_4]^+ \cdot [\{(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiP}\}_2\text{Sn}_3\text{Cl}_2] \cdot \text{tol}$ (13).....	120
6.2.12	$[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiAsSn}]_4 \cdot 2 \text{ tol}$ (14).....	121
6.2.13	$[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{SiAsPb}]_4 \cdot 2 \text{ tol}$ (15).....	122
6.2.14	$[(\text{iPr}_3\text{SiSb})_6\text{Pb}_4]$ (16).....	123
6.2.15	$[\text{tBu}_2\text{PhSiP}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (17).....	124
6.2.16	$[P(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_3]$ (18).....	125
6.2.17	$[(\text{tBu}_2\text{PhSiAs})_4\text{Sb}_4] \cdot \text{tol}$ (19).....	126
6.2.18	$[\text{tBu}_2\text{PhSiAs}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (20).....	127
6.2.19	$[\text{iPr}_3\text{SiAs}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]$ (21).....	128
6.2.20	$[\text{As}(\text{BiCH}(\text{SiMe}_3)_2\text{Cl})_2]_2$ (22).....	129
6.2.21	$[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_4\text{Sn}_2]$ (23).....	130
6.2.22	$[(\text{tBu}_2\text{PhSiTe})_4\text{Pb}_2]$ (24).....	131

6.2.23	$[(Me_3Si)_3SiTe]_4Te_2Sn_4$ (25)	132
6.2.24	$[(tBu_2PhSiTe)_3Bi]$ (26)	133
6.2.25	$[(tBu_2PhSiTe)_2BiC(SiMe_3)_3]$ (27)	134
6.2.26	$[(Me_3Si)_3SiTe]_2BiCH(SiMe_3)_2$ (28)	135
6.2.27	$[(Me_3Si)_3SiTe]_2BiC(SiMe_3)_3 \cdot Et_2O$ (29)	136
<b>7</b>	<b>ANHANG</b>	<b>137</b>
7.1	VERWENDETE ABKÜRZUNGEN	137
7.2	NUMMERIERUNG DER VERBINDUNGEN	138
7.3	LITERATURVERZEICHNIS	139
7.4	LEBENS LAUF	147
7.5	PUBLIKATIONS LISTE	149
7.6	DANKSAGUNGEN	150