

---

**Neue Verbindungen mit Germanium-Germanium-  
und Germanium-Kohlenstoff-Mehrfachbindungen**

---

Von der Fakultät für Mathematik und Naturwissenschaften  
der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg  
zur Erlangung des Grades und Titels eines  
Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)  
angenommene Dissertation

von

**Björn Pampuch**

geboren am 04.05.1976 in Wilhelmshaven

**Gutachter:** Prof. Dr. M. Weidenbruch

**Zweitgutachter:** Prof. Dr. R. Beckhaus

**Tag der Disputation:** 12. Mai 2006

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Beschreibung und Diskussion der Versuchsergebnisse.....</b>	<b>4</b>
2.1	Tetraaryldigermene .....	4
2.2	Bisgermaethene und Bisgermirene.....	12
2.3	Reaktionen eines acetylenverbrückten Bisgermaethens .....	18
2.4	Reaktionen von 1,4-Diazabutadienderivaten .....	23
<b>3</b>	<b>Experimenteller Teil .....</b>	<b>32</b>
3.1	Allgemeines.....	32
3.2	Lösungsmittel .....	32
3.3	Spektroskopie und Analysemethoden.....	32
3.4	Ausgangsverbindungen .....	34
3.4.1	1-Brom-2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylbenzol .....	36
3.4.2	1-Brom-2,5-di- <i>tert</i> -butylbenzol .....	37
3.4.3	1,3-Butadiin .....	38
3.4.4	Germaniumdichlorid•Dioxan.....	39
3.4.5	Tetrakis(2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylphenyl)digermen .....	40
3.4.6	1,4-Bis(bis(2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen)-1,4-diphenyl-2-butin.....	41
3.4.7	<i>N</i> -Aryl- und <i>N</i> -Alkylpyridin-2-aldimine.....	42
3.5	<b>Synthese eines neuen Digermens und erste Umsetzungen .....</b>	<b>46</b>
3.5.1	Synthese von Tetrakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)digermen .....	46
3.5.2	Hexakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)trigerma-1,3-dioxolan und 1,1,2,2-Tetrakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)digerman-1-ol.....	47
3.5.3	Versuchte Umsetzung mit 2,4-Hexadiin.....	48
3.5.4	Versuchte Umsetzung mit 1,4-Diphenylbutadiin .....	48
3.6	<b>Umsetzungen eines Germylens mit konjugierten Diinen .....</b>	<b>49</b>
3.6.1	Umsetzung mit 2,4-Hexadiin .....	49
3.6.2	Versuchte Umsetzung mit 1,3-Butadiin.....	50
3.7	<b>Versuchte Umsetzungen eines acetylenverbrückten Bisgermaethens ....</b>	<b>52</b>
3.7.1	1-Adamantylnitril.....	52
3.7.2	Acetonitril .....	52
3.7.3	Benzonitril.....	53

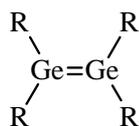
3.7.4	Tetracyanochinodimethan.....	53
3.7.5	Acrolein.....	54
3.7.6	Pivaloylchlorid.....	54
3.7.7	2-Methoxyphenylisonitril .....	55
3.7.8	Methylisothiocyanat.....	55
3.7.9	<i>N,N'</i> -Di(cyclohexyl)carbodiimid .....	56
3.7.10	Benzo[c]cinnolin.....	56
3.7.11	Sauerstoff .....	57
3.7.12	Schwefel.....	57
3.7.13	Selen.....	58
3.7.14	Tellur.....	59
<b>3.8</b>	<b>Umsetzungen eines Germylens mit 2-Pyridylderivaten .....</b>	<b>60</b>
3.8.1	Umsetzung mit <i>N</i> -Phenylpyridin-2-aldimin .....	60
3.8.2	Umsetzung mit <i>N</i> -Isopropylpyridin-2-aldimin .....	62
3.8.3	Versuchte Umsetzung mit <i>N</i> -Phenyl-6-methylpyridin-2-aldimin .....	64
3.8.4	Versuchte Umsetzung mit <i>N</i> -Mesitylpyridin-2-aldimin .....	64
3.8.5	Versuchte Umsetzung mit <i>N</i> -Mesityl-6-methylpyridin-2-aldimin .....	65
3.8.6	Versuchte Umsetzung mit <i>N-tert</i> -Butylpyridin-2-aldimin.....	65
3.8.7	Versuchte Umsetzung mit 2,2'-Bipyridin.....	66
<b>4</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>67</b>
<b>5</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>71</b>
<b>6</b>	<b>Anhang .....</b>	<b>i</b>
<b>6.1</b>	<b>Kristall- und Strukturdaten.....</b>	<b>i</b>
6.1.1	Tetrakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)digermen.....	i
6.1.2	Hexakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)trigerman-1,3-dioxolan.....	v
6.1.3	Tetrakis(2,5-di- <i>tert</i> -butylphenyl)digerman-1-ol .....	x
6.1.4	2,5-Bis(bis(2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen)-3-hexin....	xviii
6.1.5	1,1-Bis(2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-phenyl-1,2- dihydro-2,7a-diaza-1-germainden.....	xx
6.1.6	1,1-Bis(2- <i>tert</i> -butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-isopropyl-1,2- dihydro-2,7a-diaza-1-germainden.....	xxvi
<b>6.2</b>	<b>Abkürzungs- und Symbolverzeichnis .....</b>	<b>xxix</b>

**Anmerkung**

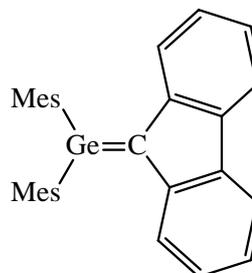
Anstelle der von der IUPAC vorgeschlagenen Bezeichnungen „Silandiyl“ und „Germandiyl“ werden im Rahmen dieser Arbeit die allgemein gebräuchlichen Begriffe „Silylen“ und „Germylen“ verwendet.

## 1 Einleitung

Digermene, Verbindungen mit einer Germanium-Germanium-Doppelbindung, sind seit 1982 bekannt.<sup>[1]</sup> Fünf Jahre später erfolgte die Synthese und Charakterisierung des ersten Germens, eines Moleküls mit einer Germanium-Kohlenstoff-Doppelbindung.<sup>[2]</sup>



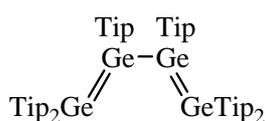
R = 2,6-Me<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>



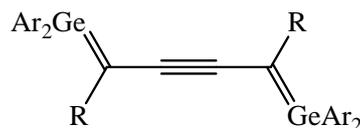
Mes = 2,4,6-Me<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>

Inzwischen sind eine Reihe weiterer Vertreter dieser Verbindungsklasse bekannt geworden, ihre Chemie wurde jedoch nur unzureichend beschrieben.

Neue Akzente setzten kürzlich Meiners und H. Schäfer aus unserem Arbeitskreis mit der geglückten Bildung acetylenverknüpfter Bisgermene<sup>[3, 4]</sup> und des ersten Tetragermabutadiens.<sup>[5]</sup> Allerdings konnten diese Molekülsorten bisher nur unzureichend in ihrer chemischen Reaktivität charakterisiert werden.



Tip = 2,4,6-*i*Pr<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>



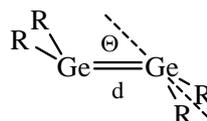
R = Ph, *n*Bu  
Ar = 2-*t*Bu-4,5,6-Me<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H

Aufgabe der vorliegenden Arbeit war es, weitere Moleküle aus diesen Verbindungsklassen zu isolieren und auf ihre Reaktivität hin zu testen.

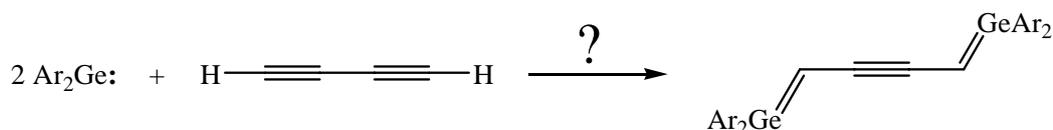
Während die letztgenannten Verbindungen sowohl im festen Zustand als auch in Lösung stabil sind, verhalten sich Digermene weniger einheitlich. Im festen Zustand sind sie zwar alle beständig, jedoch zerfällt der Großteil der bisher hergestellten Moleküle mit einer Ge–Ge-Doppelbindung in Lösung in Germylene, Teilchen mit einem Elektronensextett in der äußeren Schale.



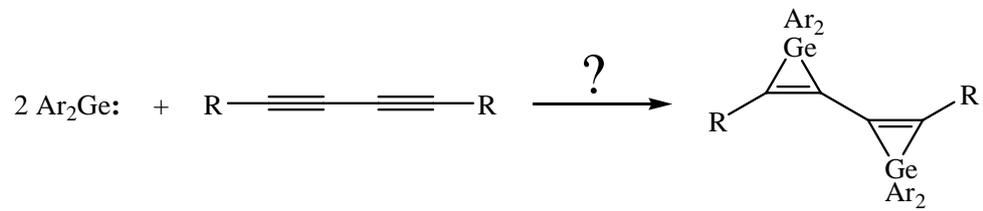
Ein bisher ungeklärtes Phänomen ist das Verhalten der Ge–Ge-Doppelbindung in Abhängigkeit von den jeweiligen Substituenten. Dieses lässt sich weder mit Ge–Ge-Bindungslängen noch mit den *trans*-Abknickwinkeln der Substituenten vom Ge–Ge-Vektor korrelieren.



Deshalb sollte versucht werden, ein neues Tetraaryldigermen herzustellen, das nur einen Substituenten in der *ortho*-Position aufweist. Gleiches galt auch für die acetylenverbrückten Bisgermaethene, bei denen nach Vertretern mit möglichst kleinen Gruppen an der C–C≡C–C-Einheit gesucht werden sollte. Ein entsprechendes Molekül mit Methylgruppen war bereits von Meiners erhalten worden, konnte jedoch wegen der außerordentlichen Luftempfindlichkeit nicht strukturell charakterisiert werden. Hier galt es, diese Synthese zu wiederholen und nach Möglichkeit die resultierende Verbindung durch eine Röntgenstrukturanalyse in ihrer Konstitution auszuweisen. Ein hochgestecktes Ziel war schließlich die Reaktion von 1,3-Butadiin mit Diarylgermylenen, aus der vielleicht ein an der C<sub>4</sub>-Kette unsubstituiertes Bisgermaethen erhalten werden konnte.



DFT-Rechnungen zufolge sollten bei der Reaktion von konjugierten Diinen mit kleineren Germylenen C–C-verknüpfte Bisgermyrene gebildet werden. In dieser Arbeit sollte versucht werden, diese Befunde durch experimentelle Ergebnisse zu untermauern.

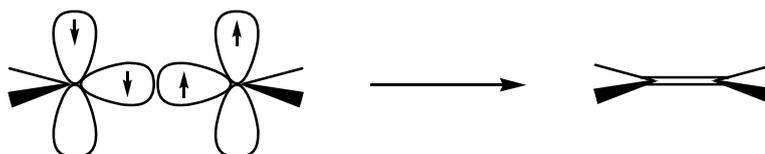


## 2 Beschreibung und Diskussion der Versuchsergebnisse

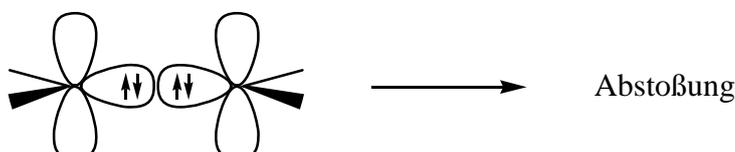
### 2.1 Tetraaryldigermene

Während Alkene mit sterisch anspruchslosen Substituenten planar aufgebaut sind, kommt es bei großvolumigen Gruppen zu einer Verdrillung der C–C-Doppelbindung, ohne dass jedoch die C–C-Bindungslänge merklich zunimmt. Eine andere Art der Torsion zeigen die schwereren Homologe der Alkene, bei denen eine mehr oder minder ausgeprägte *trans*-Abwinklung der Substituenten auftritt. Erklären lässt sich dieses Phänomen nach dem Modell von Carter, Goddard, Malrieu und Trinquier,<sup>[6]</sup> bei dem die jeweilige Doppelbindung durch das Zusammentreffen zweier Carbene, Silylene usw. gebildet wird.

Carbene können abhängig vom Substituenten im Singulett- oder Triplett-Grundzustand vorliegen. Darüber hinaus ist die energetische Differenz zwischen den beiden Zuständen relativ gering. Dadurch können Carbene, die im Singulett-Grundzustand vorliegen, leicht in den Triplett-Zustand angeregt werden. Die klassische Doppelbindung mit einer planaren Anordnung der Substituenten entsteht aus der Annäherung zweier Carbene im Triplett-Zustand. Die Überlappung der Orbitale führt zur Ausbildung einer  $\sigma$ - und einer  $\pi$ -Bindung.



Die schwereren Carbenhomologe liegen fast ausnahmslos im Singulett-Grundzustand vor. Die Singulett-Triplett-Anregungsenergie steigt mit der Ordnungszahl, sodass auch eine Anregung in den Triplett-Zustand mehr Energie benötigt als durch die Ausbildung der Bindungen kompensiert werden kann. Wenn sich zwei Singulett-Teilchen in der oben beschriebenen Weise annähern, kommt es zur Abstoßung der vollbesetzten Orbitale.

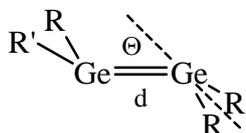


Eine Bindung ist möglich, wenn die Teilchen gegeneinander rotieren, sodass jeweils das vollbesetzte s-Orbital des einen Fragments mit dem freien p-Orbital des anderen Fragments überlappen kann. Dadurch kommt es zur Ausbildung einer Doppelbindung, die als doppelte Lewis-Säure/Base-Wechselwirkung beschrieben werden kann.



Aus der Rotation ergibt sich zwangsläufig die Abwinklung der Substituenten. Der *trans*-Abknickwinkel  $\Theta$  nimmt innerhalb der Gruppe 14 zu den schweren Elementen hin zu. Während Disilene kaum eine Abwinklung der Substituenten aufweisen, ist sie bei den Diplumbenen deutlich ausgeprägt.<sup>[7]</sup>

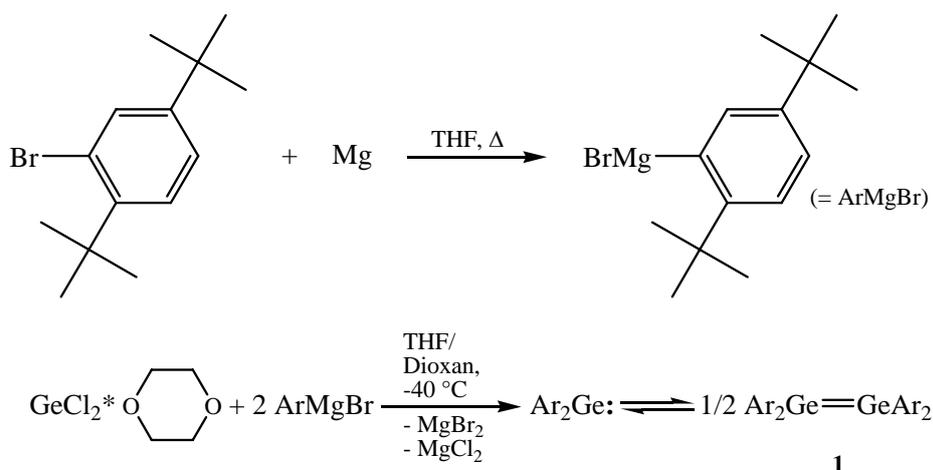
Derzeit sind sechs Tetraaryldigermene strukturell charakterisiert. Im Rahmen dieser Arbeit konnte der Verbindungsklasse ein weiteres Exemplar hinzugefügt werden. Bis heute ist der Einfluss der Substituentengröße auf die Ge–Ge-Bindungslänge und auf den Grad der Abwinklung der Substituenten nicht verstanden, die im Folgenden tabellarisch aufgelistet sind.



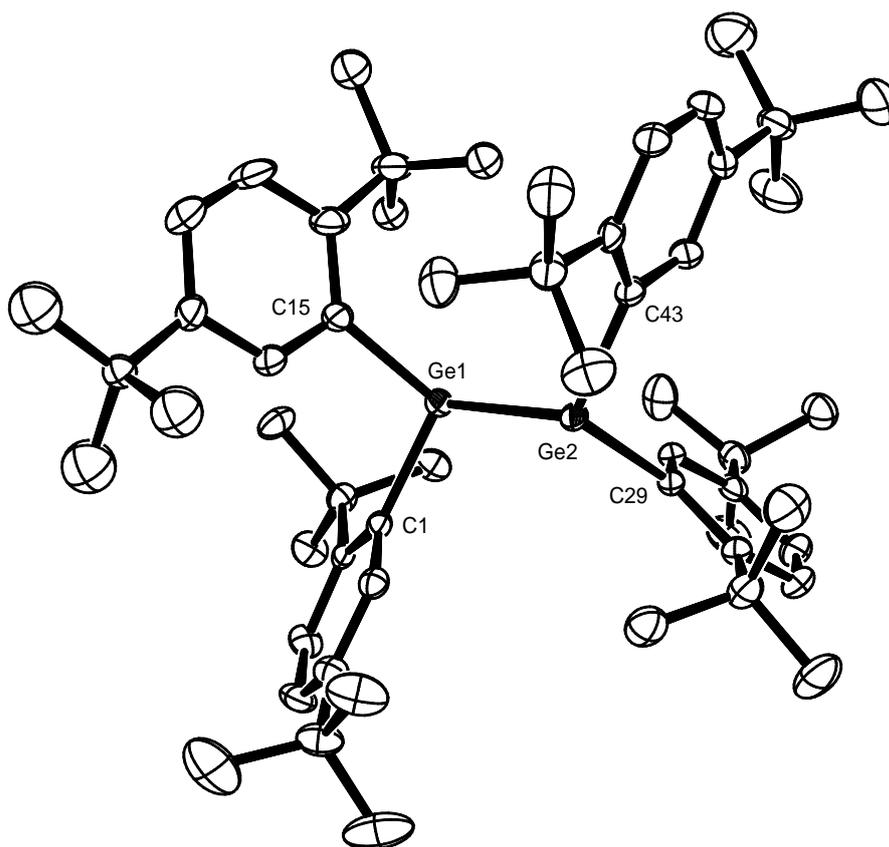
	R, R'	d [pm]	$\Theta$ [°]
1	R = R' = 2,6-Diethylphenyl <sup>[8]</sup>	221,3	15
2	R = R' = 2- <i>tert</i> -Butyl-4,5,6-trimethylphenyl <sup>[9]</sup>	225,2	0
3	R = R' = 2,4,6-Triisopropylphenyl <sup>[10, 11]</sup>	226,4 228,9	12
4	R = 2,6-Diisopropylphenyl R' = Mesityl <sup>[12]</sup>	230,1	36
5	R = 2,6-Diisopropylphenyl R' = Phenyl <sup>[13]</sup>	231,8	34
6	R = R' = 2,5-Di- <i>tert</i> -butylphenyl	236,4	37 43
7	R = 2,4,6-Tris(bis(trimethylsilyl)methyl)phenyl R' = Mesityl <sup>[14]</sup>	241,6	k. A.

Auffällig ist, dass in der Reihe der Digermene 3, 4 und 5 die Bindungslänge  $d$  zunimmt, obwohl die Substituenten kleiner werden. Noch sehr viel deutlicher ausgeprägt tritt dieser Effekt bei den Digermenen 2 und 6 zutage. Eine Korrelation des *trans*-Abknickwinkels  $\Theta$  mit der Substituentengröße ist nicht erkennbar.

Auf der Suche nach einem Germylen mit verringertem sterischen Anspruch wurde im Rahmen dieser Arbeit Germaniumdichlorid•Dioxan mit 2,5-Di-*tert*-butylphenylmagnesiumbromid umgesetzt.



Zu einer Lösung der frisch hergestellten Grignard-Verbindung in THF wurde eine Lösung von Germaniumdichlorid•Dioxan in THF/1,4-Dioxan bei  $-40^\circ\text{C}$  getropft. Das Reaktionsgemisch nahm tiefrote Farbe an. Nachdem sich die Lösung auf Raumtemperatur erwärmt hatte, wurden die Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert und anschließend das gewünschte Produkt mit *n*-Hexan aus den Magnesiumsalzen extrahiert. Kristallisation bei  $-4^\circ\text{C}$  lieferte orangefarbene Prismen. Eine Röntgenstrukturanalyse bestätigte, dass es sich dabei um das gewünschte Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen **1** handelt. Es ist das erste strukturell charakterisierte Digermen, dessen Arylsubstituenten alle je eine freie *ortho*-Position aufweisen.

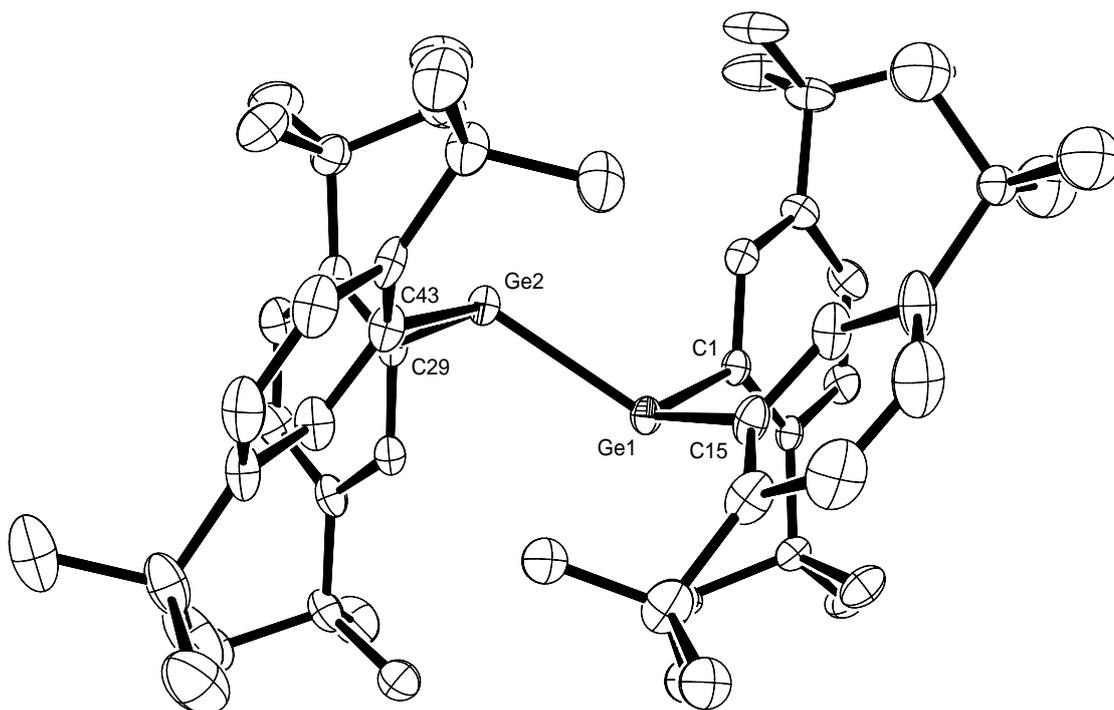


Molekülstruktur von Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen (**1**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

Ge(1)-Ge(2)	236,43(4)	Ge(2)-C(29)	200,2(2)
Ge(1)-C(1)	200,2(3)	Ge(2)-C(43)	200,1(3)
Ge(1)-C(15)	199,4(3)		
C(15)-Ge(1)-C(1)	106,2(1)	C(43)-Ge(2)-C(29)	107,0(1)
C(1)-Ge(1)-Ge(2)	110,4(1)	C(29)-Ge(2)-Ge(1)	108,4(1)
C(15)-Ge(1)-Ge(2)	117,4(1)	C(43)-Ge(2)-Ge(1)	113,7(1)

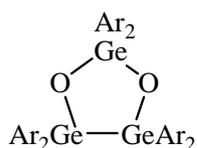
Die Röntgenstrukturanalyse des Digermens **1** zeigte einige strukturelle Besonderheiten. Der Ge-Ge-Abstand ist mit 236,4 pm sehr lang, trotz des geringen sterischen Anspruchs der Substituenten. Darüber hinaus sind die *trans*-Abknickwinkel mit 42,6° am Ge1 bzw. 37,2° am Ge2 deutlich ausgeprägt. Im Rahmen der Tetraaryldigermene stellt dies die stärkste bisher beobachtete Abwinkelung der Substituenten dar.



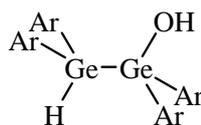
Seitenansicht der Molekülstruktur von Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen (**1**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Die große Bindungslänge und die starke Abwinklung der Substituenten deuten auf eine relativ schwache Ge–Ge-Bindung hin. Es ist anzunehmen, dass dieses Digermen, wie die meisten bekannten Digermene,<sup>[7]</sup> in Lösung in Germylene zerfällt. Erste Umsetzungen (s. Abschnitt 2.2) scheinen diese These zu untermauern, jedoch konnten die Reaktionsprodukte noch nicht strukturell charakterisiert werden.

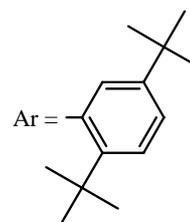
In der Mutterlauge des Digermens **1** fanden sich zwei weitere Kristallfraktionen. Röntgenstrukturanalysen zeigten, dass es sich dabei um partiell oxidiertes (**2**) bzw. hydrolysiertes (**3**) Digermen handelt. Offensichtlich sind bei der Aufarbeitung Spuren von Sauerstoff und Wasser in die Lösung gelangt, mit denen das Digermen reagierte.

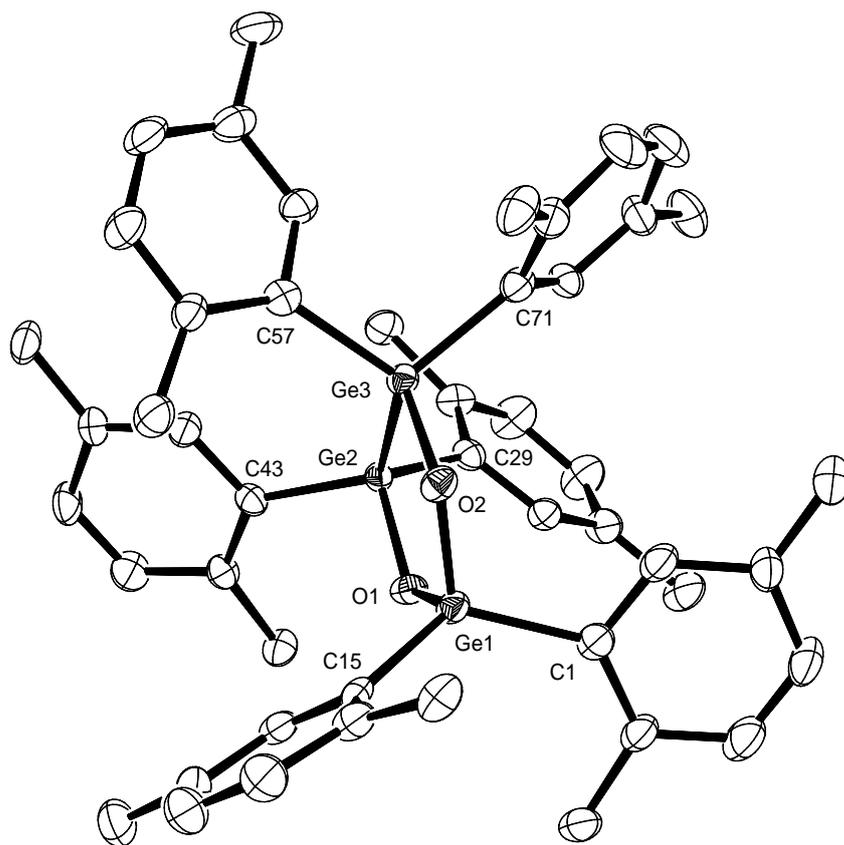


2



3





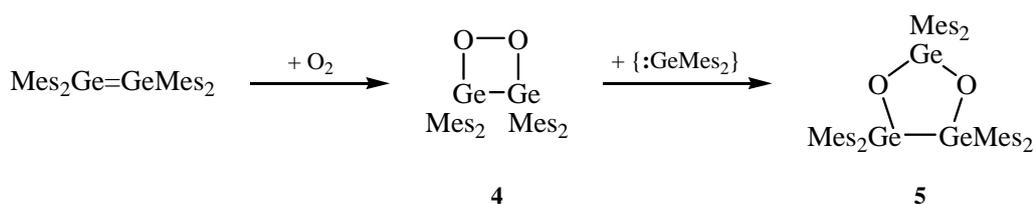
Molekülstruktur von Hexakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)trigerma-1,3-dioxolan (**2**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome und Methylgruppen, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

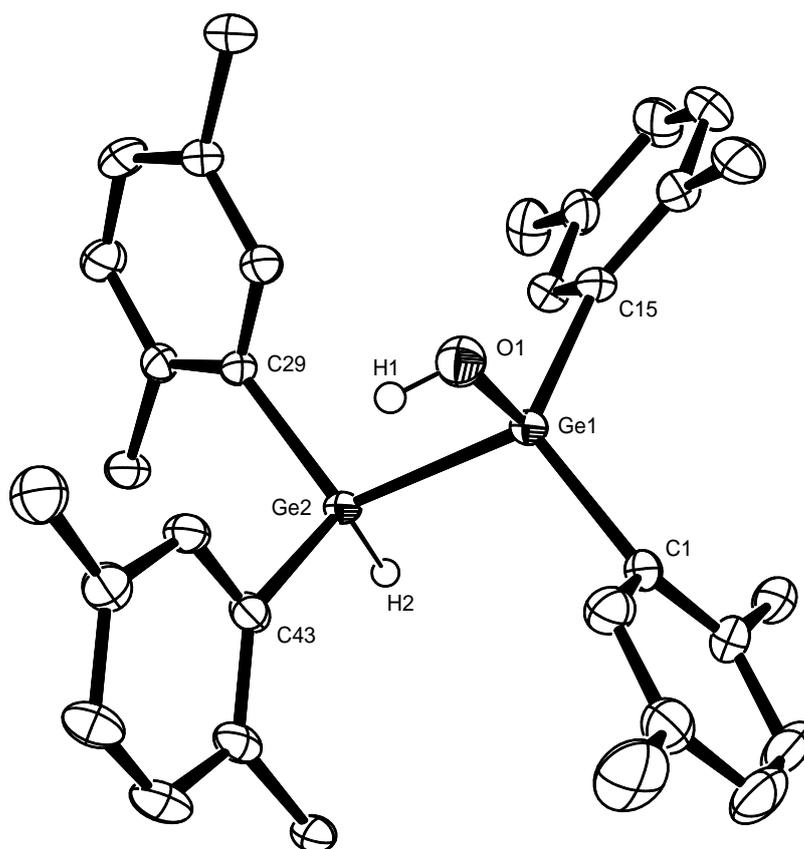
Ge(1)-O(2)	178,6(3)	Ge(1)-C(15)	198,0(4)
Ge(1)-O(1)	178,5(3)	Ge(2)-C(29)	199,1(4)
Ge(2)-O(1)	180,3(3)	Ge(2)-C(43)	198,7(4)
Ge(2)-Ge(3)	251,3(1)	Ge(3)-C(57)	199,5(4)
Ge(3)-O(2)	178,8(3)	Ge(3)-C(71)	200,1(4)
Ge(1)-C(1)	196,3(4)		
O(1)-Ge(1)-O(2)	101,9(1)	O(1)-Ge(2)-C(29)	108,4(1)
Ge(1)-O(1)-Ge(2)	125,3(1)	O(1)-Ge(2)-C(43)	103,4(1)
O(1)-Ge(2)-Ge(3)	93,1(1)	C(29)-Ge(2)-Ge(3)	117,0(1)
O(2)-Ge(3)-Ge(2)	95,2(1)	C(43)-Ge(2)-Ge(3)	121,3(1)
Ge(1)-O(2)-Ge(3)	124,0(2)	C(43)-Ge(2)-C(29)	110,3(2)
O(1)-Ge(1)-C(1)	106,8(2)	O(2)-Ge(3)-C(57)	119,5(1)
O(2)-Ge(1)-C(1)	110,0(2)	O(2)-Ge(3)-C(71)	106,0(2)
O(1)-Ge(1)-C(15)	110,7(2)	C(57)-Ge(3)-Ge(2)	113,5(1)
O(2)-Ge(1)-C(15)	104,6(1)	C(71)-Ge(3)-Ge(2)	118,2(1)
C(1)-Ge(1)-C(15)	121,2(2)	C(57)-Ge(3)-C(71)	104,8(2)

Gut zu erkennen ist der mit einer Winkelsumme von  $539,5^\circ$  nahezu planare  $\text{Ge}_3\text{O}_2$ -Fünfring. Insgesamt sind die Bindungsverhältnisse sehr ähnlich denen der beiden bereits bekannten Vertreter dieser Verbindungsklasse.<sup>[15]</sup>

Baines et al. wiesen nach, dass Hexamesityltrigerman-1,3-dioxolan (**5**) durch Insertion von Mesitylgermylen in die O–O-Bindung des Digerma-1,2-dioxetans **4** gebildet wird.<sup>[15b]</sup> Vermutlich entsteht Verbindung **2** auf analoge Weise.



Bei Molekül **3** handelt es sich um das erste strukturell charakterisierte Digermanol.



Molekülstruktur von 1,1,2,2-Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digerman-1-ol (**3**) im Kristall (ohne kohlenstoffgebundene Wasserstoffatome und ohne Methylgruppen, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

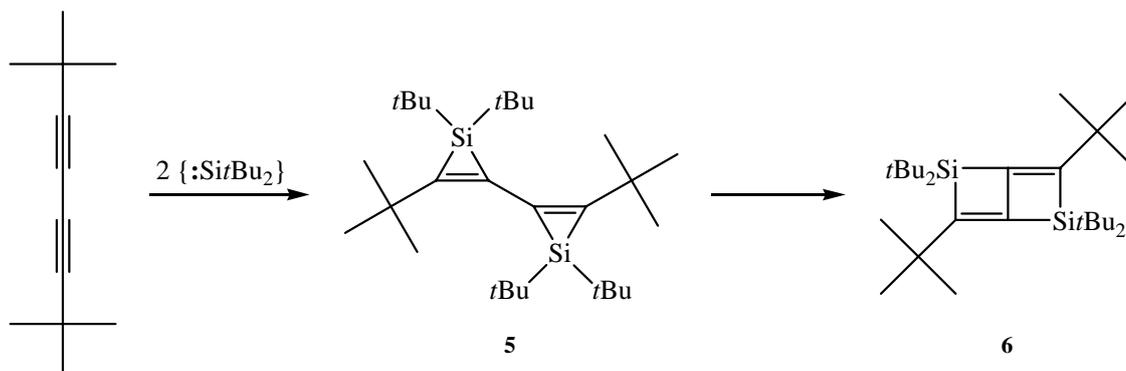
Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

Ge(1)-Ge(2)	247,6(1)	Ge(2)-H(2)	145,6(2)
Ge(1)-O(1)	182,0(3)	Ge(2)-C(29)	202,3(1)
Ge(1)-C(1)	201,6(2)	Ge(2)-C(43)	200,4(2)
Ge(1)-C(15)	199,8(2)		
O(1)-Ge(1)-C(1)	104,4(1)	C(15)-Ge(1)-Ge(2)	111,2(1)
O(1)-Ge(1)-C(15)	105,6(1)	C(43)-Ge(2)-C(29)	109,5(1)
C(15)-Ge(1)-C(1)	121,3(1)	C(43)-Ge(2)-Ge(1)	104,3(1)
O(1)-Ge(1)-Ge(2)	101,4(1)	C(29)-Ge(2)-Ge(1)	108,8(1)
C(1)-Ge(1)-Ge(2)	110,6(1)		

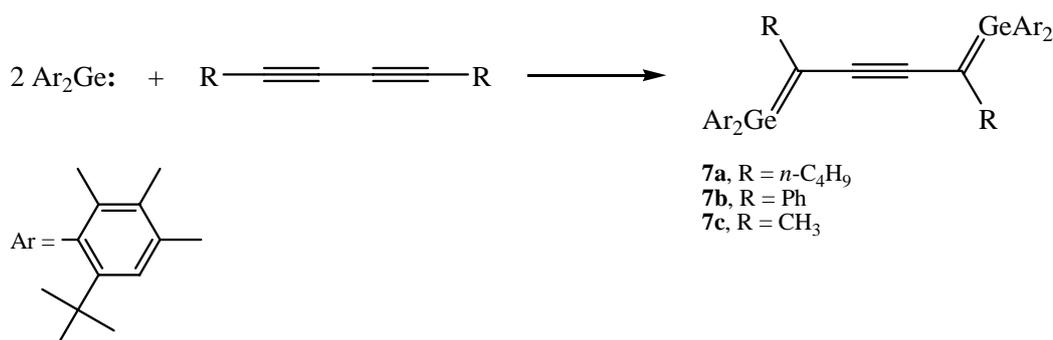
Der Ge–Ge-Abstand liegt mit 247,6 pm im typischen Bereich von Ge–Ge-Einfachbindungen.<sup>[16]</sup> Im Schwingungsspektrum erkennt man bei 3597 cm<sup>-1</sup> die Bande der O–H-Schwingung und bei 2086 cm<sup>-1</sup> die Bande der Ge–H-Schwingung. Auch diese Werte liegen im typischen Bereich derartiger Bindungen.<sup>[17]</sup>

## 2.2 Bisgermaethene und Bisgermirene

Ostendorf erhielt bei der Umsetzung von Di-*tert*-butylsilylen mit 1,4-Di-*tert*-butylbutadiin das C–C-verknüpfte Bissiliren **5**. Diese Verbindung erwies sich als thermisch stabil, lagerte sich jedoch photolytisch initiiert zum Bicyclus **6** um.<sup>[18]</sup>



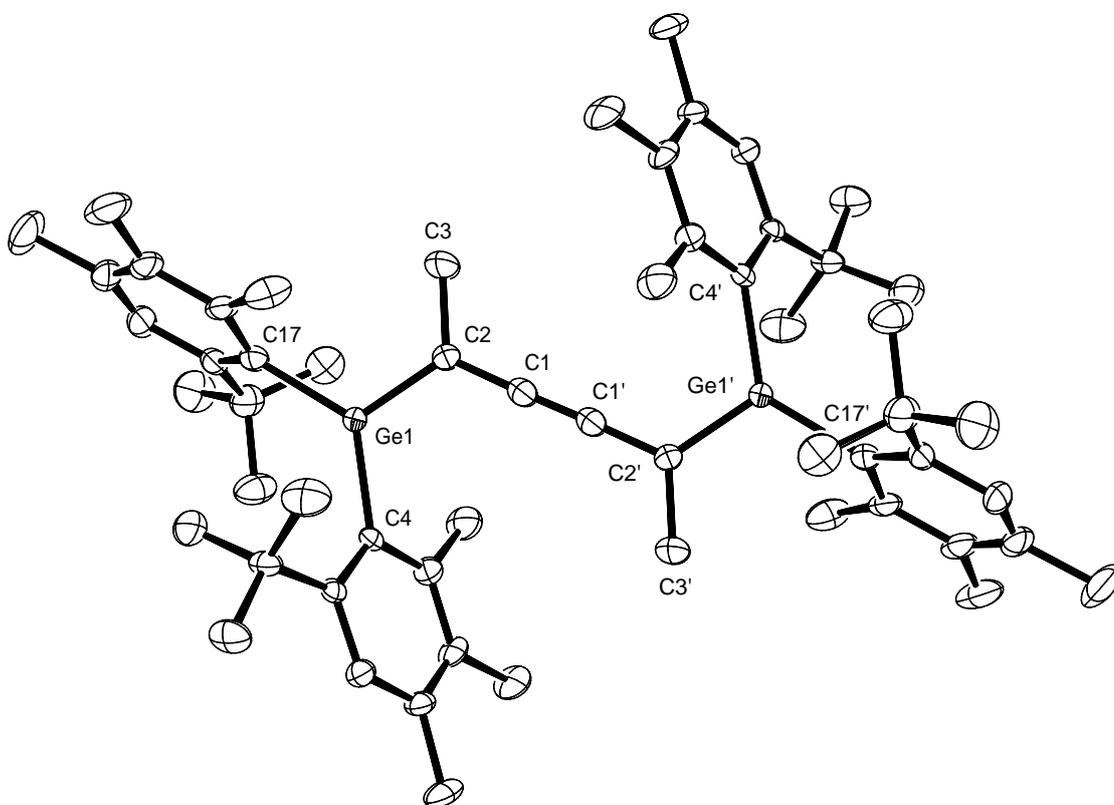
Als Meiners Dodeca-5,7-diin mit Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen umsetzte, machte er eine überraschende Entdeckung: Er erhielt eine tiefrote und ausgeprägt luftempfindliche Verbindung, die weder zu **5** noch zu **6** analog sein konnte, da beide Siliciumverbindungen farblos sind. Eine Röntgenstrukturanalyse lieferte die Aufklärung des entstandenen Produkts. Es handelt sich um das acetylenverbrückte Bisgermaethen **7a**, das erste Molekül mit konjugierten Ge–C-Mehrfachbindungen. Ein weiteres Molekül dieser Verbindungsklasse (**7b**) konnte durch die Umsetzung des Germylens mit 1,4-Diphenylbutadiin gewonnen werden.



Beide Verbindungen (**7a** bzw. **7b**) sind in ihren Bindungslängen und –winkeln sehr ähnlich aufgebaut. Die Moleküle liegen jeweils auf einer C<sub>2</sub>-Symmetrieachse, die durch die zentrale C–C-Dreifachbindung verläuft. Die zentrale C–C≡C–C-Gruppe ist nahezu linear mit C–C≡C-Winkeln von 178,1° (**7a**) bzw. 177,6° (**7b**). Die Ge–C-Doppelbindungen weisen eine Länge von 181,9 pm (**7a**) bzw. 184,0 pm (**7b**) auf. Die

C–C-Dreifachbindungs­länge liegt bei 120,0 pm (**7a**) bzw. 120,5 pm (**7b**). Die formalen Einfachbindungen der zentralen C<sub>4</sub>-Gruppe sind mit 140,7 pm (**7a**) bzw. 142,5 pm (**7b**) erstaunlich kurz und liefern dadurch ein weiteres Indiz für die Konjugation über den gesamten Ge–C<sub>4</sub>–Ge-Bereich.<sup>[3,4]</sup> Der auffälligste Unterschied zwischen den beiden Verbindungen zeigt sich in der Farbe. Verbindung **7a** ist rot und zeigt im UV/Vis-Spektrum eine Bande bei 518 nm. Dagegen ist Verbindung **7b** tiefviolett. Das Absorptionsmaximum im Elektronenanregungsspektrum liegt bei 595 nm, weitere lokale Maxima zeigen sich bei 750 nm und 845 nm. Offensichtlich erstreckt sich die Konjugation im phenylsubstituierten Bisgermaethen **7b** bis in das π-Elektronensystem der Phenylringe.<sup>[19]</sup>

Ein weiteres Bisgermaethen (**7c**) konnte Meiners zwar NMR-spektroskopisch nachweisen, aber wegen der extremen Luftempfindlichkeit nicht strukturell charakterisieren.<sup>[19]</sup> Die Umsetzung wurde im Rahmen dieser Arbeit wiederholt. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Einkristalle konnten aus *n*-Pentan bei –4 °C gewonnen werden.



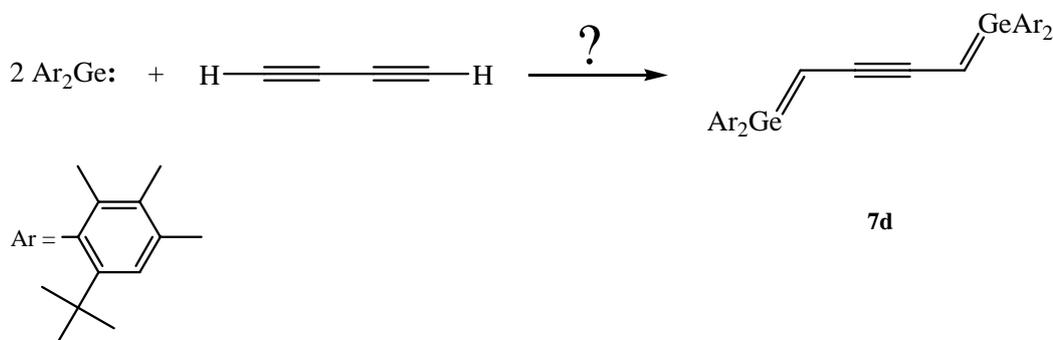
Molekülstruktur von 2,5-Bis(bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen)-3-hexin (**7c**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

C(1)-C(1)'	122,8(13)	Ge(1)-C(2)	181,9(6)
C(1)-C(2)	138,9(9)	Ge(1)-C(4)	199,7(5)
C(2)-C(3)	152,9(8)	Ge(1)-C(17)	197,6(6)
C(1)'-C(1)-C(2)	177,0(10)	C(2)-Ge(1)-C(4)	115,9(2)
C(1)-C(2)-C(3)	117,9(5)	C(2)-Ge(1)-C(17)	114,5(2)
C(1)-C(2)-Ge(1)	120,7(4)	C(17)-Ge(1)-C(4)	129,6(2)
C(3)-C(2)-Ge(1)	121,4(5)		

Die methylsubstituierte Verbindung **7c** weist erwartungsgemäß ähnliche Eigenschaften auf wie die *n*-butylsubstituierte Verbindung **7a**. Das Bisgermaethen **7c** ist ebenfalls rot und zeigt im Elektronenanregungsspektrum ein Absorptionsmaximum bei 500 nm mit einem Extinktionskoeffizienten von 8000. Die Bindungsverhältnisse gleichen denen der beiden bereits bekannten Bisgermaethene.

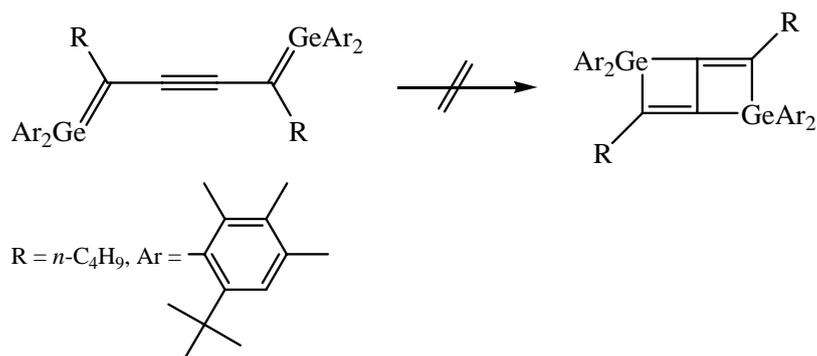
Der sterische Anspruch des konjugierten Diins wurde weiter reduziert. Mit 1,3-Butadiin, dem kleinsten Vertreter dieser Verbindungsklasse, sollte sich ein Bisgermaethen erhalten lassen, das der zentralen C<sub>4</sub>-Kette unsubstituiert ist.



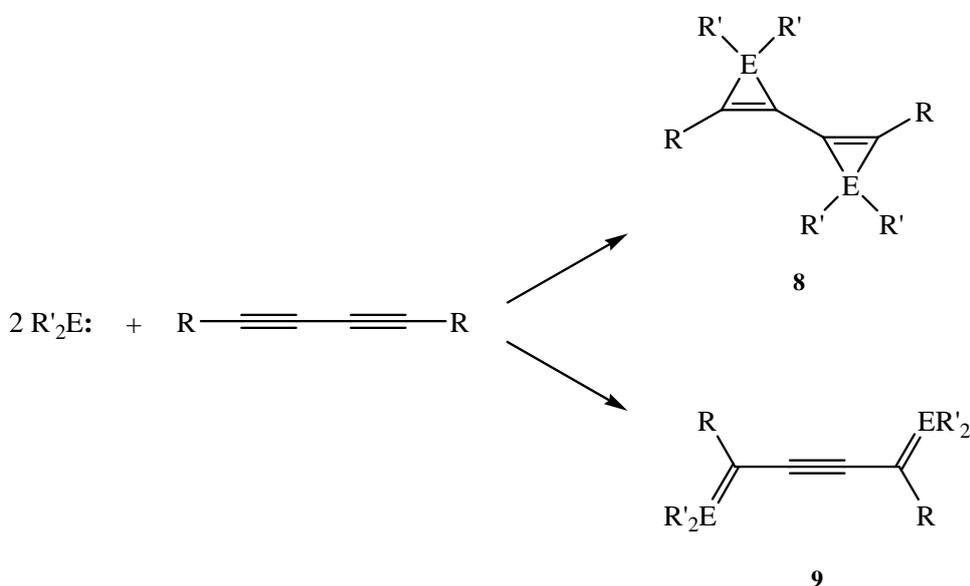
Bei der Umsetzung von Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen mit 1,3-Butadiin in Toluol/THF wurde eine tiefrote Lösung erhalten. Allerdings ist das Produkt in Lösung außerordentlich empfindlich, bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  zersetzte es sich über Nacht zu einem orangefarbenen, schwerlöslichen Feststoff. Lediglich bei  $-70\text{ }^\circ\text{C}$  konnte die Farbe der Lösung über einen längeren Zeitraum erhalten werden, jedoch fällt selbst unter diesen Bedingungen der orangefarbene Feststoff an. Aufgrund der enormen Empfindlichkeit des primären, roten Produkts und der Schwerlöslichkeit des orangefarbenen Feststoffs konnten keine brauchbaren NMR-Spektren der Substanzen erhalten werden. Der Farbverlauf der Reaktion lässt jedoch darauf schließen, dass bei der Reaktion

tatsächlich das erwartete Bisgermaethen **7d** gebildet wird. Wahrscheinlich polymerisiert das Produkt aufgrund der mangelnden Abschirmung des konjugierten Mehrfachbindungssystems.

Im Gegensatz zu den Bissilirenen sind die Bisgermaethene photochemisch beständig. Es konnte keine Umlagerung zu einem Analogon des Bicyclus **6** beobachtet werden.<sup>[19]</sup>



Um zu klären, warum bei der Reaktion von konjugierten Diinen mit Silylenen andere Produkte gebildet werden als bei der Reaktion mit Germylenen, wurden von Bruhn DFT-Rechnungen durchgeführt.



Daraus geht hervor, dass die Verbindung **8** für beide Elemente (E = Si bzw. Ge) normalerweise die stabilere Struktur darstellt. Allerdings ist der energetische Unterschied zwischen Bissilirenen **8** und Bissilaethenen **9** (E = Si) mit durchschnittlich 75-80 kJ/mol deutlich höher als der zwischen Bisgermyrenen **8** und Bisgermaethenen **9** (E = Ge). Letzterer liegt bei etwa 20 kJ/mol.

Die Rechnungen zeigen auch, dass eine Variation des Restes R am Diin praktisch keinen Einfluss auf die Bildung des jeweiligen Produktes ausübt. Auch unterschiedliche Reste R' am Silicium sind nicht in der Lage, die energetische Barriere zugunsten des Bissilaethens **9** zu überwinden. Folglich sollte man bei der Reaktion von Silylenen mit konjugierten Diinen ausschließlich zu den Bissilirenen **8** gelangen. Im Gegensatz dazu lassen die Rechnungen darauf schließen, dass eine Variation des Restes R' am Germanium eine Steuerung ermöglichen sollte, welches Produkt (**8** oder **9**) bei der Reaktion mit konjugierten Diinen gebildet wird. Im Bisgermaethen **9** können die Substituenten R' einen deutlich größeren Abstand zueinander einnehmen als im Bisgermiren **8**, und in Kombination mit der relativ niedrigen energetischen Differenz zwischen den beiden Verbindungen **8** und **9** ( $E = \text{Ge}$ ) führt dieser Effekt dazu, dass sterisch anspruchsvolle Reste R' am Germanium zu einer Begünstigung des Bisgermaethens **9** führen. Im Fall der theoretischen Modellverbindungen verläuft die Grenze zwischen R' = 2-*tert*-Butylphenyl (Bildung von **9**) und R' = Phenyl (Bildung von **8**).<sup>[20]</sup>

Weitere Rechnungen wurden vorgenommen, um einen Einblick in den Mechanismus der Reaktion zu bekommen. Als Modell diente die Addition von Bis(2-*tert*-butylphenyl)germylen an Acetylen.

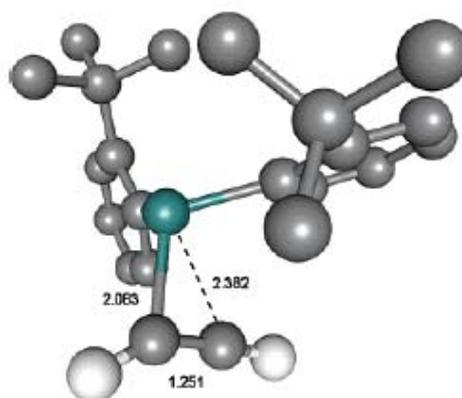
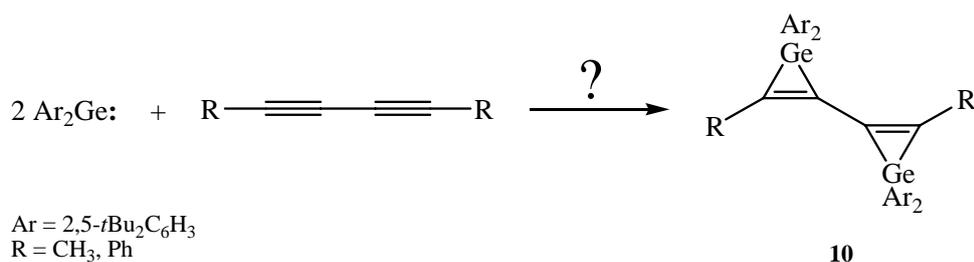


Abb. 1: B3LYP/6-31G(d)-optimierter Übergangszustand zwischen Bis(2-*tert*-butylphenyl)germylen (ohne Wasserstoffatome) und Acetylen, Ge-C- und C-C-Abstände in Å. Die Ge-C-C-Winkel betragen  $87,5^\circ$  und  $60,9^\circ$ ; der C-Ge-C-Winkel beträgt  $31,6^\circ$ .<sup>[20]</sup> (Die Abbildung entstammt der angegebenen Quelle.)

Der berechnete Übergangszustand lässt darauf schließen, dass eine Annäherung des Germylens an nur eines der beiden Kohlenstoffatome stattfindet. Dieser Befund spricht gegen eine konzertierte Bildung des Dreirings im Germiren. Offensichtlich wird

zunächst nur eine Ge–C-Bindung ausgebildet (Abb. 1). Bei der Reaktion mit Butadiinderivaten kann von diesem Übergangszustand aus sowohl das Bisgermiren **8** unter Ausbildung einer zweiten Ge–C-Bindung gebildet werden als auch das Bisgermaethen **9** unter Ausbildung einer Ge–C-Doppelbindung.<sup>[20]</sup>

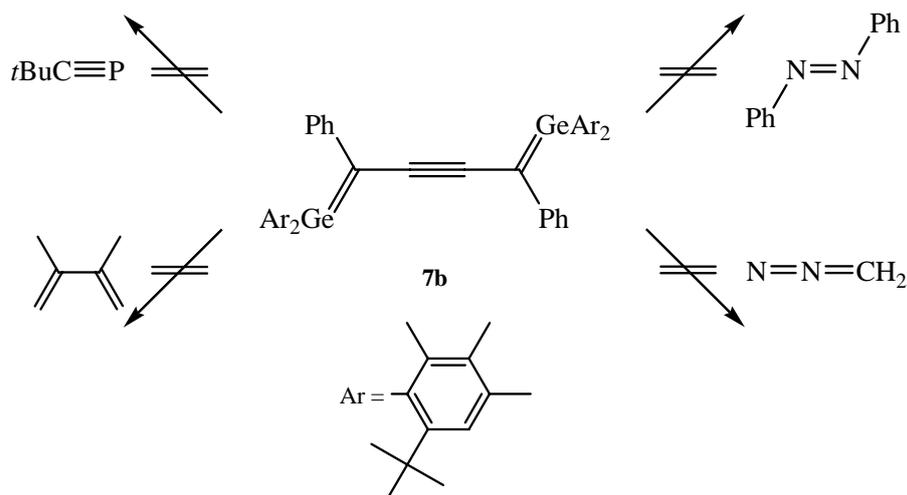
Die theoretischen Befunde lassen darauf schließen, dass durch eine Verringerung des sterischen Anspruchs der Arylreste am Germylen auch Bisgermirene **8** experimentell zugänglich sein sollten. Den Rechnungen zufolge sollte Diphenylgermylen mit konjugierten Diinen zu Bisgermirenen **8** reagieren. Diphenylgermylen lässt sich allerdings nur unter großem präparativem Aufwand *in situ* erzeugen.<sup>[21]</sup> Daher wurde, vom Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen ausgehend, der sterische Anspruch des Arylsubstituenten verringert. Nach der erfolgreichen Darstellung des Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermens im Rahmen dieser Arbeit wurde es mit 2,4-Hexadiin und 1,4-Diphenylbutadiin umgesetzt.



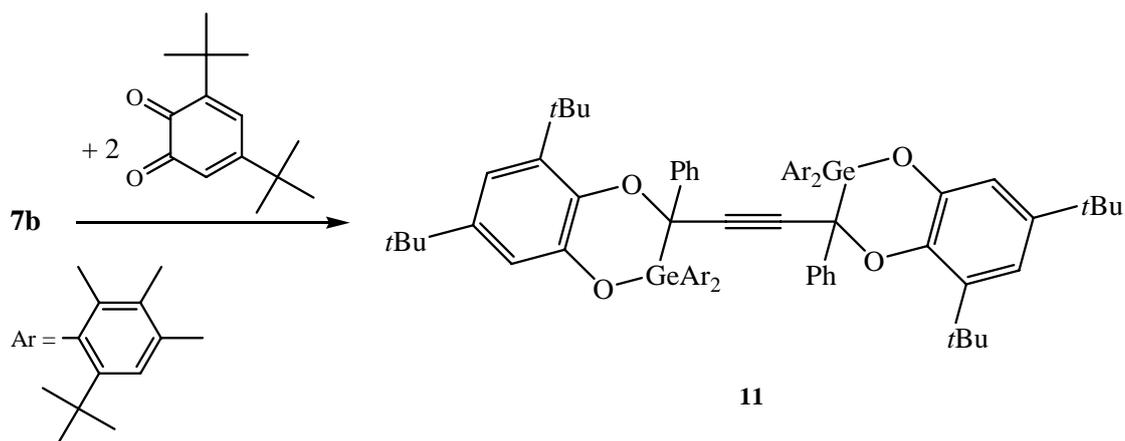
Obwohl den Rechnungen zufolge auch Bis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)germylen noch Bisgermaethene **9** bilden sollte, lässt der Farbverlauf der Reaktionen darauf schließen, dass bei den Umsetzungen das jeweilige Bisgermiren **10** gebildet wird: Die zuvor roten Lösungen des Germylens entfärbten sich während der Reaktion. Ein weiteres Indiz für die Bildung der Bisgermirene **10** lieferten die <sup>13</sup>C-NMR-Spektren der Reaktionsgemische. Die charakteristischen Signale im Bereich um 110 ppm, die für die C–C-Dreifachbindung in Bisgermaethenen typisch sind, fehlen. Eine endgültige Bestätigung der Struktur von **10** steht jedoch noch aus, da bisher keine für die Röntgenstrukturanalyse geeigneten Einkristalle gewonnen werden konnten.

### 2.3 Reaktionen eines acetylenverbrückten Bisgermaethens

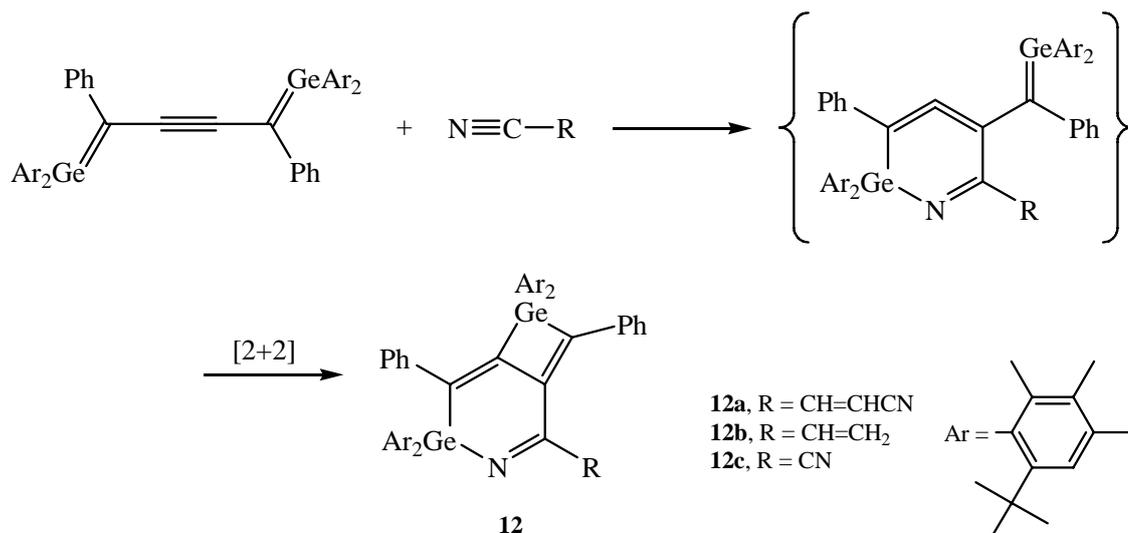
Das Bisgermaethen **7b** wurde bezüglich seiner Reaktivität untersucht. Meiners hatte festgestellt, dass das Molekül trotz des ausgedehnten Bereichs konjugierter Mehrfachbindungen erstaunlich unreaktiv war.<sup>[19]</sup> Verbindungen, die mit Germenen<sup>[2, 22, 23]</sup> oder Digermenen<sup>[10]</sup> bereitwillig Cycloadditionen eingehen, reagierten auch bei erhöhten Temperaturen nicht mit dem Bisgermaethen **7b**:



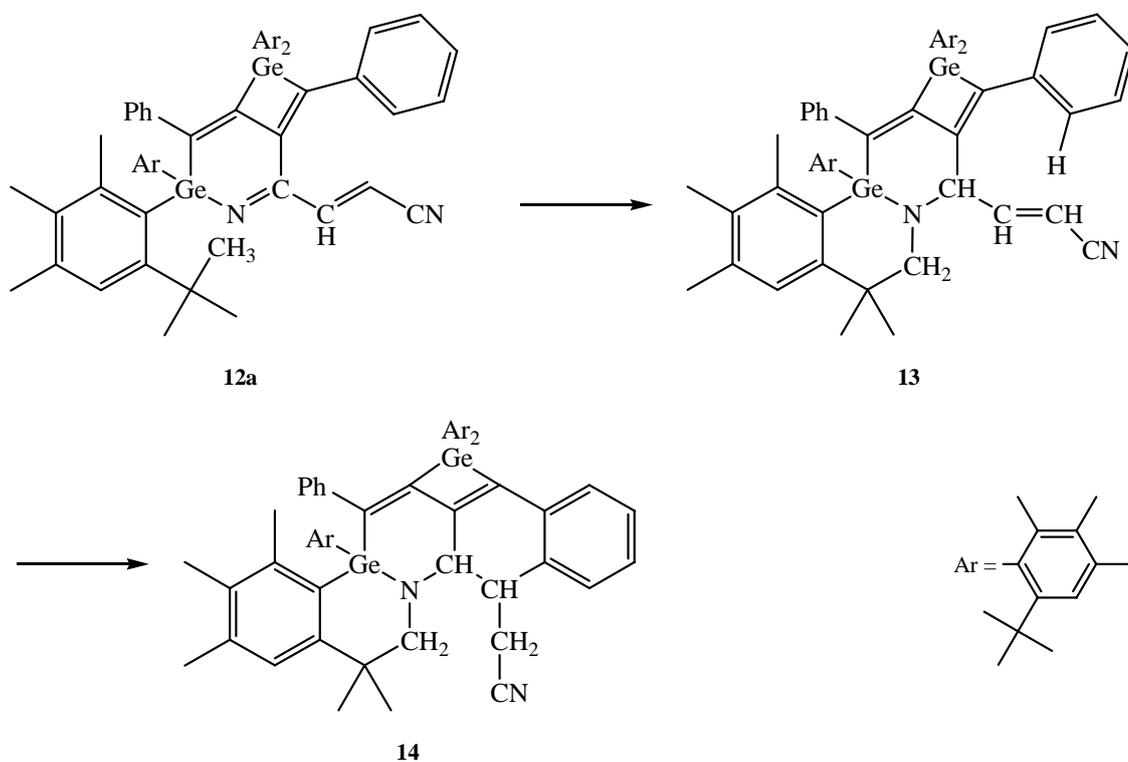
Im Gegensatz dazu reagiert das Bisgermaethen **7b** mit elektronenarmen Doppelbindungen. Zwei Moleküle 3,5-Di-*tert*-butyl-1,2-benzochinon gingen jeweils eine [4+2]-Cycloaddition mit den Ge-C-Doppelbindungen ein, trotz des enormen sterischen Anspruchs des Benzochinonderivats.<sup>[4]</sup>



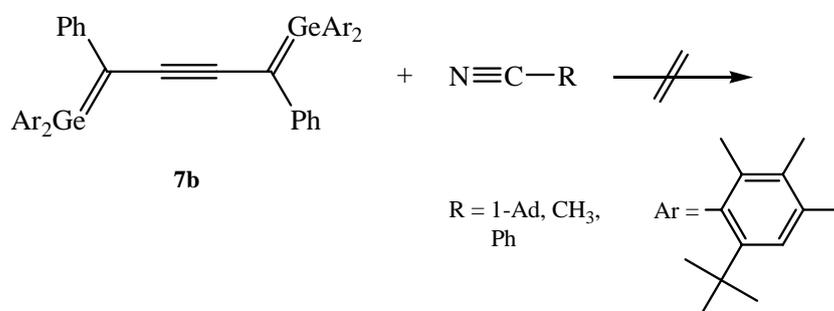
Gegenüber Nitrilen fungierte das Bisgermaethen **7b** als Dien, um ebenfalls in einer [4+2]-Cycloaddition einen Sechsring mit kumulierten Doppelbindungen zu bilden. Dieses Produkt ist jedoch nicht stabil und lagert sich sofort zum Bicyclus **12** um.<sup>[4, 24]</sup>



Ein sehr ungewöhnliches Verhalten zeigte das Molekül **12a**, welches aus der Reaktion mit Dicyanoethylen hervorgegangen war. Bei der Röntgenstrukturanalyse wurde ein weiteres Produkt gefunden. Eine Methylgruppe des *tert*-Butylsubstituenten hatte unter Bildung des Tetracyclus **13** an die C–N-Doppelbindung addiert. Eine weitere Röntgenstrukturanalyse, die dieses ungewöhnliche Ergebnis bestätigen sollte, lieferte eine erneute Überraschung. Neben **13** wurde das hexacyclische Produkt **14** gefunden, das durch Addition der exocyclischen Doppelbindung an eine Phenyl-C–H-Bindung entstanden war.<sup>[4]</sup>

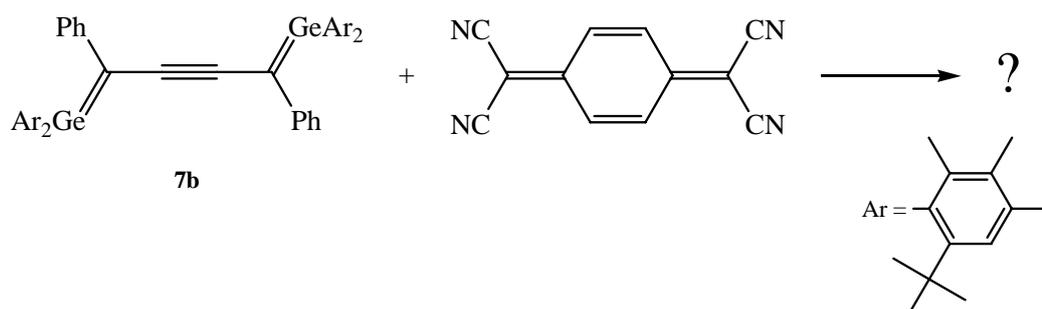


Von diesen interessanten Ergebnissen angeregt, wurden im Rahmen dieser Arbeit weitere Untersuchungen zum Reaktionsverhalten des Bisgermaethens **7b** durchgeführt. Zunächst wurden weitere Nitrile als Reaktionspartner eingesetzt. Mit 1-Adamantylnitril konnte auch bei erhöhten Temperaturen keine Reaktion beobachtet werden. Daraufhin wurde der sterische Anspruch des Nitrils deutlich verringert, aber auch mit Acetonitril war keine Reaktion zu beobachten. Da Meiners erfolgreiche Umsetzungen mit Nitrilen durchführen konnte, in denen die C–N-Dreifachbindung mit weiteren Mehrfachbindungen konjugiert war, wurde das Bisgermaethen **7b** mit Benzotrinitril umgesetzt. Allerdings konnte auch mit diesem Nitril keine Reaktion beobachtet werden.

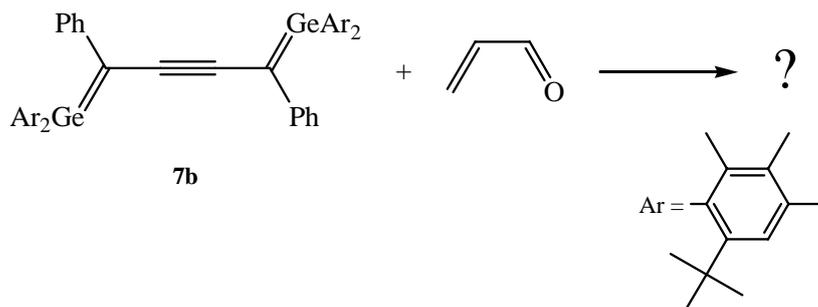


Offensichtlich reagiert das Bisgermaethen **7b** nicht mit Alkylnitrilen oder mit Arylnitrilen, die keine elektronenziehenden Substituenten enthalten.

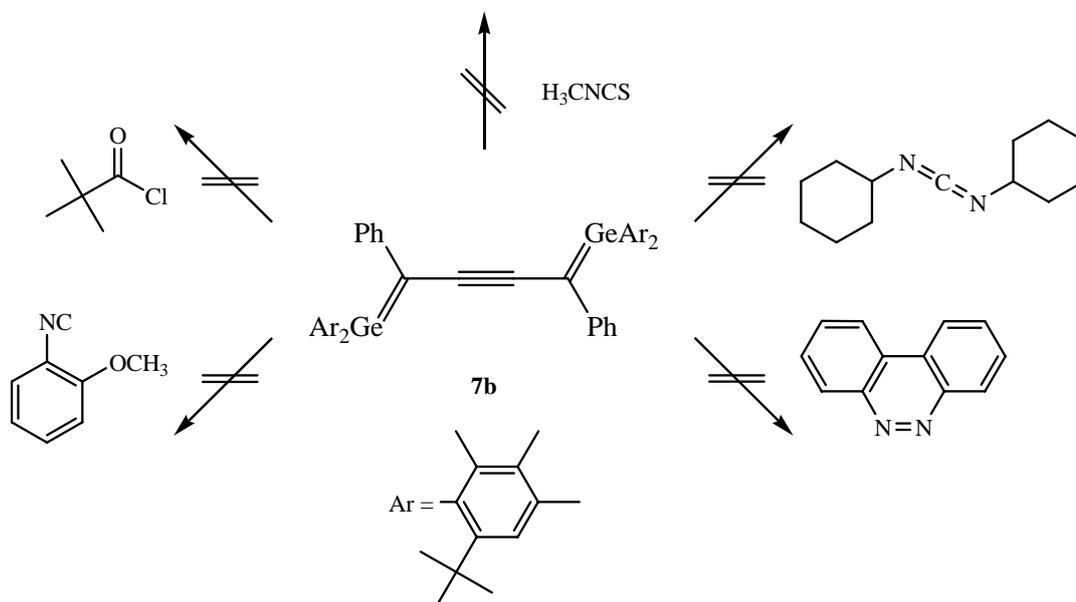
Mit Tetracyanochinodimethan wurde schließlich ein weiteres Edukt gefunden, das mit dem Bisgermaethen **7b** reagiert. Aus dieser Reaktion resultierte ein roter Feststoff, lediglich aus Toluol fiel aus einer ebenfalls roten Lösung ein hellblauer Feststoff an. Aus *n*-Hexan konnten bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  Einkristalle gewonnen werden, die sich jedoch aufgrund ihrer Empfindlichkeit bei der Präparation für eine Röntgenstrukturanalyse zersetzen. Aus dem NMR-Spektrum konnten ebenfalls keine Hinweise über das gebildete Produkt gewonnen werden.



Bei der Umsetzung des Bisgermaethens **7b** mit Acrolein trat eine sofortige Entfärbung der Lösung ein. Der resultierende gelbe Feststoff wurde aus *n*-Hexan, Toluol und Tetrahydrofuran kristallisiert. Dabei fiel jeweils amorpher farbloser Feststoff an, der für eine Röntgenstrukturanalyse nicht geeignet war. Auch bei dieser Umsetzung lieferten die NMR-Spektren des Reaktionsgemisches keine Hinweise auf das entstandene Produkt.

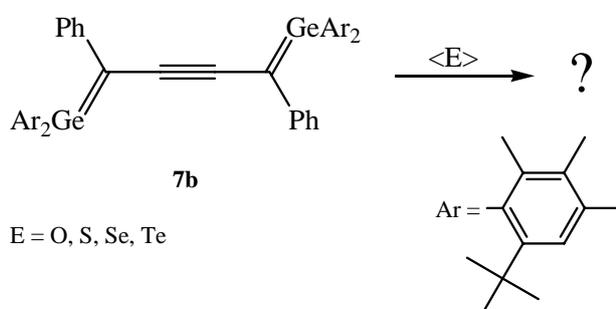


Gegenüber 2-Methoxyphenylisocyanid, Pivaloylchlorid, Methylisothiocyanat, *N,N'*-Di(cyclohexyl)carbodiimid sowie Benzo[*c*]cinnolin zeigte das Bisgermaethen **7b** keinerlei Reaktionsbereitschaft.



Ramaker aus unserem Arbeitskreis setzte Tetragermabutadien erfolgreich mit Chalkogenen um.<sup>[11]</sup> Die Ergebnisse regten dazu an, auch die Umsetzung des Bisgermaethens mit Chalkogenen zu untersuchen.

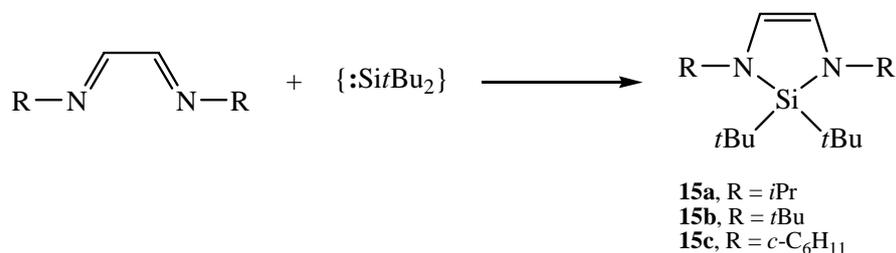
Alle Elemente der Gruppe 16 reagieren mit dem Bisgermaethen **7b**. Innerhalb der Gruppe nimmt die Reaktivität erwartungsgemäß mit steigender Ordnungszahl ab. Sauerstoff und Schwefel reagieren spontan bei Raumtemperatur mit dem Bisgermaethen. Bei der Reaktion mit Selen und Tellur wird dagegen Triethylphosphan benötigt, das als katalytischer Selen- bzw. Tellurübertäger fungiert. Bei der Umsetzung mit Tellur muss zusätzlich thermisch angeregt werden, um eine Reaktion beobachten zu können.



Die Farbintensität der Produkte nimmt innerhalb der Gruppe zu. Während die Produkte der Sauerstoff- und Schwefelumsetzung gelb sind, ist das Produkt der Selenumsetzung orangefarben und das der Tellurumsetzung braun. Die NMR-Spektren zeigten ausschließlich unspezifische Signale im Alkyl- und Arylbereich. Kristallisation aus verschiedenen Lösungsmitteln (*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran) bei  $-4\text{ °C}$  und bei  $-30\text{ °C}$  lieferten keine für die Röntgenstrukturanalyse geeigneten Einkristalle, sodass keinerlei Aussagen über die Art der gebildeten Produkte möglich sind.

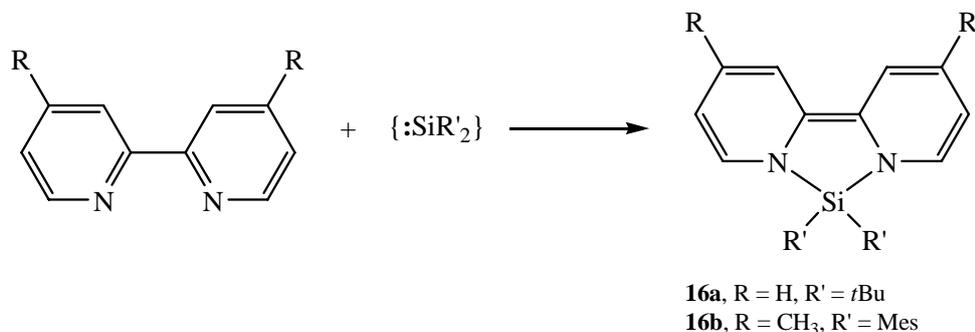
## 2.4 Reaktionen von 1,4-Diazabutadienderivaten

Bei der Umsetzung von Di-*tert*-butylsilylen mit 1,4-Diazabutadienen konnte Lesch die entsprechenden [4+1]-Cycloadditionsprodukte **15** isolieren.



Die Verbindungen **15** sind farblos. An **15c** wurde eine Röntgenstrukturanalyse vorgenommen. Beide Stickstoffatome sind mit Winkelsummen von je 360° planar umgeben. Auch der Fünfring ist nahezu planar, das Siliciumatom ist um nur 10° aus der N<sub>2</sub>C<sub>2</sub>-Ebene ausgelenkt. Durch diese Anordnung resultiert ein spitzer N–Si–N-Bindungswinkel von 92°. [25]

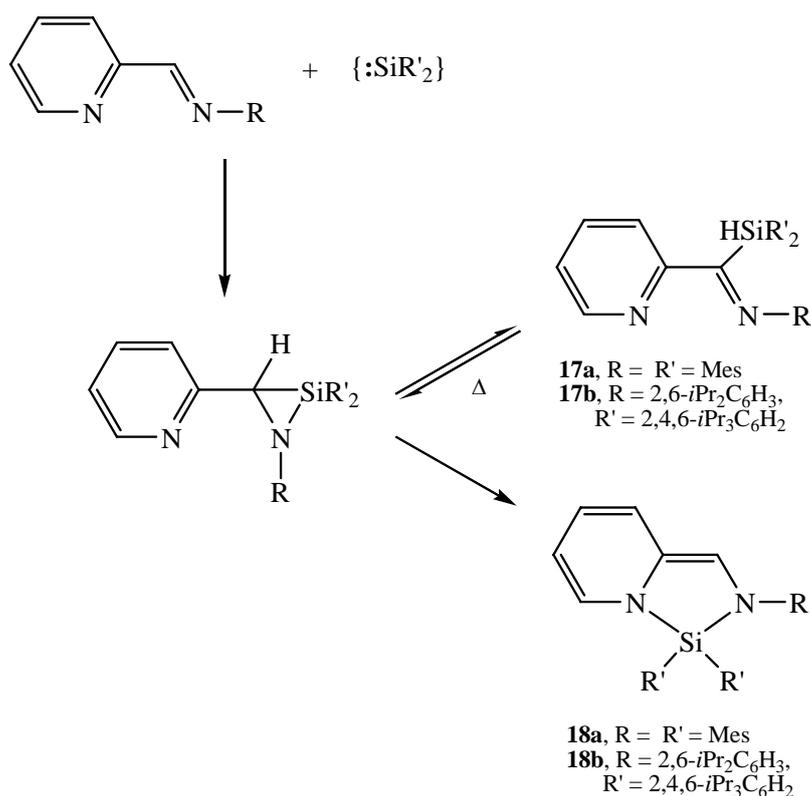
Die Umsetzung von Silylenen mit 2,2'-Bipyridin und seinen Derivaten lieferte vermutlich ebenfalls die entsprechenden [4+1]-Cycloadditionsprodukte **16**, die aber nicht röntgenstrukturanalytisch charakterisiert werden konnten.



Die NMR-spektroskopischen Daten, die intensiv violette Farbe und die ausgeprägte Luftempfindlichkeit der Verbindungen sprechen jedoch dafür, dass es sich tatsächlich um die angegebenen Verbindungen **16** handelt. Charakteristisches Merkmal aller dieser Verbindungen ist die Tatsache, dass das heteroaromatische System des Bipyridins durch die Silylen-Addition in ein System mit konjugierten Mehrfachbindungen überführt worden ist. Allerdings konnten aufgrund dieser Daten Lewis-Säure/Base-Addukte nicht vollständig ausgeschlossen werden. [25, 26]

Um weitere Informationen über das Bindungssystem von **16** zu erhalten, untersuchte Piel die Addition von Silylenen an Pyridin-2-alimine, die als Modellverbindungen für 2,2'-Bipyridin fungieren sollten. Pyridin-2-alimine weisen im Gegensatz zum 2,2'-Bipyridin nur einen heteroaromatischen Ring auf. Am acyclischen Stickstoffatom kann dagegen durch die Wahl des Substituenten R die sterische Abschirmung des Produkts variiert werden. Piel hoffte, auf diese Weise die stark oxidationsempfindlichen Verbindungen zu stabilisieren.

Die Umsetzung von Dimesitylsilylen mit *N*-Mesitylpyridin-2-alimin lieferte das formale [4+1]-Cycloadditionsprodukt **18a** in Form roter Kristalle. Allerdings konnte zusätzlich und völlig unerwartet ein farbloses Produkt (**17a**) isoliert werden, das durch Insertion des Silylens in die C–H-Bindung der Imingruppe entstanden war. Weitere Untersuchungen zeigten, dass sich das Insertionsprodukt **17a**, thermisch initiiert, irreversibel zum formalen [4+1]-Cycloadditionsprodukt **18a** umlagert.



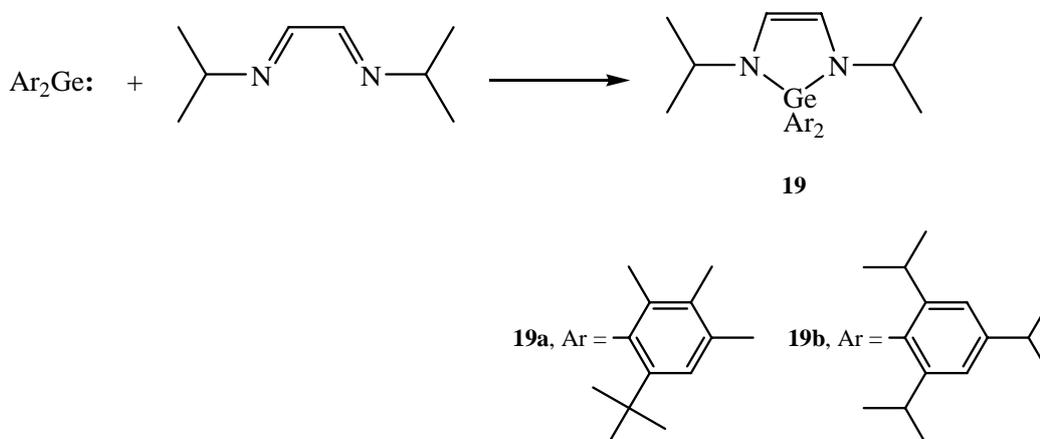
Die Umsetzung von Bis(2,4,6-triisopropylphenyl)silylen mit *N*-(2,6-Diisopropylphenyl)pyridin-2-alimin lieferte sogar nahezu ausschließlich das C–H-Insertionsprodukt **17b**. Auch dieses ließ sich bei erhöhten Temperaturen in das formale [4+1]-Cycloadditionsprodukt **18b** überführen. Die Farben ähneln denen von **17a** und **18a**.

Für die Erklärung der simultanen Bildung von **17** und **18** wurde ein Mechanismus postuliert, nach dem zunächst eine intermediäre [2+1]-Cycloaddition abläuft und anschließend eine Umlagerung in das jeweilige Produkt erfolgt. Auch die erstaunliche Isomerisierung von **17** zu **18** kann durch eine Umlagerung über das [2+1]-Intermediat erklärt werden.

In beiden formalen [4+1]-Cycloaddukten war deutlich zu erkennen, dass das heteroaromatische System zu alternierenden Einfach- und Doppelbindungen reagiert hatte. Die durchschnittlichen Bindungslängen betragen in beiden Verbindungen 134 pm für die Doppelbindungen und 143 pm für die Einfachbindungen. Darüber hinaus liegen die beiden Stickstoffatome des Fünfrings mit Winkelsummen zwischen 356° und 360° in praktisch planarer Umgebung vor. Auch der spitze Bindungswinkel N–Si–N von 90° stimmt in beiden Verbindungen überein.

Die röntgenographischen Daten der Verbindungen **18** belegen also das Vorliegen eines *o*-chinoiden Ringsystems, wodurch sowohl die Farbigkeit als auch die starke Oxidationsempfindlichkeit der Verbindungen erklärt werden kann. Darüber hinaus wurde die Hypothese untermauert, dass bei der Reaktion mit 2,2'-Bipyridin ein analoges System entstanden sein dürfte.<sup>[27, 28]</sup>

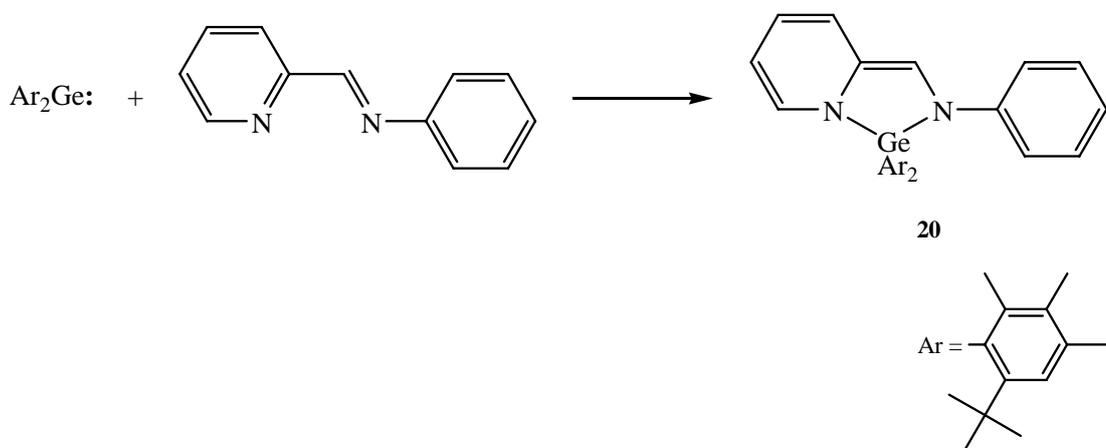
Es folgten Untersuchungen zur Reaktivität von Germylenen mit 1,4-Diazabutadienen. Arndt und Schäfer konnten bei der Umsetzung von *N,N'*-Diisopropyl-1,4-diazabutadien mit unterschiedlich substituierten Germylenen das jeweilige [4+1]-Cycloaddukt **19** gewinnen.



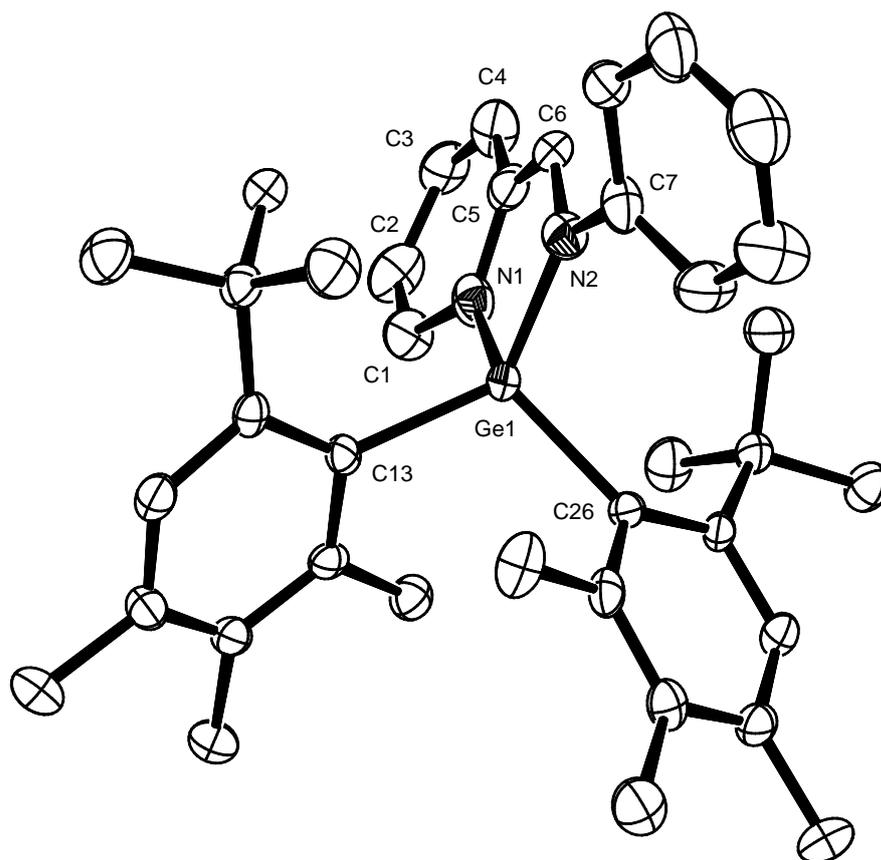
Diese Verbindungen sind den Siliciumspezies **15** analog aufgebaut. Beide Germacyclopentene **19** weisen einen praktisch planaren Fünfring auf (Winkelsummen  $539,7^\circ$  bzw.  $539,8^\circ$  in **19a** bzw. **19b**). Auch die Stickstoffatome sind mit Winkelsummen zwischen  $356^\circ$  und  $359^\circ$  nahezu planar umgeben.<sup>[29]</sup>

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Umsetzungen von Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen mit verschiedenen Pyridin-2-aldiminen eingehend untersucht. Im Vordergrund stand dabei die Fragestellung, ob auch mit Germylenen die interessanten C–H-Insertionen beobachtet werden können, die bei den Silylenreaktionen aufgetreten waren.

Bei der Umsetzung von Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen mit *N*-Phenylpyridin-2-aldimin in Toluol verfärbte sich die Lösung von orange nach tiefrot. Nach der Aufarbeitung konnten aus *n*-Hexan bei  $-30^\circ\text{C}$  rote Kristalle erhalten werden, die sich oberhalb von  $100^\circ\text{C}$  zersetzen. Die rote Farbe ließ darauf schließen, dass es sich bei der Reaktion um eine [4+1]-Cycloaddition handelte.



Diese Annahme wurde durch die NMR-Spektren untermauert. Die Signale des Pyridylrings zeigen sich gegenüber denen des Edukts hochfeldverschoben, was dafür sprach, dass aus dem heteroaromatischen System konjugierte Doppelbindungen entstanden waren. Das Elektronenanregungsspektrum zeigt interessanterweise eine Absorption, die sich praktisch über den gesamten Rotbereich erstreckt. Das Absorptionsmaximum liegt bei 490 nm mit einem Extinktionskoeffizienten von 1800, weitere lokale Maxima finden sich bei 465 nm, 530 nm und 570 nm. Die endgültige Aufklärung des gebildeten Produkts erfolgte schließlich durch eine Röntgenstrukturanalyse, welche die Bildung eines [4+1]-Cycloaddukts bestätigte.



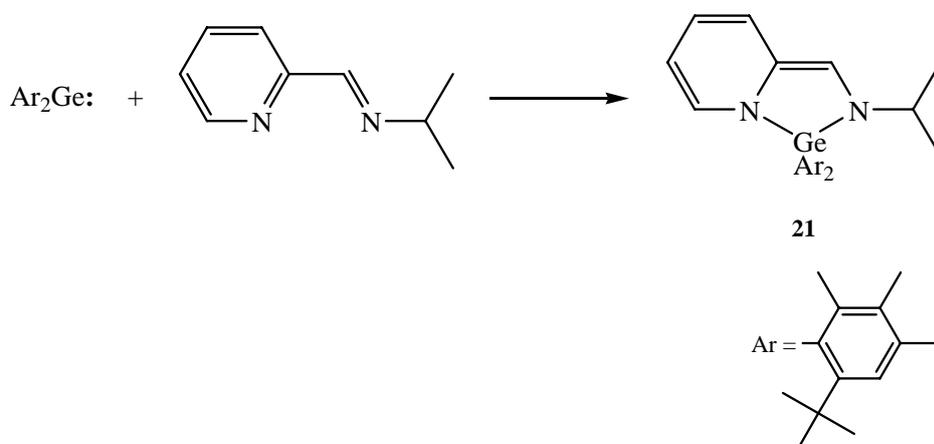
Molekülstruktur von 1,1-Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-phenyl-1,2-dihydro-2,7a-diaza-1-germainden (**20**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

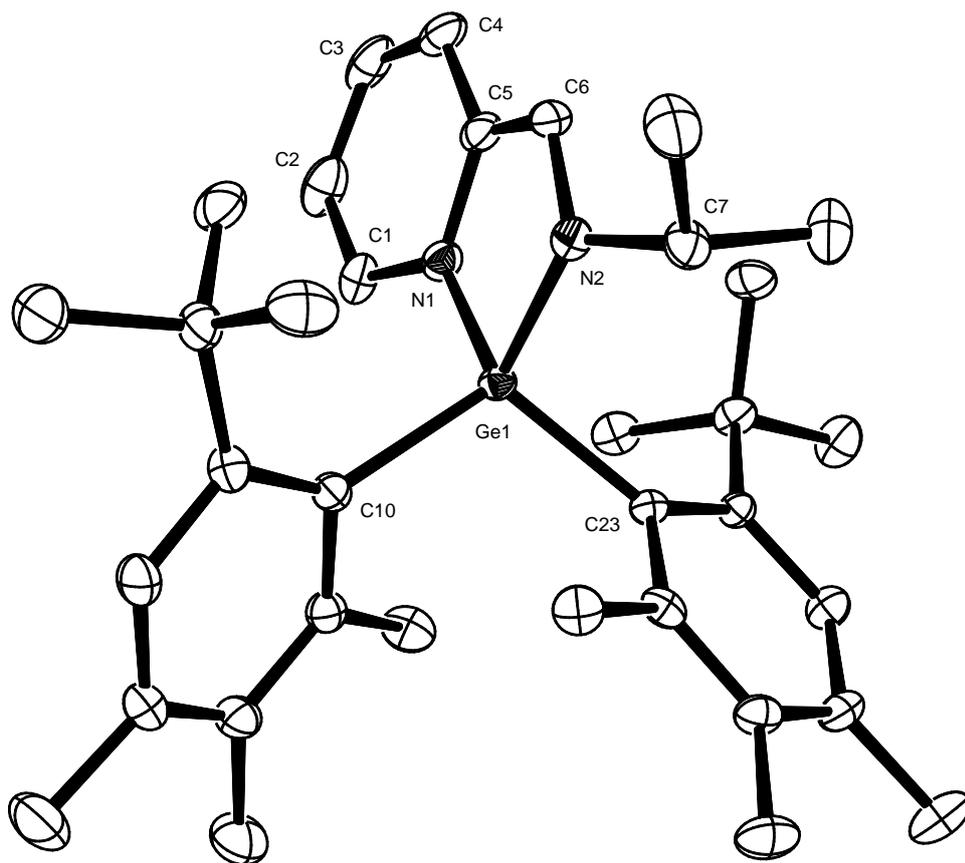
Ge(1)-N(1)	193,4(4)	C(2)-C(3)	145,2(8)
Ge(1)-N(2)	189,1(4)	C(3)-C(4)	134,3(7)
N(2)-C(6)	138,6(6)	C(4)-C(5)	143,4(6)
C(5)-C(6)	137,5(6)	N(2)-C(7)	139,2(6)
N(1)-C(5)	140,4(6)	Ge(1)-C(13)	202,8(4)
N(1)-C(1)	138,4(6)	Ge(1)-C(26)	203,2(4)
C(1)-C(2)	136,2(7)		
C(1)-N(1)-C(5)	119,7(4)	C(6)-N(2)-Ge(1)	112,0(3)
C(2)-C(1)-N(1)	122,0(5)	C(6)-C(5)-C(4)	129,9(5)
C(1)-C(2)-C(3)	119,6(5)	C(1)-N(1)-Ge(1)	127,9(4)
C(4)-C(3)-C(2)	116,6(5)	C(6)-N(2)-C(7)	119,0(4)
C(3)-C(4)-C(5)	124,8(5)	C(7)-N(2)-Ge(1)	129,1(3)
N(1)-C(5)-C(4)	115,5(4)	C(13)-Ge(1)-C(26)	107,1(2)
N(2)-Ge(1)-N(1)	85,2(2)	N(1)-Ge(1)-C(13)	102,7(2)
C(5)-N(1)-Ge(1)	111,2(3)	N(2)-Ge(1)-C(13)	127,4(2)
C(6)-C(5)-N(1)	114,5(4)	N(1)-Ge(1)-C(26)	124,7(2)
C(5)-C(6)-N(2)	117,0(5)	N(2)-Ge(1)-C(26)	110,2(2)

Deutlich zu erkennen ist das System alternierender C–C-Einfach- und Doppelbindungen. Die mittleren Bindungslängen von 136,0 pm für die Doppelbindungen und 144,3 pm für die Einfachbindungen ähneln den Werten der analogen Siliciumverbindungen **18** und liegen im typischen Bereich für konjugierte Systeme. Der N–Ge–N-Winkel ist mit 85,2° noch spitzer als der entsprechende Winkel am Silicium. Die beiden Stickstoffatome sind nahezu planar umgeben, mit Winkelsummen von 358,8° für N1 bzw. 360,0° für N2. Auch die beiden Ringsysteme sind mit Winkelsummen von 539,9° für den Fünfring und 718,2° für den Sechsring planar. Die Ebene C–Ge–C der Arylsubstituenten steht nicht genau senkrecht auf der Ebene des Fünfrings, sondern ist leicht aus der Senkrechten herausgedreht.

Die Umsetzung von Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen mit *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin verlief analog zu der mit dem *N*-Phenylderivat. Die hier erhaltenen Kristalle waren ebenfalls rot und zersetzten sich ab 105 °C. Auch die NMR-Spektren und die Elementaranalyse lieferten analoge Ergebnisse zu der Umsetzung mit *N*-Phenylpyridin-2-aldimin.



Im Gegensatz zum Elektronenanregungsspektrum von Verbindung **20** findet man hier nur eine langwellige Bande bei 394 nm mit einem Extinktionskoeffizienten von 1700. Offensichtlich ist bei Verbindung **20** das aromatische System des Phenylrings an der Delokalisation der Elektronen beteiligt. Die Röntgenstrukturanalyse zeigte schließlich, dass bei der Reaktion des Germylens mit *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin ebenfalls das [4+1]-Cycloadditionsprodukt gebildet worden war.



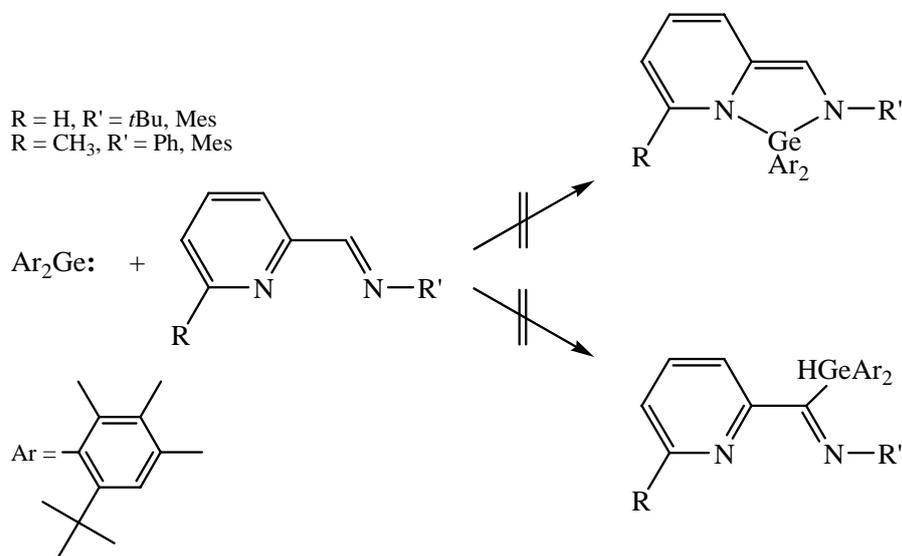
Molekülstruktur von 1,1-Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-isopropyl-1,2-dihydro-2,7a-diaza-1-germainden (**21**) im Kristall (ohne Wasserstoffatome, Schwingungsellipsoide mit 50 % Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Ausgewählte Bindungslängen [pm] und Bindungswinkel [°] mit Standardabweichungen:

Ge(1)-N(1)	187,6(2)	C(2)-C(3)	143,7(4)
Ge(1)-N(2)	186,0(2)	C(3)-C(4)	134,5(5)
N(2)-C(6)	141,2(3)	C(4)-C(5)	143,9(3)
C(5)-C(6)	135,3(4)	N(2)-C(7)	147,7(3)
N(1)-C(5)	142,5(3)	Ge(1)-C(10)	201,8(2)
N(1)-C(1)	138,4(3)	Ge(1)-C(23)	199,8(2)
C(1)-C(2)	134,3(4)		
C(1)-N(1)-C(5)	119,6(2)	C(6)-N(2)-Ge(1)	110,5(2)
C(2)-C(1)-N(1)	122,3(3)	C(6)-C(5)-C(4)	128,3(2)
C(1)-C(2)-C(3)	119,1(3)	C(1)-N(1)-Ge(1)	128,6(2)
C(4)-C(3)-C(2)	120,4(2)	C(6)-N(2)-C(7)	119,1(2)
C(3)-C(4)-C(5)	120,8(3)	C(7)-N(2)-Ge(1)	126,3(2)
N(1)-C(5)-C(4)	117,2(2)	C(23)-Ge(1)-C(10)	108,0(1)
N(2)-Ge(1)-N(1)	87,4(1)	N(1)-Ge(1)-C(10)	105,9(1)
C(5)-N(1)-Ge(1)	110,7(2)	N(2)-Ge(1)-C(10)	126,5(1)
C(6)-C(5)-N(1)	114,5(2)	N(1)-Ge(1)-C(23)	125,5(1)
C(5)-C(6)-N(2)	116,8(2)	N(2)-Ge(1)-C(23)	104,4(1)

Die mittleren Bindungslängen für die C–C-Einfach- bzw. Doppelbindungen liegen bei 143,8 pm bzw. 134,7 pm. Der N–Ge–N-Winkel beträgt 87,4°. Die Winkelsummen für die beiden nahezu planar umgebenen Stickstoffatome liegen bei 358,9° für N1 bzw. 355,9° für N2. Auch der Fünfring sowie der Sechsring sind mit Winkelsummen von 539,9° bzw. 719,4° nahezu planar. Insgesamt sind die Bindungsverhältnisse, die hier gefunden wurden, denen des *N*-Phenylderivats **20** sehr ähnlich.

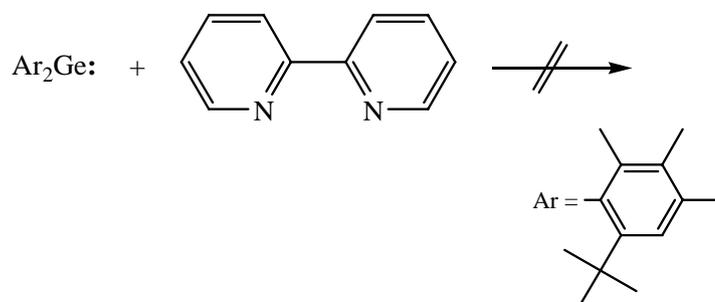
Nachdem bei den Reaktionen von Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen mit *N*-Phenylpyridin-2-aldimin und *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin keinerlei Hinweise auf eine mögliche C–H-Insertion des Germylens zu finden waren, wurde der sterische Anspruch des Pyridin-2-aldimins schrittweise erhöht. Sowohl eine Methylgruppe in 6-Stellung am Pyridinring als auch eine Mesityl- bzw. *tert*-Butylgruppe am acyclischen Stickstoffatom führten dazu, dass keine [4+1]-Cycloaddition stattfand. Es konnte auch bei erhöhten Temperaturen keine Farbveränderung beobachtet werden. In den NMR-Spektren der Reaktionslösungen fanden sich ausschließlich die Signale der jeweiligen Edukte. Es gab keinerlei Hinweise auf eine möglicherweise stattgefundene C–H-Insertion.



Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das untersuchte Germylen mit *N*-Alkyl- und *N*-Arylpyridin-2-aldiminen bereitwillig [4+1]-Cycloadditionen eingeht, sofern der sterische Anspruch des Pyridin-2-aldimins dieses zulässt. Im Gegensatz zu den Reaktionen der Silylene konnten jedoch keine Insertionen des Germylens in die exocyclische C–H-Bindung beobachtet werden.

Nachdem sich die Pyridin-2-alimine mit kleineren Substituenten am exocyclischen Stickstoff mit Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen glatt zu den entsprechenden [4+1]-Cycloadditionsprodukten umsetzen ließen, lag es nahe, die Umsetzung des Germylens mit 2,2'-Bipyridin zu untersuchen. Der sterische Anspruch des Bipyridins liegt unter dem der Pyridin-2-alimine, und mit Silylenen hatte das 2,2'-Bipyridin bereitwillig reagiert.

Überraschenderweise blieb 2,2'-Bipyridin gegenüber dem Germylen jedoch völlig inert. An der Farbe der Reaktionslösung war keinerlei Veränderung festzustellen, und in den NMR-Spektren des Reaktionsgemisches traten ausschließlich die Signale der Edukte auf. Auch bei erhöhten Temperaturen war keinerlei Reaktion zu beobachten.



## 3 Experimenteller Teil

### 3.1 Allgemeines

Aufgrund der hohen Luft- und Hydrolyseempfindlichkeit niedrig koordinierter Germaniumverbindungen wurden alle Reaktionen unter Schlenktechnik (getrocknete Glasapparaturen und Inertgasatmosphäre) durchgeführt. Als Inertgas diente handelsübliches Argon 4.8, das mit Phosphorpentoxid (SICCAPENT<sup>®</sup> der Firma Merck, Darmstadt) nachgetrocknet wurde.

### 3.2 Lösungsmittel

*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan und Toluol wurden über einer Natrium/Kalium-Legierung getrocknet und vor Gebrauch unter Stickstoffatmosphäre destilliert.

1,4-Dioxan und Tetrahydrofuran wurden über Kaliumhydroxid vorgetrocknet, mehrere Stunden über Natrium/Kalium-Legierung unter Rückfluss erhitzt und unter Stickstoffatmosphäre frisch destilliert.

Deuterierte Lösungsmittel wurden über Molekularsieb 4 Å getrocknet und unter Argonatmosphäre aufbewahrt.

### 3.3 Spektroskopie und Analysemethoden

#### Kernresonanzspektroskopie

Die <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektren wurden auf den Geräten „AM 300“ oder „ARX 500“ der Firma Bruker aufgenommen. Die Messfrequenzen betragen 300,13 MHz bzw. 500,13 MHz für die <sup>1</sup>H-NMR-Spektren und 75,47 MHz bzw. 125,77 MHz für die <sup>13</sup>C-NMR-Spektren. Alle <sup>13</sup>C-NMR-Spektren wurden <sup>1</sup>H-breitbandenkoppelt aufgenommen. Als interner Standard diente Tetramethylsilan.

Luft- oder hydrolyseempfindliche Proben wurden unter Argonatmosphäre abgefüllt und die Probenröhrchen anschließend zugeschmolzen.

Die Zuordnung der Signale erfolgte unter Verwendung von CH-COSY- und HH-COSY-Spektren sowie durch Vergleich mit Spektren bekannter Verbindungen.

### **Röntgenstrukturanalysen**

Die Röntgenstrukturanalysen wurden von Herrn Dipl. Chem. W. Saak und Herrn Dipl. Ing. D. Haase in Oldenburg durchgeführt. Die Messungen erfolgten auf einem STOE-IPDS-Flächenzähler mit Mo-K<sub>α</sub>-Strahler und Graphitmonochromator. Geeignete Einkristalle wurden in einen inerten Ölfilm (Perfluorpolyalkylether der Firma ABCR, Karlsruhe) überführt, auf dem Goniometerkopf justiert und bei 153 K vermessen.

### **Schwingungsspektroskopie**

Luftempfindliche Substanzen wurden für die Schwingungsspektroskopie in Paraffinöl zwischen zwei Kaliumbromid-Platten verrieben. Die Aufnahme der Spektren erfolgte mit einem „Vektor 22“ FT-IR-Gerät der Firma Bruker.

### **UV/Vis-Spektroskopie**

Die Elektronenanregungsspektren wurden mit einem „ComSpec2HD“-Spektrometer aufgenommen. Die Messung erfolgte dabei über eine Faseroptiksonde.

### **Schmelzpunktbestimmungen**

Die Bestimmung der Schmelzpunkte erfolgte mit einem „Mel-Temp“-Gerät der Firma Laboratory Devices, Cambridge (USA). Die Proben wurden für die Messung in Glaskapillaren eingeschmolzen.

### **Elementaranalysen**

Die Elementaranalysen wurden von den Analytischen Laboratorien in 51789 Lindlar durchgeführt.

### **Gaschromatographie**

Die Aufnahme der Gaschromatogramme erfolgte mit einem „Agilent 6890 N“-Gaschromatographen mit einer 30 m DB5-Säule.

### **3.4 Ausgangsverbindungen**

#### **1-*tert*-Butyl-3,4,5-trimethylbenzol**

Die Verbindung wurde von der Firma Lancaster, Frankfurt am Main, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **1,4-Di-*tert*-butylbenzol**

Die Verbindung wurde von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **1,4-Dichlor-2-butin**

Die Verbindung wurde von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **Germaniumtetrachlorid**

Germaniumtetrachlorid war im Arbeitskreis vorhanden und wurde mir freundlicherweise zur Verfügung gestellt.

#### **Tri-*n*-butylzinnhydrid**

Die Verbindung wurde von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **1,4-Diphenylbutadiin und 2,4-Hexadiin**

Diese Diene wurden von der Firma Lancaster, Frankfurt am Main, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **Pyridin-2-aldehyd und 6-Methylpyridin-2-aldehyd**

Die Pyridinaldehyde wurden von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

#### **1-Adamantylnitril und Benzonitril**

Diese Nitrile wurden von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Isopropylamin und *tert*-Butylamin**

Diese Amine wurden von der Firma Lancaster, Frankfurt am Main, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Mesitylanilin**

Die Verbindung wurde von der Firma ABCR, Karlsruhe, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Acetonitril**

Acetonitril wurde aus dem Laborbedarfslager der Universität bezogen, über Molekularsieb 4 Å getrocknet und unter Argonatmosphäre aufbewahrt.

**Tetracyanochinodimethan**

Die Verbindung wurde von der Firma Lancaster, Frankfurt am Main, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Acrolein**

Acrolein wurde aus dem Laborbedarfslager der Universität bezogen, über Natriumsulfat getrocknet und vor Verwendung frisch destilliert.

**Pivaloylchlorid**

Die Verbindung wurde von der Firma EGA-Chemie, Steinheim/Albuch, bezogen und vor Verwendung frisch destilliert.

**2-Methoxyphenylisonitril**

Diese Verbindung war im Arbeitskreis vorhanden und wurde mir freundlicherweise zur Verfügung gestellt.

***N,N'*-Di(cyclohexyl)carbodiimid**

Die Verbindung wurde von der Firma Merck, Darmstadt, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Benzo[c]cinnolin**

Die Verbindung wurde von der Firma Lancaster, Frankfurt am Main, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Schwefel, Selen und Tellur**

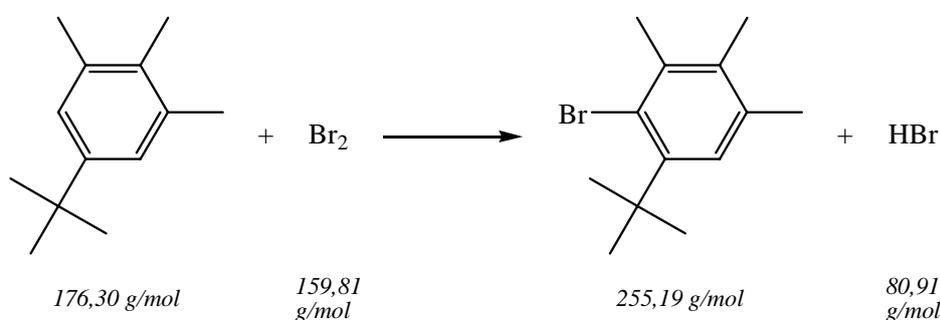
Die Chalkogene wurden von der Firma Merck, Darmstadt, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**Triethylphosphin**

Triethylphosphin wurde als 1 M Lösung in Tetrahydrofuran von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**2,2'-Bipyridin**

Die Verbindung wurde von der Firma Sigma-Aldrich, Taufkirchen, bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

**3.4.1 1-Brom-2-tert-butyl-4,5,6-trimethylbenzol<sup>[30]</sup>**

In einem 500 ml-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler wurden 78,56 g (0,446 mol) 1-tert-Butyl-3,4,5-trimethylbenzol in 200 ml Eisessig gelöst. Unter Lichtausschluss wurde über einen Zeitraum von acht Stunden eine Lösung von 71,28 g (22,9 ml; 0,446 mol) Brom in 80 ml Eisessig zugetropft. Die Reaktionslösung wurde vier Tage im Dunkeln gerührt, anschließend wurde das Gemisch auf 250 ml Eiswasser gegossen. Das Rohprodukt wurde abfiltriert, mit reichlich Wasser nachgewaschen und anschließend aus Methanol kristallisiert. Es resultierten 81,99 g (72 %) des Produkts als farbloser Feststoff.

Schmelzpunkt

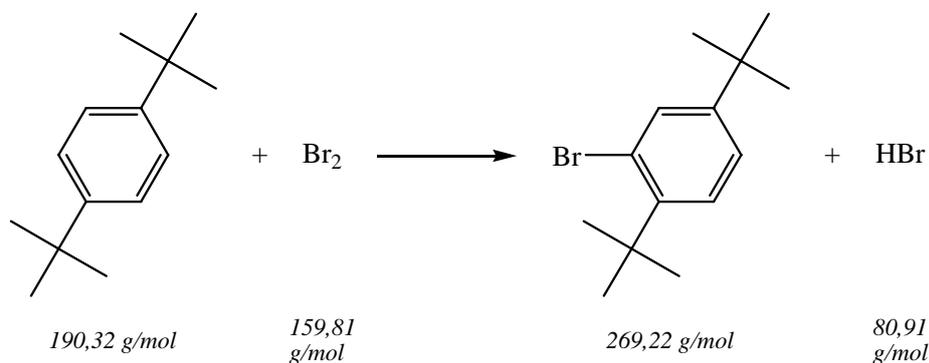
Fp.: 56-58 °C

 $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

1.63 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{H}}_3)_3$ )  
 1.94 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.07 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.38 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 7.21 (s, 1 H, Aryl- $\underline{\text{H}}$ )

 $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

16.84 (Aryl- $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )	127.14 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )
20.87 (Aryl- $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )	134.43 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )
21.53 (Aryl- $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )	134.75 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )
30.45 ( $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )	138.03 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )
36.97 ( $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )	145.19 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )
124.49 (Aryl- $\underline{\text{C}}$ )	

**3.4.2 1-Brom-2,5-di-*tert*-butylbenzol**<sup>[31]</sup>

Da die Bromierung von 1,4-Di-*tert*-butylbenzol in Essigsäure zu unerwünschten Mehrfachbromierungen führte, wurde ein alternativer Weg gewählt.

In einem 1 l-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler wurden 51,87 g (0,273 mol) 1,4-Di-*tert*-butylbenzol und 5,5 g Phosphorpentoxid in 600 ml Trimethylphosphat gelöst. Das Gemisch wurde auf 80 °C erwärmt, anschließend wurde unter Lichtausschluss eine Lösung von 43,60 g (14,0 ml; 0,273 mol) Brom in 100 ml Trimethylphosphat zugetropft. Das Reaktionsgemisch wurde sechs Stunden bei 80 °C gerührt. Wenn nach dieser Zeit noch zu viel Edukt vorhanden war (GC-Reaktionskontrolle), wurden weitere 2 g Phosphorpentoxid zugegeben. Eine dem nicht umgesetzten Edukt äquivalente Menge Brom, gelöst in Trimethylphosphat, wurde zusätzlich zugetropft, anschließend weitere sechs Stunden bei 80 °C gerührt. Zur

Aufarbeitung wurde das abgekühlte Reaktionsgemisch auf 800 ml eisgekühlte zehnprozentige Natronlauge gegossen. Das Gemisch wurde mit Petrolether 40/60 extrahiert und die organische Phase über Magnesiumsulfat getrocknet. Nach Abfiltrieren des Trockenmittels wurde das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert. Das verbleibende Rohprodukt wurde durch fraktionierende Destillation im Vakuum gereinigt. Es resultierten 60,72 g (83 %) des gewünschten Produkts als farblose Flüssigkeit.

Bei der Destillation ist zu beachten, dass zunächst nicht umgesetztes Edukt übergeht (Feststoff! Kp. (2 mbar): 84-86 °C)

#### Siedepunkt:

Kp. (2 mbar): 101-102 °C

#### Brechungsindex:

$n_D^{24}$ : 1,5326

#### $^1\text{H-NMR}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 300.13 MHz) ( $\delta$ [ppm])

1.41 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )

1.63 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )

7.35 (dd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 8.38$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 2.13$  Hz, Aryl-C4-H)

7.48 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 8.36$  Hz, Aryl-C3-H)

7.71 (d, 1 H,  $^4J_{\text{HH}} = 2.16$  Hz, Aryl-C6-H)

#### $^{13}\text{C-NMR}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 75.48 MHz) ( $\delta$ [ppm])

29.70 (Aryl-C2- $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )

123.98 (Aryl- $\underline{\text{C}}4$ )

31.02 (Aryl-C5- $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )

127.38 (Aryl- $\underline{\text{C}}3$ )

33.97 (Aryl-C2- $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )

132.65 (Aryl- $\underline{\text{C}}6$ )

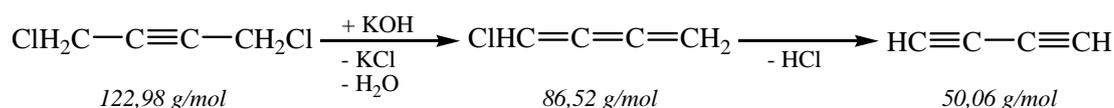
36.00 (Aryl-C5- $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )

144.41 (Aryl- $\underline{\text{C}}2$ )

122.44 (Aryl- $\underline{\text{C}}1$ )

150.31 (Aryl- $\underline{\text{C}}5$ )

### 3.4.3 1,3-Butadiin<sup>[32]</sup>



In einem 100 ml-Dreihalskolben wurden 2,5 g (45 mmol) Kaliumhydroxid in 20 ml Wasser und 4 ml Dimethylsulfoxid gelöst. Der Kolben wurde mit Tropftrichter und Rückflusskühler versehen, über den Tropftrichter wurde Schutzgas eingeleitet. Aus

dem oberen Ende des Kühlers gelangte der Gasstrom zunächst in ein Calciumchlorid-gefülltes Trockenrohr und wurde anschließend in zwei nacheinandergeschaltete Kühlfallen eingeleitet. Diese waren jeweils mit 20 ml Tetrahydrofuran gefüllt und wurden auf  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  gekühlt. Der Reaktionsaufbau wurde gründlich mit Schutzgas gespült, danach wurde die Lösung auf  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Innerhalb von 15 Minuten wurden 3,58 g (29 mmol) 1,4-Dichlor-2-butin zugetropft (Das Zutropfen darf nicht zu schnell erfolgen!). Anschließend wurde das Reaktionsgemisch unter stetem Schutzgasstrom für zwei Stunden auf  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  erwärmt. In den beiden Kühlfallen wurden insgesamt 0,75 g 1,3-Butadiin (52 %), gelöst in Tetrahydrofuran, erhalten. Das polymerisationsempfindliche Diin lässt sich in der erhaltenen Lösung unter Schutzgas bei  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$  stabil lagern.

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz)

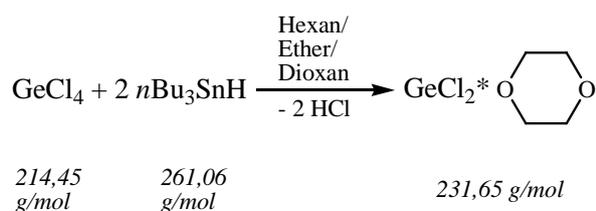
1.53 ppm (s)

$^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz)

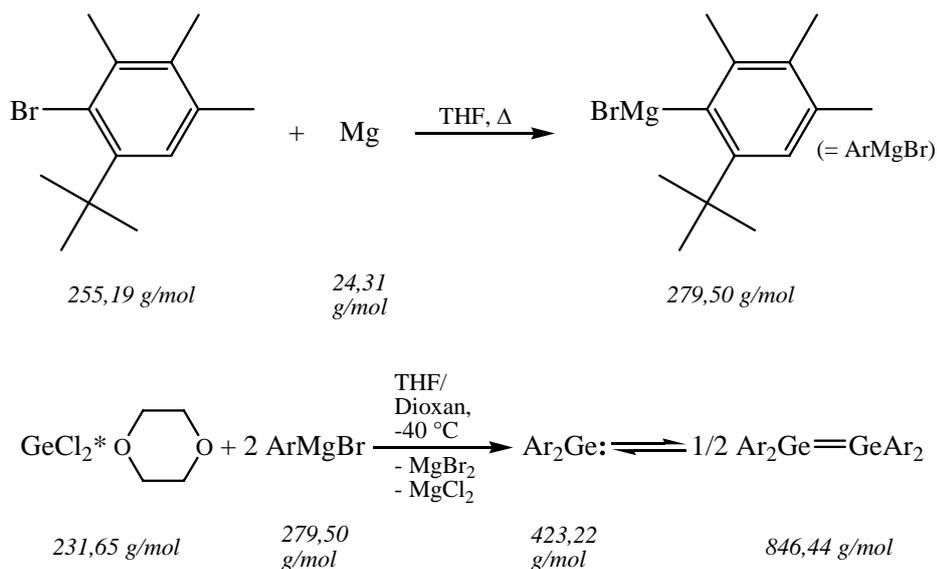
65.81 ( $\text{HC}\equiv\text{C}-\text{C}\equiv\text{CH}$ )

67.85 ( $\text{HC}\equiv\text{C}-\text{C}\equiv\text{CH}$ )

### 3.4.4 Germaniumdichlorid•Dioxan<sup>[33]</sup>



In einem 500 ml-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler wurden 55,30 g (0,26 mol) Germaniumtetrachlorid in einem Gemisch aus 100 ml Diethylether, 100 ml *n*-Hexan und 35 ml 1,4-Dioxan gelöst. Unter Rühren wurden 78,86 g (0,30 mol) Tri-*n*-butylzinnhydrid zugetropft. Dabei fiel bereits ein farbloser Feststoff aus. Dieser wurde abfiltriert, mit reichlich *n*-Hexan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet. Die Mutterlauge wurde bei  $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$  gehalten, daraus resultierte eine weitere Fraktion des gewünschten Produkts. Nach dem Abfiltrieren, Waschen und Trocknen wurden die Fraktionen vereinigt. Es resultierten 30,71 g (51 %) Germaniumdichlorid•Dioxan.

3.4.5 Tetrakis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)digermen<sup>[9]</sup>

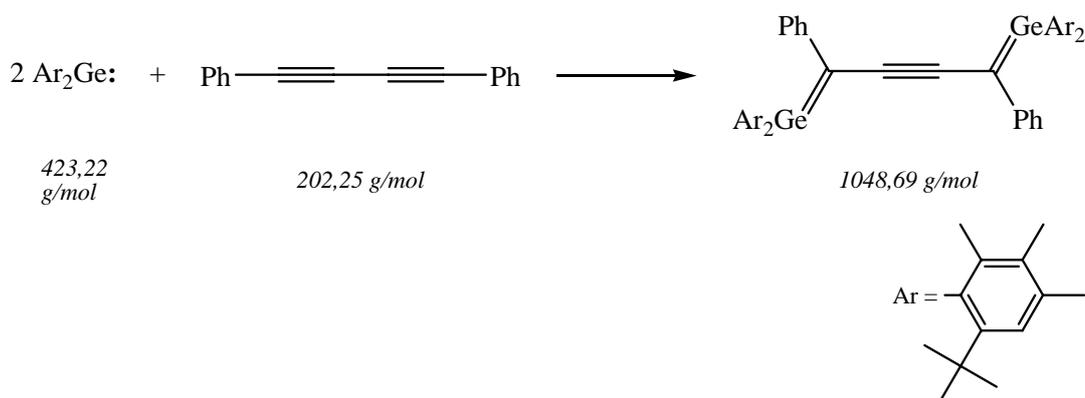
In einem 500 ml-Dreihalskolben wurden 5 g (0,21 mol) Magnesium-Späne vorgelegt. Innerhalb einer halben Stunde wurde eine Lösung von 28,07 g (0,11 mol) 1-Brom-2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylbenzol in 200 ml Tetrahydrofuran zugetropft. Währenddessen wurde das Gemisch mit einem Heißluftföhn zum Sieden erhitzt. Anschließend wurde das Gemisch zwei Stunden unter Rückfluss gehalten. Danach wurde die Lösung von überschüssigem Magnesium abdekantiert und auf  $-40\text{ }^\circ\text{C}$  gekühlt. Bei dieser Temperatur wurde eine Lösung 12,61 g (54,4 mmol) Germaniumdichlorid•Dioxan in 90 ml Tetrahydrofuran und 10 ml 1,4-Dioxan zugetropft. Nachdem sich das Reaktionsgemisch unter Rühren auf Raumtemperatur erwärmt hatte, wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Das Produkt wurde mit einem Liter Toluol aus den Magnesiumsalzen extrahiert. Die orange-rote Lösung wurde auf die Hälfte eingengt und bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  gehalten. Es resultierten 17,43 g (76%) Digermen als orangefarbener Feststoff.

SchmelzpunktFp.: 165-167  $^\circ\text{C}$  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- 1.61 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )
- 1.82 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )
- 2.19 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )
- 2.41 (s, 3 H,  $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )
- 7.29 (s, 1 H, Aryl- $\underline{\text{H}}$ )

$^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

16.58 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	129.29 (Aryl- <u>C</u> )
21.23 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	133.34 (Aryl- <u>C</u> )
27.52 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	135.78 (Aryl- <u>C</u> )
32.89 (Ar-C( <u>C</u> H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	141.94 (Aryl- <u>C</u> )
37.50 (Ar- <u>C</u> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	150.82 (Aryl- <u>C</u> )
127.22 (Aryl- <u>C</u> )	

**3.4.6 1,4-Bis(bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen)-1,4-diphenyl-2-butin<sup>[3]</sup>**

Eine Lösung von 2,17 g (5,13 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 50 ml Toluol wurde mit 0,52 g (2,57 mmol) 1,4-Diphenylbutadiin versetzt. Die Lösung färbte sich binnen einer halben Stunde tief violett. Das Gemisch wurde zur Vervollständigung der Reaktion zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert und der Rückstand aus *n*-Hexan kristallisiert. Es resultierten 2,54 g (94%) Bisgermaethen in Form eines violetten Feststoffs.

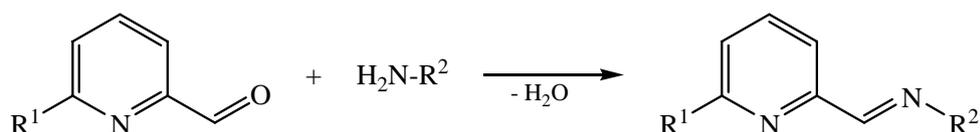
 $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

1.28 (s, 9 H, Ar-C( <u>C</u> H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )
1.29 (s, 9 H, Ar-C( <u>C</u> H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )
1.69 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
1.80 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
1.94 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
2.01 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
2.55 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
3.21 (s, 3 H, Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )
6.66 (t, 2 H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.35 \text{ Hz}$ , Phenyl- <i>m</i> - <u>H</u> )
6.75 (t, 2 H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.16 \text{ Hz}$ , Phenyl- <i>o</i> - <u>H</u> )
7.06 (s, 1 H, Ar- <u>H</u> )
7.10 (s, 1 H, Ar- <u>H</u> )
7.14 (dd, 1 H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.16 \text{ Hz}$ , $^4\text{J}_{\text{HH}} = 1.13 \text{ Hz}$ , Phenyl- <i>p</i> - <u>H</u> )

<sup>13</sup>C-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 75.48 MHz) (δ [ppm])

16.30 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	125.87 (Aryl- <u>C</u> )
16.41 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	126.99 (Aryl- <u>C</u> )
21.19 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	134.16 (Aryl- <u>C</u> )
21.39 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	134.53 (Aryl- <u>C</u> )
24.07 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	137.46 (Aryl- <u>C</u> )
24.15 (Ar- <u>C</u> H <sub>3</sub> )	137.74 (Aryl- <u>C</u> )
32.87 (Ar-C( <u>C</u> H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	138.14 (Aryl- <u>C</u> )
32.95 (Ar-C( <u>C</u> H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	140.29 (Aryl- <u>C</u> )
36.54 (Ar- <u>C</u> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	141.75 (Aryl- <u>C</u> )
36.65 (Ar- <u>C</u> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	142.52 (Aryl- <u>C</u> )
107.73 ( <u>C</u> ≡ <u>C</u> )	143.86 (Aryl- <u>C</u> )
122.48 (Ge= <u>C</u> )	151.75 (Aryl- <u>C</u> )
123.20 (Aryl- <u>C</u> )	152.28 (Aryl- <u>C</u> )

### 3.4.7 N-Aryl- und N-Alkylpyridin-2-aldimine



#### Allgemeine Arbeitsvorschrift für N-arylsubstituierte Aldimine.<sup>[34]</sup>

10 mmol des Pyridin-2-aldehyds und 10 mmol des Anilins werden 15 Minuten bei 140 °C gerührt. Anschließend wird das Produkt durch fraktionierende Destillation im Vakuum gereinigt.

Die Produkte liegen als gelbe Öle vor. Die Ausbeuten variierten zwischen 78 % und 92 %.

#### Allgemeine Arbeitsvorschrift für N-alkylsubstituierte Aldimine:

Abweichend von der Vorschrift für N-arylsubstituierte Aldimine werden 10 mmol des Pyridin-2-aldehyds und 15 mmol des Alkylamins 15 Minuten bei 50 °C gerührt. Das Produkt wird anschließend ebenfalls durch fraktionierende Destillation im Vakuum gereinigt.

Es werden blassgelbe Flüssigkeiten als Produkt erhalten. Die erhaltenen Ausbeuten lagen bei 77-82 %.

Pyridin-2-aldimine oxidieren bei längerem Lagern an der Luft, deshalb wurden die Verbindungen unter Argonatmosphäre aufbewahrt.



NMR-Spektren von *N*-Phenyl-6-methylpyridin-2-aldimin<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 300.13 MHz) (δ [ppm])

- 2.63 (s, 3 H, CH<sub>3</sub>)  
 7.20 (d, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.91 Hz, Pyridin-C5-H)  
 7.25 (tt, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.16 Hz, <sup>4</sup>J<sub>HH</sub> = 1.13 Hz, Phenyl-*p*-H)  
 7.30 (dd, 2 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 8.66 Hz, <sup>4</sup>J<sub>HH</sub> = 1.13 Hz, Phenyl-*o*-H)  
 7.40 (t, 2 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.91 Hz, Phenyl-*m*-H)  
 7.66 (t, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.72 Hz, Pyridin-C4-H)  
 8.02 (d, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.53 Hz, Pyridin-C3-H)  
 8.60 (s, 1 H, N=C-H)

<sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 75.48 MHz) (δ [ppm])

- |                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| 24.23 ( <u>CH</u> <sub>3</sub> )      | 136.64 (Pyridin- <u>C</u> 4)             |
| 118.83 (Pyridin- <u>C</u> 3)          | 151.00 (Phenyl- <i>ipso</i> - <u>C</u> ) |
| 120.99 (Phenyl- <i>o</i> - <u>C</u> ) | 153.94 (Pyridin- <u>C</u> 2)             |
| 124.63 (Pyridin- <u>C</u> 5)          | 158.28 (Pyridin- <u>C</u> 6)             |
| 126.44 (Phenyl- <i>p</i> - <u>C</u> ) | 160.80 (N= <u>C</u> -H)                  |
| 129.03 (Phenyl- <i>m</i> - <u>C</u> ) |  |

NMR-Spektren von *N*-Mesityl-6-methylpyridin-2-aldimin<sup>1</sup>H-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 300.13 MHz) (δ [ppm])

- 2.13 (s, 6 H, Mesityl-*o*-CH<sub>3</sub>)  
 2.16 (s, 3 H, Mesityl-*p*-CH<sub>3</sub>)  
 2.38 (s, 3 H, Pyridin-CH<sub>3</sub>)  
 6.66 (d, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.54 Hz, Pyridin-C5-H)  
 6.77 (s, 2 H, Mesityl-H)  
 7.14 (t, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.54 Hz, Pyridin-C4-H)  
 8.16 (d, 1 H, <sup>3</sup>J<sub>HH</sub> = 7.91 Hz, Pyridin-C3-H)  
 8.49 (s, 1 H, N=C-H)

<sup>13</sup>C-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 75.48 MHz) (δ [ppm])

- |   |                              |
|---|------------------------------|
| 18.37 (Mesityl- <i>o</i> - <u>CH</u> <sub>3</sub> ) | 133.16 (Mesityl- <u>C</u> 4) |
| 20.83 (Mesityl- <i>p</i> - <u>CH</u> <sub>3</sub> ) | 136.49 (Pyridin- <u>C</u> 4) |
| 24.18 (Pyridin- <u>CH</u> <sub>3</sub> )            | 148.83 (Pyridin- <u>C</u> 2) |
| 117.94 (Pyridin- <u>C</u> 3)                        | 154.87 (Mesityl- <u>C</u> 1) |
| 124.44 (Pyridin- <u>C</u> 5)                        | 158.44 (Pyridin- <u>C</u> 6) |
| 126.90 (Mesityl- <u>C</u> 2)                        | 164.36 (N= <u>C</u> -H)      |
| 129.26 (Mesityl- <u>C</u> 3)                        |                              |

NMR-Spektren von *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- 1.12 (d, 9 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.39$  Hz,  $\text{CH}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2$ )  
 3.33 (sept, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.24$  Hz, )  $\underline{\text{C}}\text{H}(\text{CH}_3)_2$   
 6.67 (dd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.42$  Hz,  $^3J_{\text{HH}} = 4.87$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}5\text{-H}$ )  
 7.08 (td, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.70$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 0.93$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}4\text{-H}$ )  
 8.09 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.93$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}3\text{-H}$ )  
 8.55 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 4.85$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}6\text{-H}$ )  
 8.48 (s, 1 H,  $\text{N}=\underline{\text{C}}\text{-H}$ )

 $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- |   |   |
|---|---|
| 24.48 ( $\text{CH}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_2$ ) | 136.14 (Pyridin- $\underline{\text{C}}4$ )          |
| 61.70 ( $\underline{\text{C}}\text{H}(\text{CH}_3)_2$ ) | 149.72 (Pyridin- $\underline{\text{C}}6$ )          |
| 121.10 (Pyridin- $\underline{\text{C}}3$ )              | 156.20 (Pyridin- $\underline{\text{C}}2$ )          |
| 124.52 (Pyridin- $\underline{\text{C}}5$ )              | 160.02 ( $\text{N}=\underline{\text{C}}\text{-H}$ ) |

NMR-Spektren von *N-tert*-Butylpyridin-2-aldimin $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

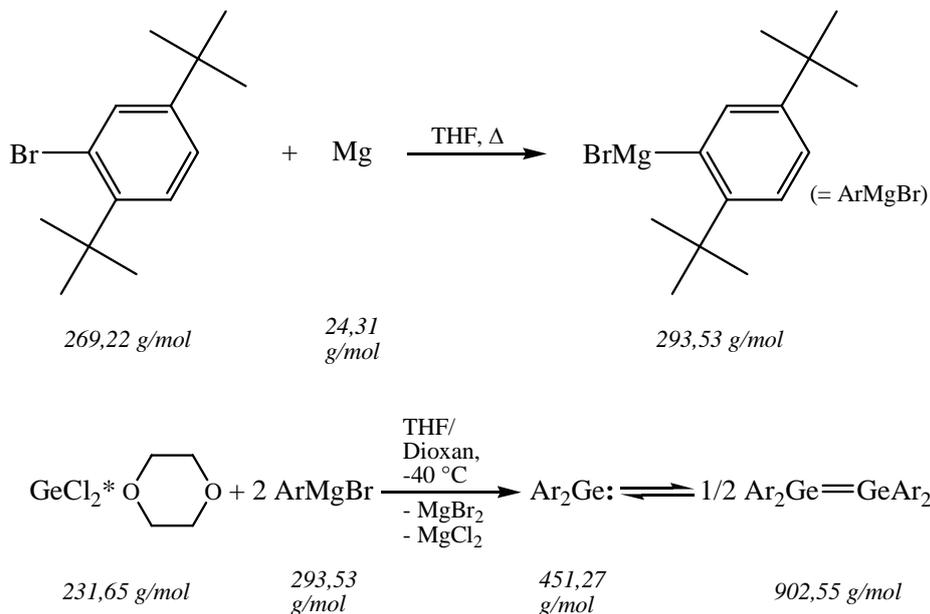
- 1.22 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )  
 7.16 (tt, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.03$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 1.13$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}5\text{-H}$ )  
 7.60 (t, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.73$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}4\text{-H}$ )  
 7.93 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.53$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}3\text{-H}$ )  
 8.27 (s, 1 H,  $\text{N}=\underline{\text{C}}\text{-H}$ )  
 8.52 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 4.53$  Hz, Pyridin- $\underline{\text{C}}6\text{-H}$ )

 $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- |  |   |
|--|---|
| 29.73 ( $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ) | 136.20 (Pyridin- $\underline{\text{C}}4$ )          |
| 57.54 ( $\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$ )        | 149.01 (Pyridin- $\underline{\text{C}}6$ )          |
| 120.70 (Pyridin- $\underline{\text{C}}3$ )             | 155.38 (Pyridin- $\underline{\text{C}}2$ )          |
| 124.12 (Pyridin- $\underline{\text{C}}5$ )             | 156.15 ( $\text{N}=\underline{\text{C}}\text{-H}$ ) |

### 3.5 Synthese eines neuen Digermens und erste Umsetzungen

#### 3.5.1 Synthese von Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen



In einem 250 ml-Dreihalskolben wurden 2,5 g (0,10 mol) Magnesium-Späne vorgelegt. Dazu wurde eine Lösung aus 7,35 g (27,3 mmol) 1-Brom-2,5-di-*tert*-butylbenzol in 40 ml THF getropft, das Gemisch wurde währenddessen mit einem Heißluftföhn zum Sieden erhitzt. Die Reaktion wurde mit einem Tropfen 1,2-Dibromethan initiiert. Anschließend wurde das Gemisch zwei Stunden unter Rückfluss erhitzt. Die Lösung wurde von überschüssigem Magnesium abdekantiert und auf  $-40\text{ }^\circ\text{C}$  gekühlt. Bei dieser Temperatur wurde eine Lösung 3,16 g (13,6 mmol) Germaniumdichlorid•Dioxan in 40 ml Tetrahydrofuran und 10 ml 1,4-Dioxan zugetropft. Nachdem sich das Reaktionsgemisch unter Rühren auf Raumtemperatur erwärmt hatte, wurden die Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Das Produkt wurde mit 200 ml *n*-Hexan aus den Magnesiumsalzen extrahiert. Die tiefrote Lösung wurde auf die Hälfte eingengt und bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  gehalten. Es resultierten 3,41 g (56 %) Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen in Form eines roten Feststoffs. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Einkristalle konnten in Form gelber Prismen aus *n*-Hexan bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  erhalten werden.

#### Schmelzpunkt:

Fp.:  $135\text{ }^\circ\text{C}$  (Zersetzung)

Elementaranalyse [%]:

	C	H
Berechnet:	74,52	9,38
Gefunden:	73,94	9,19

UV/Vis-Spektrum (*n*-Hexan):

$\lambda_{\max}$  ( $\epsilon$ ): 425 nm (4000)

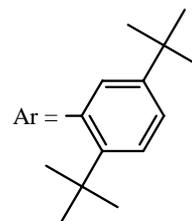
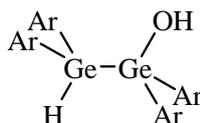
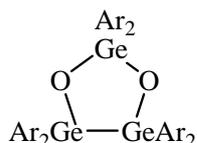
$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 500.13 MHz)

1.31 (s, 9 H, C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )
1.38 (s, 9 H, C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )
7.20 (dd, 1 H, $^3J_{\text{HH}} = 8.32$ Hz, $^4J_{\text{HH}} = 2.19$ Hz, Aryl-C4- <u>H</u> )
7.34 (d, 1 H, $^3J_{\text{HH}} = 8.34$ Hz, Aryl-C3- <u>H</u> )
8.30 (d, 1 H, $^4J_{\text{HH}} = 2.06$ Hz, Aryl-C6- <u>H</u> )

$^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 125.76 MHz)

31.57 (C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	125.83 (Aryl- <u>C</u> -H)
33.69 (C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	126.93 (Aryl- <u>C</u> -H)
34.32 ( <u>C</u> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	146.59 (Aryl- <u>C</u> )
36.97 ( <u>C</u> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	146.79 (Aryl- <u>C</u> )
125.24 (Aryl- <u>C</u> -H)	152.86 (Aryl- <u>C</u> )

### 3.5.2 Hexakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)trigerma-1,3-dioxolan und 1,1,2,2-Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digerman-1-ol

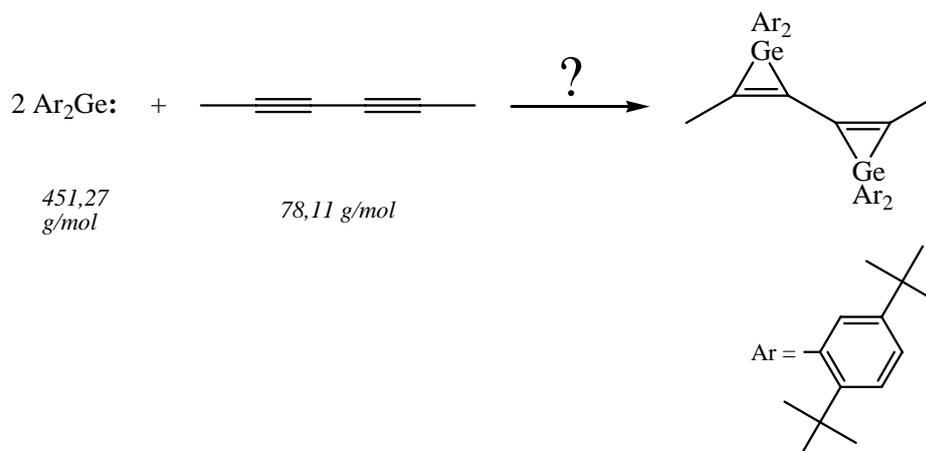


Bei der Aufarbeitung des Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermens konnten zwei weitere Kristallfraktionen erhalten werden (*n*-Hexan,  $-4$  °C). Die Röntgenstrukturanalyse ergab, dass es sich dabei um partiell oxidiertes bzw. hydrolysiertes Digermen handelte, das offensichtlich durch Spuren von Sauerstoff bzw. Wasser entstanden war.

IR-Spektrum des Digerman-1-ols [ $\text{cm}^{-1}$ ]:

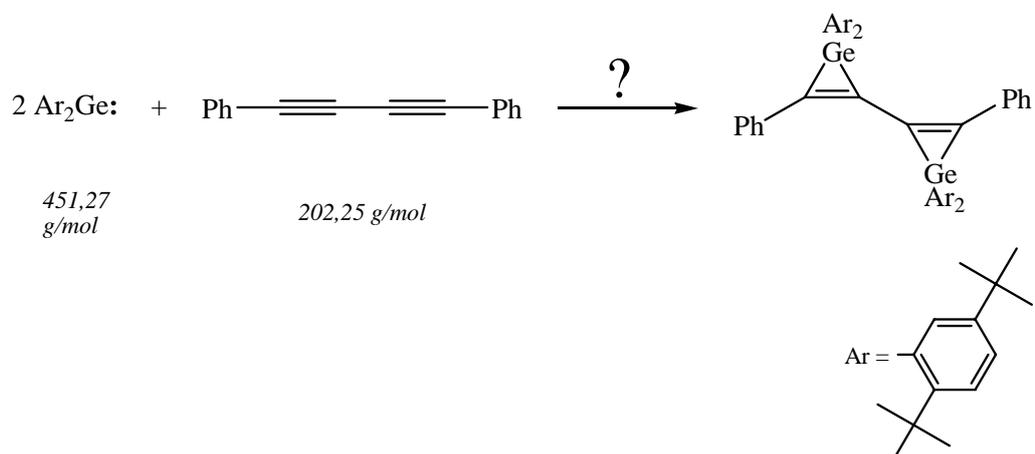
3597, 2967, 2884, 2086, 1453, 1363, 1258, 1147, 827, 752, 704, 667, 609, 510, 456

## 3.5.3 Versuchte Umsetzung mit 2,4-Hexadiin



Eine Lösung aus 0,55 g (1,22 mmol) Bis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)germylen in 40 ml *n*-Hexan wurde mit 50 mg (0,64 mmol) 2,4-Hexadiin versetzt. Das Gemisch wurde 24 Stunden bei Raumtemperatur gerührt, wobei eine deutliche Aufhellung zu beobachten war. Die Lösung wurde auf die Hälfte eingengt und bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  gehalten. Es fiel ein gelber Feststoff aus, der allerdings für eine Röntgenstrukturanalyse ungeeignet war.

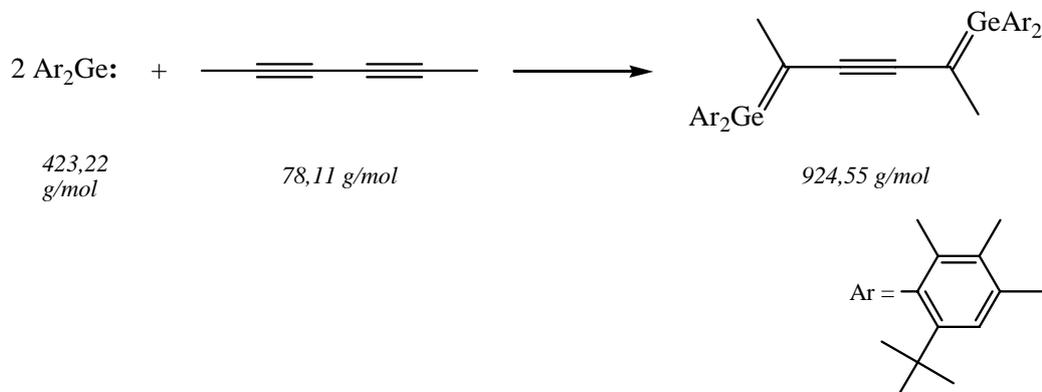
## 3.5.4 Versuchte Umsetzung mit 1,4-Diphenylbutadiin



Eine Lösung aus 0,15 g (0,33 mmol) Bis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)germylen in 40 ml *n*-Hexan wurde mit 35 mg (0,17 mmol) 1,4-Diphenylbutadiin versetzt. Das Gemisch wurde 24 Stunden bei Raumtemperatur gerührt, wobei zunächst eine Farbintensivierung, danach jedoch eine deutliche Aufhellung zu beobachten war. Die Lösung wurde auf die Hälfte eingengt und bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  gehalten. Es fiel ein gelber Feststoff aus, der allerdings für eine Röntgenstrukturanalyse ungeeignet war.

### 3.6 Umsetzungen eines Germylens mit konjugierten Diinen

#### 3.6.1 Umsetzung mit 2,4-Hexadiin<sup>[19]</sup>



Eine Lösung von 0,71 g (1,68 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 60 ml Toluol wurden mit 0,20 g (2,56 mmol) 2,4-Hexadiin versetzt. Es resultierte nach ca. 30 Minuten eine intensiv rote Lösung. Das Gemisch wurde drei Tage bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert und der Rückstand aus *n*-Hexan kristallisiert. Es resultierten 0,56 g (72%) Bisgermaethen als roter Feststoff. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Einkristalle konnten aus *n*-Pentan bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  in Form orangefarbener Nadeln erhalten werden.

#### Schmelzpunkt:

Fp.: 80 °C (Zersetzung)

#### Elementaranalyse [%]:

	C	H
Berechnet:	75,35	8,94
Gefunden:	74,89	8,97

#### UV/Vis-Spektrum (Toluol):

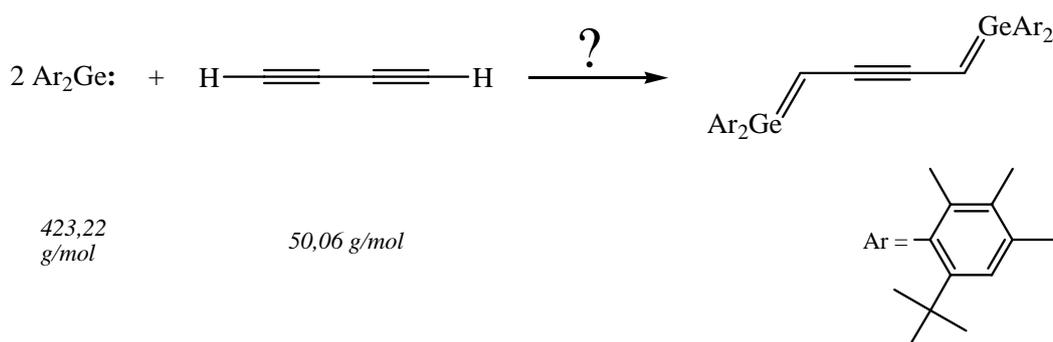
$\lambda_{\text{max}}$  ( $\epsilon$ ): 500 nm (8000)

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- 1.37 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )  
 1.41 (s, 9 H,  $\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ )  
 1.55 (s, 3 H,  $\text{Ge}=\underline{\text{C}}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.01 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.04 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.08 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.14 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 2.18 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 3.30 (s, 3 H,  $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )  
 7.19 (s, 2 H,  $\text{Aryl}-\underline{\text{H}}$ )

 $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- |  |  |
|--|--|
| 16.59 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 126.48 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}-\text{H}$ ) |
| 16.74 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 126.81 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}-\text{H}$ ) |
| 21.17 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 133.20 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 21.28 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 133.52 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 24.29 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 136.78 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 24.70 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )                         | 137.11 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 32.65 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ) | 138.60 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 32.86 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ) | 139.19 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 33.68 ( $\text{Ge}=\underline{\text{C}}-\underline{\text{C}}\text{H}_3$ )    | 142.32 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 36.67 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ) | 143.29 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 36.85 ( $\text{Ar}-\underline{\text{C}}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$ ) | 151.71 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 111.15 ( $\underline{\text{C}}\equiv\underline{\text{C}}$ )                  | 152.17 ( $\text{Aryl}-\underline{\text{C}}$ )          |
| 116.92 ( $\text{Ge}=\underline{\text{C}}$ )                                  |  |

**3.6.2 Versuchte Umsetzung mit 1,3-Butadiin**

Eine Lösung von 0,27 g (0,64 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 20 ml Toluol wurde auf 0 °C gekühlt. Nach Zugabe von 3 ml einer Lösung von 1,3-Butadiin in Tetrahydrofuran (s. Punkt 3.4.3; entspricht etwa 1 mmol Butadiin) nahm die Lösung spontan eine tiefrote, fast schwarze, Farbe an. Das Gemisch wurde zur Vervollständigung der Reaktion zwei Stunden unter Eiskühlung gerührt und danach bei –30 °C gelagert. Über Nacht trat Zersetzung ein. Die Lösung hatte sich entfärbt, und

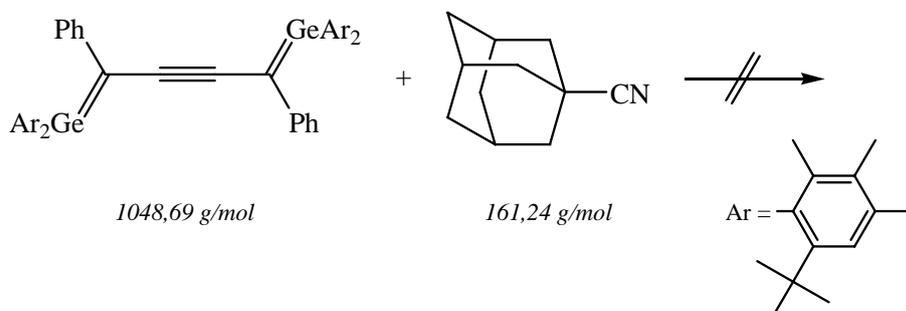
ein orangefarbener Feststoff war ausgefallen. Dieser war in *n*-Hexan, Toluol und Tetrahydrofuran praktisch unlöslich. Ein weiterer Ansatz wurde bei  $-70\text{ °C}$  gelagert. Selbst unter diesen Bedingungen fiel wieder orangefarbener Feststoff aus, allerdings hielt sich die Farbe der Lösung. Aufgrund der enormen Empfindlichkeit des primären, roten Produkts und der schlechten Löslichkeit des orangefarbenen Feststoffs konnten keine brauchbaren NMR-Spektren erhalten werden.

Schmelzpunkt:

Fp.:  $185\text{ °C}$  (Zersetzung)

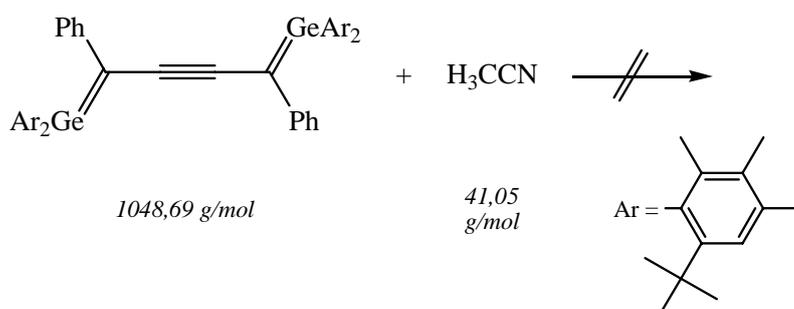
### 3.7 Versuchte Umsetzungen eines acetylenverbrückten Bisgermaethens

#### 3.7.1 1-Adamantylnitril



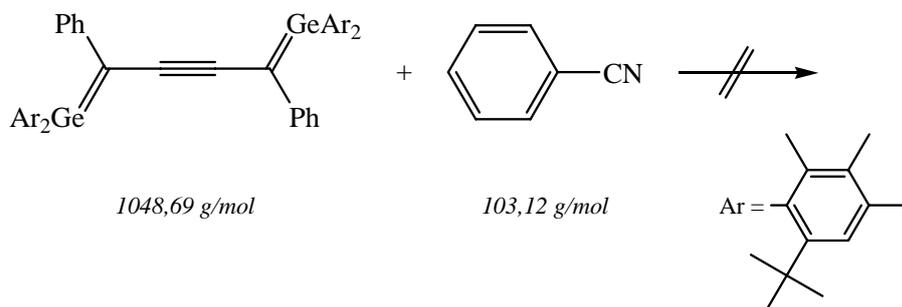
Eine Lösung aus 0,35 g (0,33 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 55 mg (0,34 mmol) 1-Adamantylnitril versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Da nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde das Gemisch drei Tage zum Sieden erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu erkennen, deshalb wurde der Versuch abgebrochen.

#### 3.7.2 Acetonitril



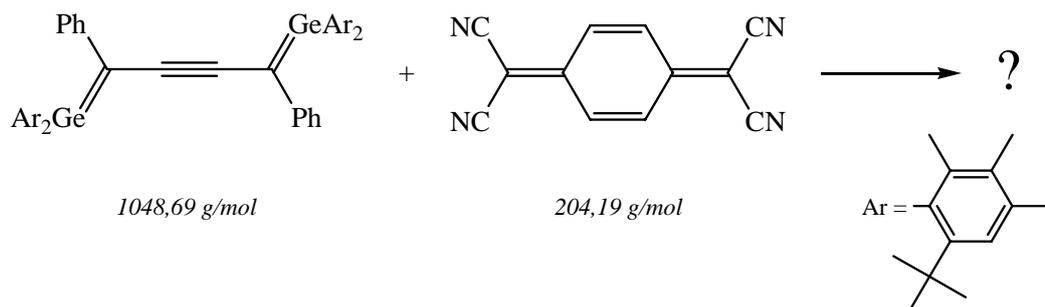
Eine Lösung aus 0,29 g (0,28 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit einem Überschuss (0,1 ml) Acetonitril versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Als nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde das Gemisch 24 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Auch dabei wurde keine Veränderung beobachtet. Daraufhin wurde der Versuch abgebrochen.

## 3.7.3 Benzonitril



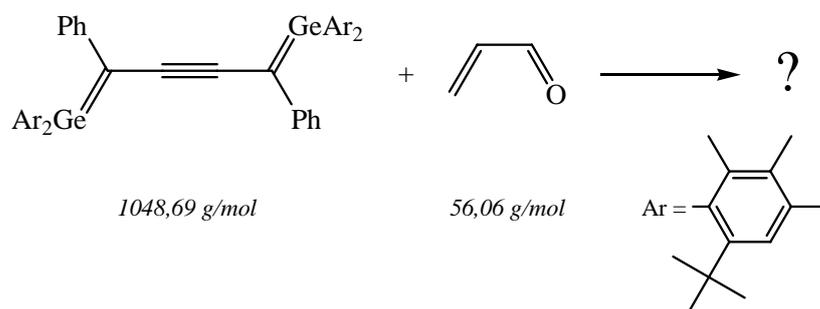
Eine Lösung aus 0,20 g (0,19 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Toluol wurde mit einem Überschuss (0,1 ml) Benzonitril versetzt und drei Tage bei 50 °C gerührt. Da nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde der Versuch abgebrochen.

## 3.7.4 Tetracyanochinodimethan



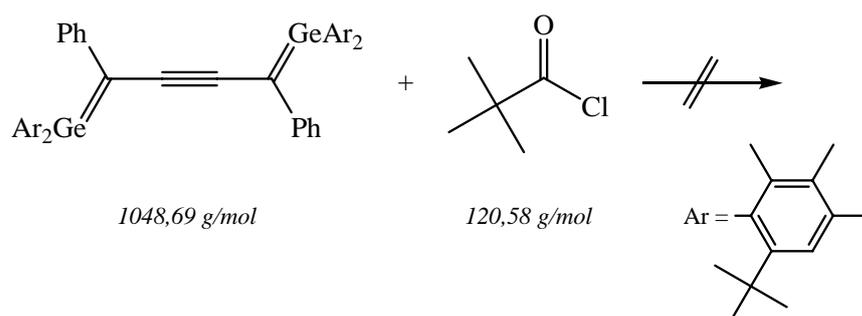
Eine Lösung von 0,28 g (0,27 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Toluol wurde mit 50 mg (0,25 mmol) Tetracyanochinodimethan versetzt und drei Tage bei Raumtemperatur gerührt. Es resultierte eine tiefrote Lösung. Das Toluol wurde im Vakuum abdestilliert und der resultierende rote Feststoff aus verschiedenen Lösungsmitteln (*n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran) bei –4 °C kristallisiert. Es fiel ein roter, aus Toluol hellblauer Feststoff an. Aus *n*-Hexan konnten Einkristalle gewonnen werden, die jedoch extrem empfindlich waren und sich bei der Präparation für die Röntgenstrukturanalyse zersetzten. Aus den NMR-Spektren des Reaktionsgemisches konnten keine Hinweise über das entstandene Produkt gewonnen werden.

## 3.7.5 Acrolein



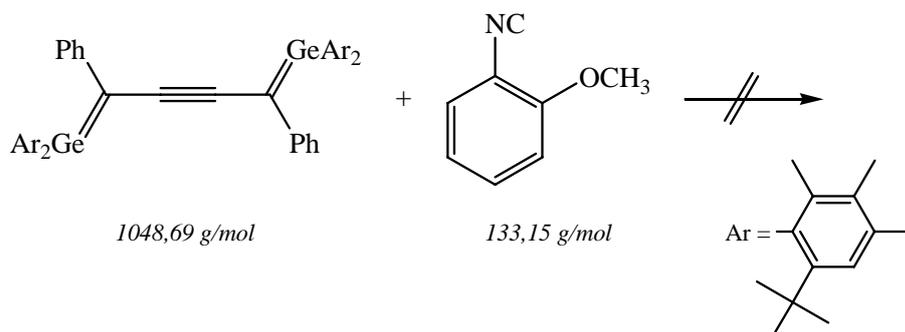
Eine Lösung aus 0,33 g (0,32 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Tetrahydrofuran wurde mit 20 mg (0,36 mmol) Acrolein versetzt. Die Lösung entfärbte sich spontan, es fiel ein farbloser Feststoff aus. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt, anschließend das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der resultierende gelbe Feststoff wurde aus verschiedenen Lösungsmitteln (*n*-Hexan, Toluol, Tetrahydrofuran) bei  $-4 \text{ }^{\circ}\text{C}$  und bei  $-30 \text{ }^{\circ}\text{C}$  kristallisiert. Es wurde jeweils ein farbloser Feststoff erhalten, der für eine Röntgenstrukturanalyse ungeeignet war. Auch aus den NMR-Spektren des Reaktionsgemisches konnten keine Informationen über das entstandene Produkt erhalten werden.

## 3.7.6 Pivaloylchlorid



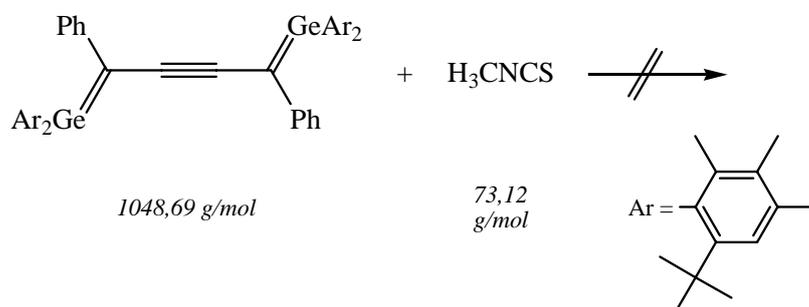
Eine Lösung aus 0,34 g (0,33 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 80 mg (0,66 mmol) Pivaloylchlorid versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Da nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde das Gemisch 24 Stunden zum Sieden erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu erkennen, deshalb wurde der Versuch abgebrochen.

## 3.7.7 2-Methoxyphenylisonitril

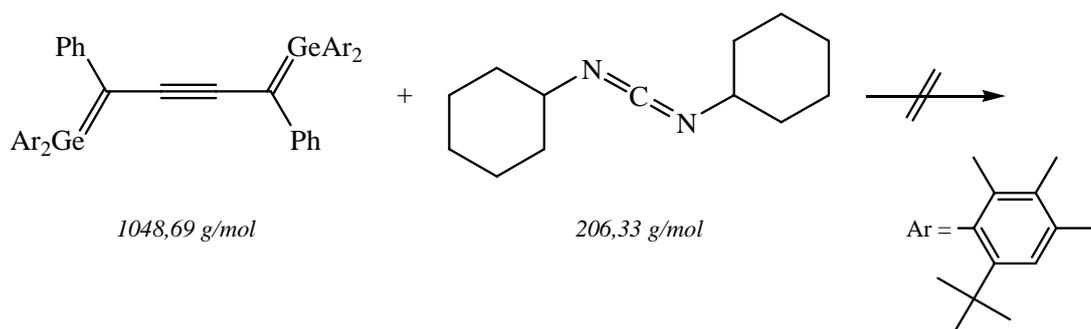


Eine Lösung aus 0,29 g (0,28 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 40 mg (0,30 mmol) 2-Methoxyphenylisonitril versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Da nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde das Gemisch 24 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu erkennen, weshalb der Versuch abgebrochen wurde.

## 3.7.8 Methylisothiocyanat

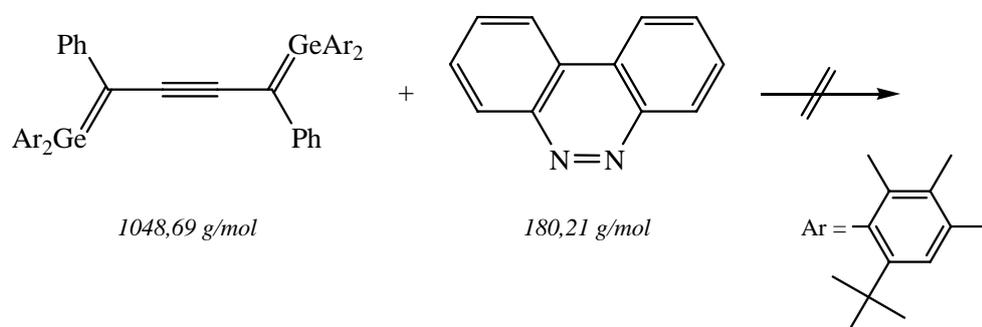


Eine Lösung aus 0,29 g (0,28 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 50 mg (0,68 mmol) Methylisothiocyanat versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Nach dieser Zeit war keine Reaktion erkennbar, deshalb wurde das Gemisch zwei Tage zum Sieden erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu erkennen, deshalb wurde der Versuch abgebrochen.

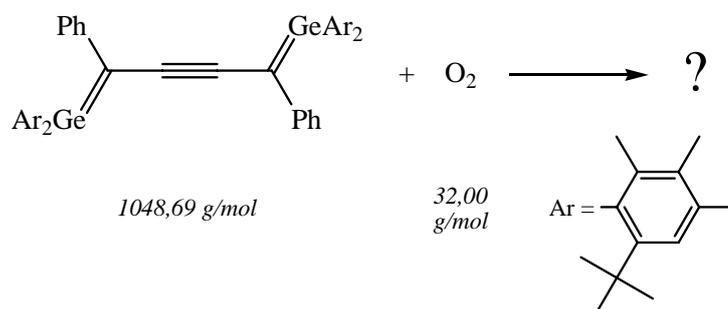
3.7.9 *N,N'*-Di(cyclohexyl)carbodiimid

Eine Lösung aus 0,29 g (0,28 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 60 mg (0,29 mmol) *N,N'*-Di(cyclohexyl)carbodiimid versetzt und drei Tage bei Raumtemperatur gerührt. Da nach dieser Zeit keine Reaktion erkennbar war, wurde das Gemisch 24 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu erkennen, weshalb der Versuch abgebrochen wurde.

## 3.7.10 Benzo[c]cinnolin

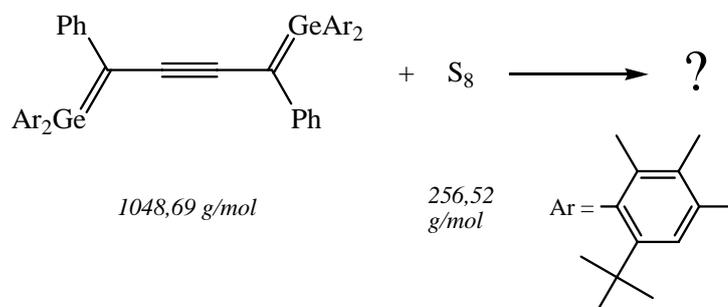


Eine Lösung aus 0,21 g (0,20 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde mit 40 mg (0,22 mmol) Benzo[c]cinnolin versetzt und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Nach dieser Zeit war keine Reaktion erkennbar, deshalb wurde das Gemisch 24 Stunden zum Sieden erhitzt. Als auch danach keine Veränderung zu erkennen war, wurde der Versuch abgebrochen.

3.7.11 Sauerstoff<sup>[19]</sup>

Eine Lösung aus 0,33 g (0,32 mmol) Bisgermaethen in 30 ml *n*-Hexan wurde über Nacht in einem Kolben gerührt, der mit einem Calciumchlorid-gefüllten Trockenrohr versehen war. Dabei nahm sich die Lösung eine gelbe Farbe an. Das Lösungsmittel wurde im Vakuum abdestilliert, der erhaltene gelbe Feststoff aus verschiedenen Lösungsmitteln bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  kristallisiert (*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran). Es resultierte jeweils eine ölige gelbe Flüssigkeit. Auch aus den NMR-Spektren des Reaktionsgemisches konnten keine Hinweise über das entstandene Produkt gewonnen werden.

## 3.7.12 Schwefel



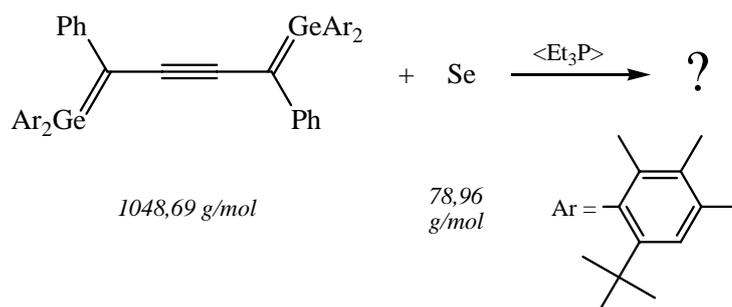
Zu einer Lösung aus 0,63 g (0,60 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Tetrahydrofuran wurden 77 mg (2,40 mmol) Schwefel, gelöst in 20 ml Tetrahydrofuran, zutropft. Etwa 30 Minuten nach beendeter Zugabe nahm sich die Lösung eine gelbe Farbe an. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt, anschließend das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Es resultierte ein gelber Feststoff. Umkristallisation bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  und bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  aus verschiedenen Lösungsmitteln (*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran) lieferten gelbes Pulver, aber keine für die Röntgenstrukturanalyse geeigneten Einkristalle. Anhand der

NMR-Spektren des Reaktionsgemisches konnten keine fundierten Aussagen über das entstandene Produkt getroffen werden.

### Schmelzpunkt

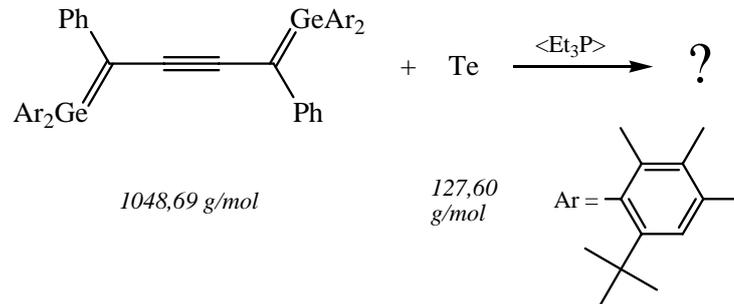
Fp.: 170 °C (Zersetzung)

### 3.7.13 Selen



Eine Lösung aus 0,25 g (0,24 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Tetrahydrofuran wurde mit 75 mg (0,95 mmol) Selen versetzt und ein Tropfen Triethylphosphin-Lösung in Tetrahydrofuran als katalytischer Selen-Überträger zugegeben. Die Lösung wurde zwei Stunden bei Raumtemperatur gerührt, wobei sie sich von violett nach orange verfärbte. Überschüssiges Selen wurde abfiltriert, anschließend das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der resultierende orangefarbene Feststoff wurde aus verschiedenen Lösungsmitteln (*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran) bei  $-4 \text{ °C}$  und bei  $-30 \text{ °C}$  kristallisiert, dabei wurde jeweils ein glasig-amorpher Feststoff erhalten, der für die Röntgenstrukturanalyse ungeeignet war. Auch aus den NMR-Spektren des Reaktionsgemisches konnten keine Hinweise über das entstandene Produkt gewonnen werden.

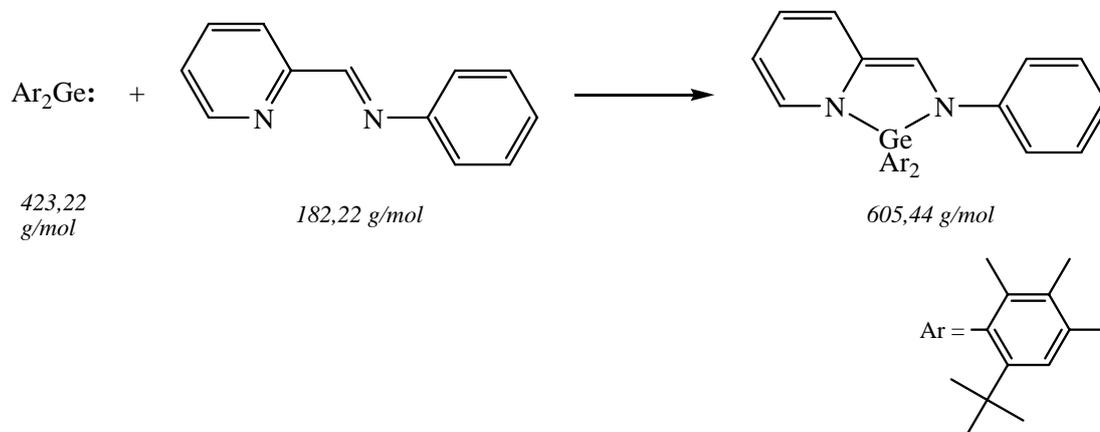
## 3.7.14 Tellur



Eine Lösung aus 0,35 g (0,33 mmol) Bisgermaethen in 30 ml Tetrahydrofuran wurde mit 0,17 g (1,33 mmol) Tellur versetzt und ein Tropfen Triethylphosphin-Lösung in Tetrahydrofuran als katalytischer Tellur-Überträger zugegeben. Die Lösung wurde zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt, ohne dass eine Veränderung zu erkennen war. Daraufhin wurde das Gemisch für 24 Stunden unter Rückfluss erhitzt, wonach eine orangerote Lösung resultierte. Überschüssiges Tellur wurde abfiltriert, anschließend das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der resultierende braune Feststoff wurde aus verschiedenen Lösungsmitteln bei  $-4\text{ °C}$  und bei  $-30\text{ °C}$  (*n*-Pentan, *n*-Hexan, Methylcyclopentan, Toluol, Tetrahydrofuran) kristallisiert. Es resultierte jeweils ein glasig-amorpher Feststoff, der für die Röntgenstrukturanalyse ungeeignet war. Die NMR-Spektren des Reaktionsgemisches erbrachten keine eindeutigen Hinweise über das entstandene Produkt.

### 3.8 Umsetzungen eines Germylens mit 2-Pyridylderivaten

#### 3.8.1 Umsetzung mit *N*-Phenylpyridin-2-aldimin



Eine Lösung von 0,43 g (1,02 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,25 g (1,37 mmol) *N*-Phenylpyridin-2-aldimin versetzt. Die Lösung färbte sich spontan tiefrot. Das Gemisch wurde zur Vervollständigung der Reaktion über Nacht bei Raumtemperatur gerührt und daraufhin das Lösungsmittel gegen *n*-Hexan ausgetauscht. Kristallisation bei  $-30\text{ °C}$  ergab 0,50 g (81 %) Produkt in Form roter Kristalle.

#### Schmelzpunkt:

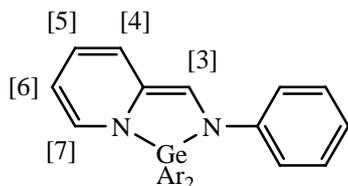
Fp.:  $100\text{ °C}$  (Zersetzung)

#### Elementaranalyse [%]:

	C	H	N
Berechnet:	75,38	7,99	4,63
Gefunden:	75,05	7,98	4,75

#### UV/Vis-Spektrum (Toluol):

$\lambda_{\text{max}}$  ( $\epsilon$ ):  $490\text{ nm}$  (1800); Nebenmaxima finden sich bei  $465\text{ nm}$ ,  $530\text{ nm}$  und  $570\text{ nm}$ .



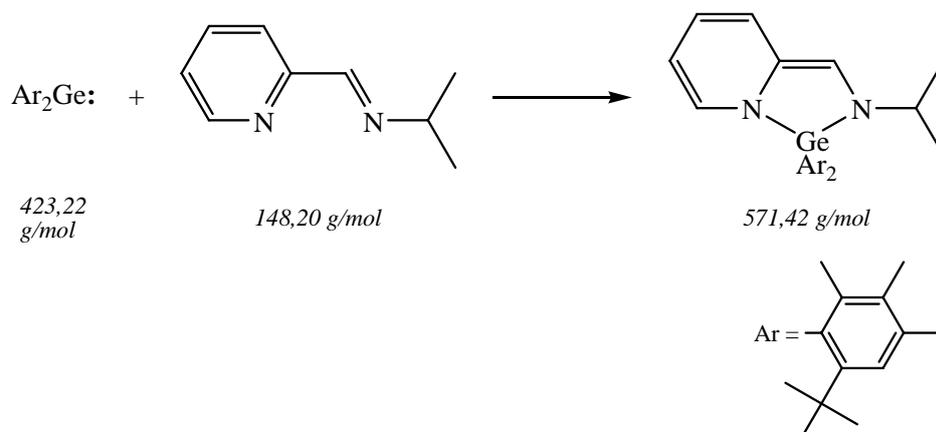
$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- 1.45 (s, 9 H, Ar-C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)  
 1.66 (s, 9 H, Ar-C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)  
 1.70 (s, 6 H, breites Signal, Ar-CH<sub>3</sub>)  
 1.72 (s, 3 H, Ar-CH<sub>3</sub>)  
 1.73 (s, 3 H, Ar-CH<sub>3</sub>)  
 2.05 (s, 3 H, Ar-CH<sub>3</sub>)  
 2.06 (s, 3 H, Ar-CH<sub>3</sub>)  
 5.03 (ddd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.15$  Hz,  $^3J_{\text{HH}} = 5.65$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 1.50$  Hz, C6-H)  
 5.67 (dd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 9.42$  Hz,  $^3J_{\text{HH}} = 5.65$  Hz, C5-H)  
 6.15 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 9.41$  Hz, C4-H)  
 6.21 (s, 1 H, N-CH)  
 6.48 (dd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.16$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 0.94$  Hz, C7-H)  
 6.73 (tt, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 7.16$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 1.13$  Hz, Phenyl-p-H)  
 6.97 (dd, 2 H,  $^3J_{\text{HH}} = 8.67$  Hz,  $^3J_{\text{HH}} = 7.15$  Hz, Phenyl-m-H)  
 7.21 (s, 1 H, Ar-H)  
 7.28 (dd, 2 H,  $^3J_{\text{HH}} = 8.67$  Hz,  $^4J_{\text{HH}} = 1.13$  Hz, Phenyl-o-H)  
 7.29 (s, 1 H, Ar-H)

$^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.48 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- |   |                                      |
|---|--------------------------------------|
| 15.40 (Ar- <u>CH</u> <sub>3</sub> )                           | 127.94 (Ar- <u>C-H</u> )             |
| 15.47 (Ar- <u>CH</u> <sub>3</sub> )                           | 129.03 (Phenyl- <u>C3</u> )          |
| 20.97 (2*Ar- <u>CH</u> <sub>3</sub> )                         | 131.18 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 24.77 (Ar- <u>CH</u> <sub>3</sub> )                           | 132.93 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 27.30 (Ar- <u>CH</u> <sub>3</sub> )                           | 133.43 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 32.64 (Ar-C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )          | 134.57 ( <u>C7</u> )                 |
| 32.87 (Ar-C( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )          | 136.88 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 36.56 (Ar- <u>C</u> ( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ) | 137.33 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 37.42 (Ar- <u>C</u> ( <u>CH</u> <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ) | 138.95 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 103.76 ( <u>C6</u> )  | 139.35 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 110.41 (N- <u>C-H</u> ( <u>C3</u> ))                          | 140.45 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 120.63 ( <u>C4</u> und <u>C5</u> )                            | 144.18 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 121.84 (Phenyl- <u>C4</u> )                                   | 148.59 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 123.25 (Phenyl- <u>C2</u> )                                   | 152.35 ( <u>C</u> <sub>quart</sub> ) |
| 127.50 (Ar- <u>C-H</u> )                                      |                                      |

### 3.8.2 Umsetzung mit *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin



Eine Lösung von 0,37 g (0,87 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,20 g (1,35 mmol) *N*-Isopropylpyridin-2-aldimin versetzt. Die Lösung färbte sich rot. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Daraufhin wurde das Lösungsmittel gegen *n*-Hexan ausgetauscht und nicht umgesetztes Germylen abfiltriert. Bei  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  fielen 0,16 g (33 %) des erwünschten Produkts als roter Feststoff aus. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete hellrote Einkristalle konnten aus *n*-Hexan bei  $-4\text{ }^\circ\text{C}$  erhalten werden.

#### Schmelzpunkt:

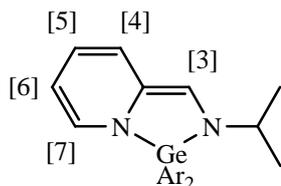
Fp.:  $105\text{ }^\circ\text{C}$  (Zersetzung)

#### Elementaranalyse [%]:

	C	H	N
Berechnet:	73,57	8,82	4,90
Gefunden:	72,87	8,78	4,97

#### UV/Vis-Spektrum (Toluol):

$\lambda_{\text{max}}$  ( $\epsilon$ ): 394 nm (1700)



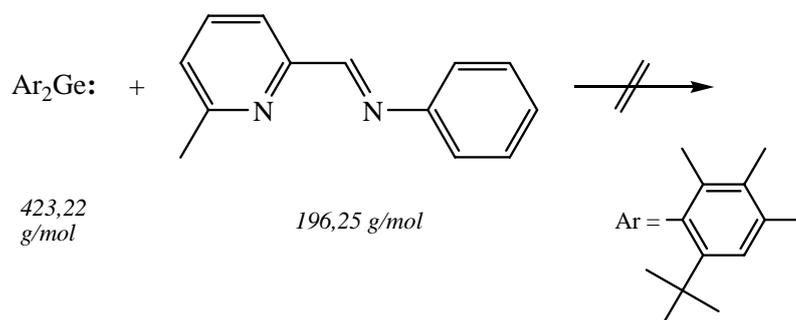
$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 500.13 MHz) ( $\delta$  [ppm])

- 0.85 (d, 3 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.71$  Hz, Isopropyl- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 1.27 (d, 3 H,  $^3J_{\text{HH}} = 5.83$  Hz, Isopropyl- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 1.61 (s, 9 H, Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ )  
 1.65 (s, 9 H, Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ )  
 1.72 (s, 6 H, Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 1.87 (s, 3 H, Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 1.94 (s, 3 H, Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 2.07 (s, 3 H, Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 2.10 (s, 3 H, Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )  
 3.66 (m, 1 H,  $\underline{\text{CH}}(\text{CH}_3)_2$ )  
 4.97 (t, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.02$  Hz, C6- $\underline{\text{H}}$ )  
 5.57 (dd, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 9.46$  Hz,  $^3J_{\text{HH}} = 5.42$  Hz, C5- $\underline{\text{H}}$ )  
 5.89 (s, 1 H, N- $\underline{\text{CH}}$ )  
 6.14 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 9.41$  Hz, C4- $\underline{\text{H}}$ )  
 6.39 (d, 1 H,  $^3J_{\text{HH}} = 6.18$  Hz, C7- $\underline{\text{H}}$ )  
 7.32 (s, 1 H, Ar- $\underline{\text{H}}$ )  
 7.33 (s, 1 H, Ar- $\underline{\text{H}}$ )

$^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 125.76 MHz) ( $\delta$  [ppm])

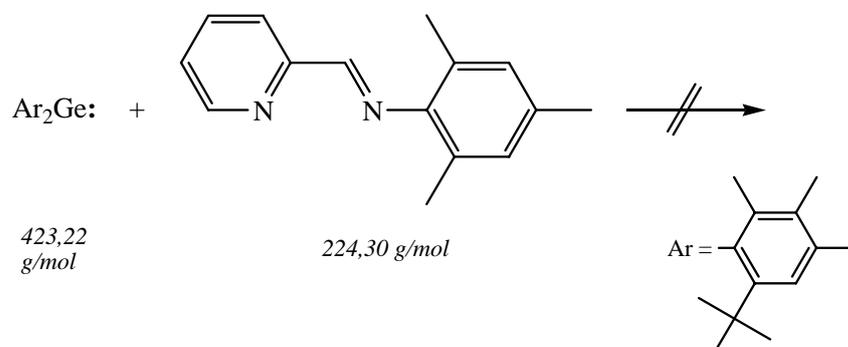
- |  |  |
|--|--|
| 15.59 (Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )             | 121.32 ( $\underline{\text{C4}}$ )               |
| 15.61 (Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )             | 127.11 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 21.00 (Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )             | 127.90 (Ar- $\underline{\text{C}}-\text{H}$ )    |
| 21.08 (Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )             | 128.11 (Ar- $\underline{\text{C}}-\text{H}$ )    |
| 23.00 (Isopropyl- $\underline{\text{CH}_3}$ )      | 129.33 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 24.89 (Isopropyl- $\underline{\text{CH}_3}$ )      | 132.65 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 25.66 (2*Ar- $\underline{\text{CH}_3}$ )           | 132.90 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 32.80 (Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ ) | 134.71 ( $\underline{\text{C7}}$ )               |
| 33.62 (Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ ) | 136.62 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 36.97 (Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ ) | 137.46 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 37.49 (Ar- $\underline{\text{C}(\text{CH}_3)_3}$ ) | 139.41 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 48.37 ( $\underline{\text{CH}}(\text{CH}_3)_2$ )   | 142.67 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 103.08 ( $\underline{\text{C6}}$ )                 | 150.87 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 104.54 (N- $\underline{\text{CH}}$ )               | 152.54 ( $\underline{\text{C}}_{\text{quart}}$ ) |
| 118.73 ( $\underline{\text{C5}}$ )                 |  |

### 3.8.3 Versuchte Umsetzung mit *N*-Phenyl-6-methylpyridin-2-aldimin



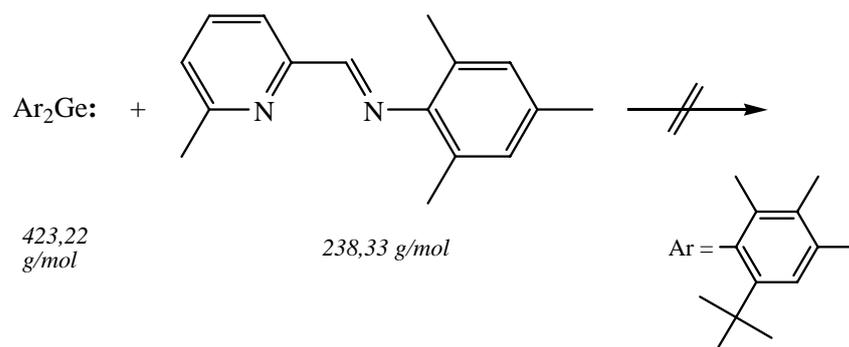
Eine Lösung von 0,31 g (0,73 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,15 g (0,76 mmol) *N*-Phenyl-6-methylpyridin-2-aldimin versetzt. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt, ohne dass eine Farbveränderung festzustellen war. Daraufhin wurde die Lösung für drei Stunden auf 50 °C erhitzt. Auch danach war keine Veränderung festzustellen. In den  $^1\text{H-NMR}$ - und  $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektren des Reaktionsgemisches fanden sich ausschließlich die Signale der Edukte.

### 3.8.4 Versuchte Umsetzung mit *N*-Mesitylpyridin-2-aldimin



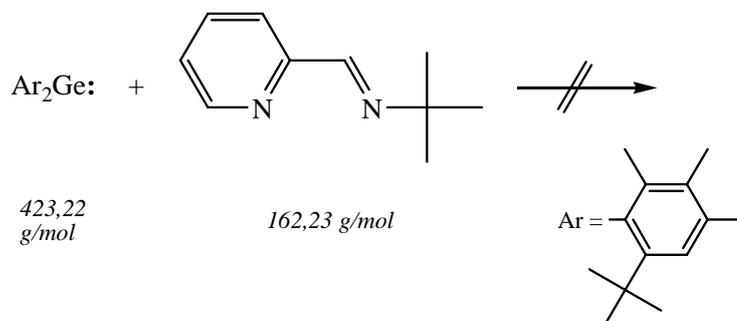
Eine Lösung von 0,28 g (0,66 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,15 mg (0,67 mmol) *N*-Mesitylpyridin-2-aldimin versetzt. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Dabei konnte keine Farbveränderung beobachtet werden. Daraufhin wurde die Lösung für zwei Stunden auf 90 °C erhitzt. Auch dabei war keine Veränderung zu erkennen. Sowohl im  $^1\text{H-NMR}$ - als auch im  $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektrum des Reaktionsgemisches wurden ausschließlich die Signale der Edukte gefunden.

### 3.8.5 Versuchte Umsetzung mit *N*-Mesityl-6-methylpyridin-2-aldimin

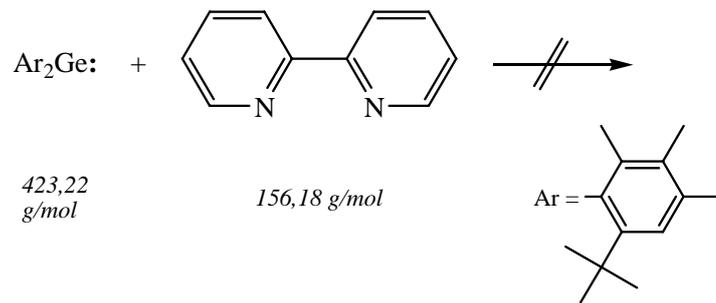


Eine Lösung von 0,17 g (0,40 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 95 mg (0,40 mmol) *N*-(2,4,6-Trimethylphenyl)-6-methylpyridin-2-aldimin versetzt. Das Gemisch wurde zwei Tage bei Raumtemperatur gerührt. Dabei war keine Farbveränderung festzustellen. Daraufhin wurde die Lösung für eine Stunde zum Sieden erhitzt. Auch dabei war keine Veränderung zu beobachten. Im  $^1\text{H-NMR}$ - und  $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektrum des Reaktionsgemisches fanden sich nur die Signale der Edukte.

### 3.8.6 Versuchte Umsetzung mit *N-tert*-Butylpyridin-2-aldimin



Eine Lösung von 0,27 g (0,64 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,10 g (0,62 mmol) *N-tert*-Butylpyridin-2-aldimin versetzt. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Eine Farbveränderung war danach nicht festzustellen. Daraufhin wurde die Lösung für zwei Stunden zum Sieden erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu beobachten. Die  $^1\text{H-NMR}$ - und  $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektren des Reaktionsgemisches wiesen nur die Signale der Edukte auf.

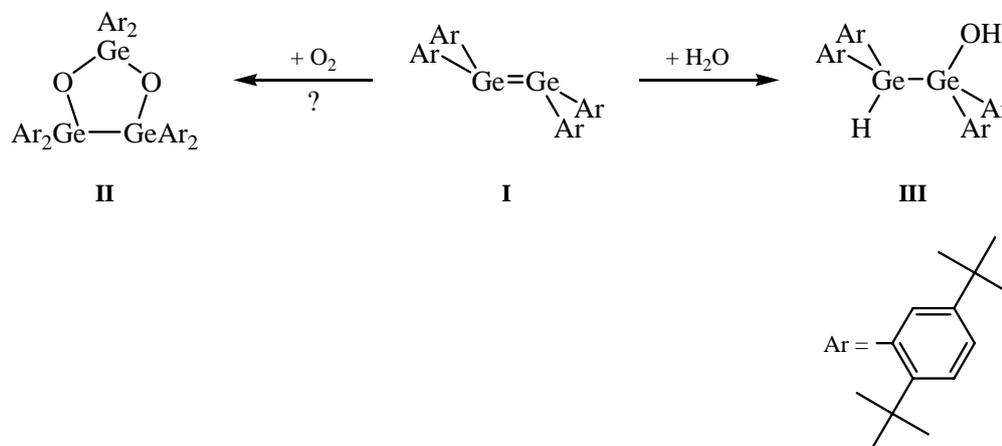
**3.8.7 Versuchte Umsetzung mit 2,2'-Bipyridin**

Eine Lösung von 0,33 g (0,78 mmol) Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen in 30 ml Toluol wurde mit 0,12 g (0,77 mmol) 2,2'-Bipyridin versetzt. Das Gemisch wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Als nach dieser Zeit keine Farbveränderung aufgetreten war, wurde die Lösung für drei Stunden zum Sieden erhitzt. Auch danach war keine Veränderung zu beobachten. Im <sup>1</sup>H-NMR- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektrum des Reaktionsgemisches waren nur die Signale der Edukte nachzuweisen.

## 4 Zusammenfassung

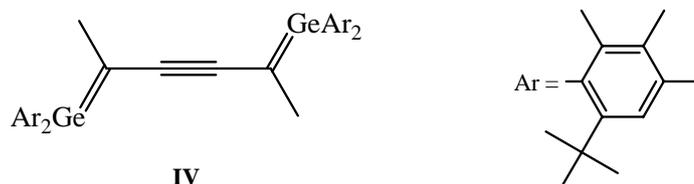
Derzeit sind sechs Tetraaryldigermene strukturell charakterisiert. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit konnte dieser Verbindungsklasse mit Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen (**I**) ein neuer Vertreter hinzugefügt werden. Es handelt sich dabei um das erste Tetraaryldigermen, dessen Substituenten je eine freie *ortho*-Position aufweisen. Trotz des geringen sterischen Anspruchs der Arylgruppen weist dieses Digermen einen mit 236,4 pm erstaunlich langen Ge–Ge-Abstand auf. Die *trans*-Abknickung der Substituenten ist mit 37° und 43° die stärkste bisher beobachtete im Rahmen der Tetraaryldigermene.

Neben dem Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen konnten Reaktionsprodukte mit Sauerstoff (**II**) bzw. Wasser (**III**) nachgewiesen werden. Mit einem Unterschuss Sauerstoff reagiert das Digermen nach einem bisher ungeklärten Mechanismus zum Hexaaryltrigerm-1,3-dioxolan **II**. Bei der Reaktion des Digermens mit Wasser bildet sich das Digermanol **III**, die erste strukturell charakterisierte Verbindung dieser Art.

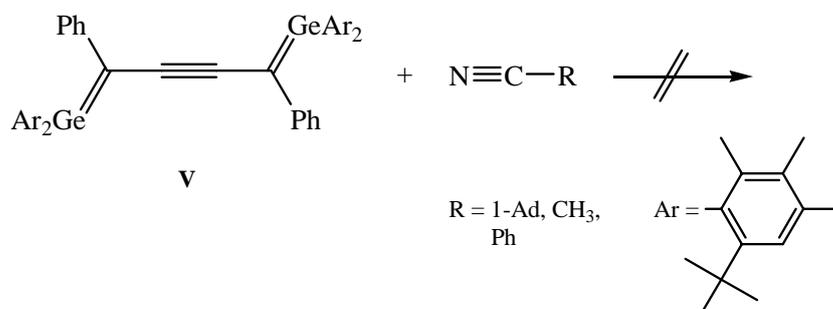


In vorangegangenen Arbeiten wurde von Meiners mit den acetylenverbrückten Bisgermaethenen eine neue Verbindungsklasse beschrieben. Diese Moleküle zeichnen sich durch Ge–C-Doppelbindungen aus, die über eine C–C-Dreifachbindung miteinander konjugiert sind.<sup>[3, 4]</sup>

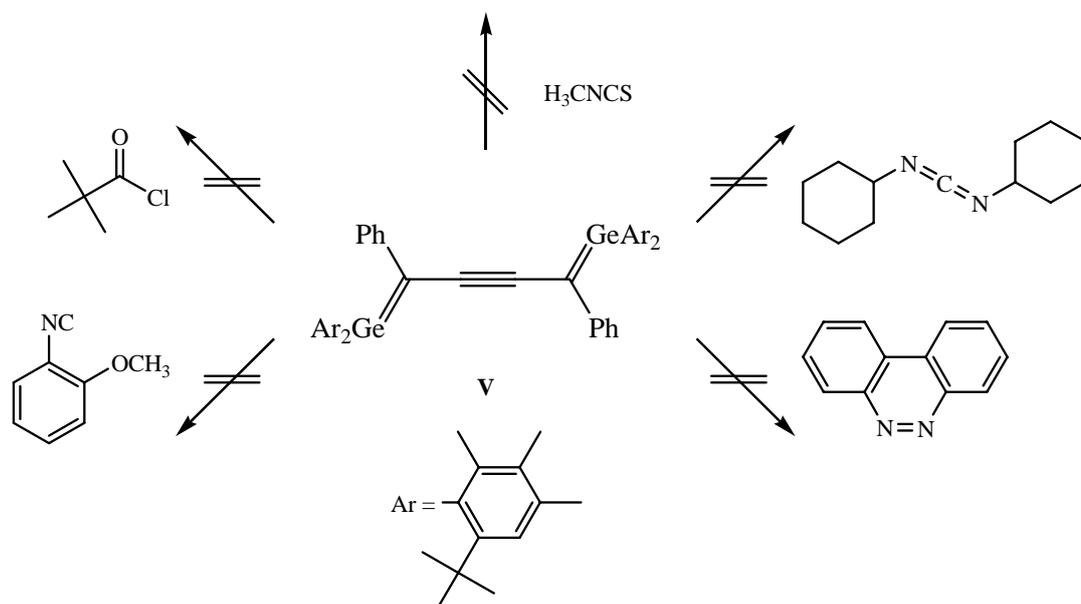
Im Rahmen der vorliegenden Arbeit konnte ein weiteres Bisgermaethen (**IV**) strukturell charakterisiert werden, das von Meiners aufgrund der ausgeprägten Oxidationsempfindlichkeit dieser Verbindung nur NMR-spektroskopisch nachgewiesen wurde.<sup>[19]</sup>



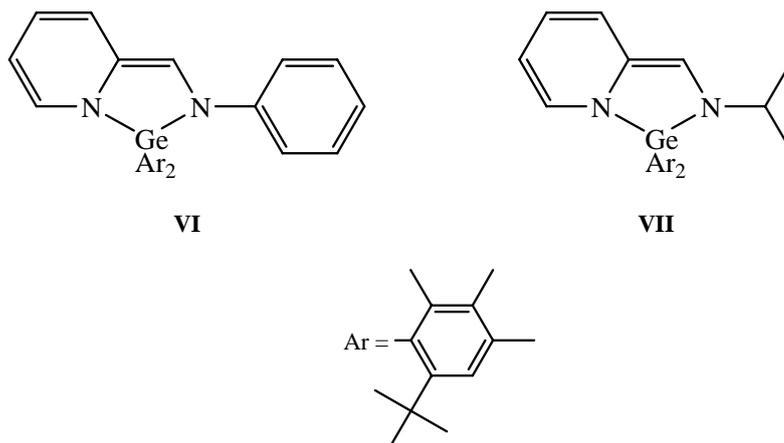
Auch das Reaktionsverhalten dieser neuartigen Verbindungen wurde von Meiners untersucht.<sup>[4]</sup> Weitere Untersuchungen wurden im Rahmen dieser Arbeit vorgenommen. Dabei konnte bestätigt werden, dass Bisgermaethene trotz des ausgedehnten konjugierten Mehrfachbindungssystems erstaunlich unreaktiv gegenüber vielen organischen Reagenzien sind. Obwohl Meiners mit allylischen Nitrilen Reaktionen des untersuchten Bisgermaethens **V** beobachten konnte, zeigte die Verbindung gegenüber gesättigten Nitrilen sowie Benzonitril keine Reaktionsbereitschaft.



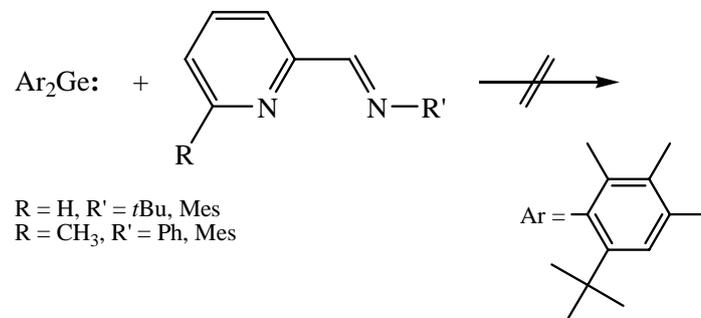
Auch mit 2-Methoxyphenylisocyanid, Pivaloylchlorid, Methylisothiocyanat, *N,N'*-Di(cyclohexyl)carbodiimid sowie Benzo[*c*]cinnolin konnte keine Reaktion des Bisgermaethens **V** beobachtet werden.



Piehl erhielt bei der Umsetzung von Pyridin-2-aldiminen mit Silylenen zwei unterschiedliche Produkte. Das eine Produkt stellt das formale [4+1]-Cycloaddukt dar, das zweite Produkt war durch Silylen-Insertion in die C–H-Bindung der Imingruppe entstanden.<sup>[27, 28]</sup> Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Pyridin-2-aldimine mit einem Germylen umgesetzt. Zwei [4+1]-Cycloadditionsprodukte (**VI** und **VII**) konnten strukturell charakterisiert werden.



Pyridin-2-alimine mit teilweise nur geringfügig vergrößertem sterischen Anspruch zeigten gegenüber dem Germolen keinerlei Reaktionsbereitschaft mehr.



Eine Insertion des Germylens in die C–H-Bindung der Imingruppe wurde nicht beobachtet.

## 5 Literatur

- [1] S. Masamune, Y. Hanzawa, D. J. Williams, *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, *104*, 6136-6137.
- [2] C. Couret, J. Escudié, J. Satgé, M. Lazraq, *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 4411-4412.
- [3] F. Meiners, W. Saak, M. Weidenbruch, *Organometallics* **2000**, *19*, 2835-2836.
- [4] F. Meiners, D. Haase, R. Koch, W. Saak, M. Weidenbruch, *Organometallics* **2002**, *21*, 3990-3995.
- [5] H. Schäfer, W. Saak, M. Weidenbruch, *Angew. Chem.* **2000**, *112*, 3847-3849; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, *39*, 3703-3705.
- [6] vgl. M. Driess, H. Grützmacher, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 900-929; M. Driess, H. Grützmacher, *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 828-856.
- [7] a) P. P. Power, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1998**, 2939-2951;  
b) M. Weidenbruch, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, 373-381.
- [8] J. T. Snow, S. Murakami, S. Masamune, D. J. Williams, *Tetrahedron Lett.* **1984**, *25*, 4191-4194.
- [9] M. Weidenbruch, M. Stürmann, H. Kilian, S. Pohl, W. Saak, *Chem. Ber. / Recueil* **1997**, *130*, 735-738.
- [10] H. Schäfer, W. Saak, M. Weidenbruch, *Organometallics* **1999**, *18*, 3159-3163.
- [11] G. Ramaker, W. Saak, D. Haase, M. Weidenbruch, *Organometallics* **2003**, *22*, 5212-5216.
- [12] S. A. Batcheller, T. Tsumuraya, O. Tempkin, W. M. Davis, S. Masamune, *J. Am. Chem. Soc.* **1990**, *112*, 9394-9395.
- [13] M. Stender, L. Pu, P. P. Power, *Organometallics* **2001**, *20*, 1820-1824.
- [14] N. Tokitoh, K. Kishikawa, R. Okazaki, T. Sasamori, N. Nakata, N. Takeda, *Polyhedron* **2002**, *21*, 563-577.
- [15] a) H. Puff, H. Heisig, W. Schuh, W. Schwab, *J. Organomet. Chem.* **1986**, *303*, 343-350; b) M. S. Samuel, M. C. Jennings, K. M. Baines, *J. Organomet. Chem.* **2001**, *636*, 130-137.
- [16] *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 59<sup>th</sup> Edition*, CRC PRESS, West Palm Beach, Florida **1979**.
- [17] J. Weidlein, U. Müller, K. Dehnicke, *Schwingungsspektroskopie – eine Einführung*, Thieme Verlag, Stuttgart/New York **1982**.
- [18] D. Ostendorf, L. Kirmaier, W. Saak, H. Marsmann, M. Weidenbruch, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, 2301-2307.
- [19] F. Meiners, *Dissertation*, Universität Oldenburg **2002**.
- [20] R. Koch, T. Bruhn, M. Weidenbruch, *Organometallics* **2004**, *23*, 1570-1575.
- [21] a) W. J. Leigh, C. R. Harrington, I. Vargas-Baca, *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, *126*, 16105-16116; b) W. J. Leigh, C. R. Harrington, *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 5084-5096.
- [22] G. Anselme, J. Escudié, C. Couret, J. Satgé, *J. Organomet. Chem.* **1991**, *403*, 93-100.
- [23] M. Lazraq, J. Escudié, C. Couret, U. Bergstätter, M. Regitz, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1993**, 569-570.
- [24] F. Meiners, W. Saak, D. Haase, M. Weidenbruch, *Z. Kristallogr.* **2003**, *218*, 101-104.
- [25] M. Weidenbruch, A. Lesch, *J. Organomet. Chem.* **1991**, *407*, 31-40.

- 
- [26] M. Weidenbruch, H. Piel, A. Lesch, K. Peters, H. G. von Schnering, *J. Organomet. Chem.* **1993**, 454, 35-43.
- [27] M. Weidenbruch, H. Piel, K. Peters, H. G. von Schnering, *Organometallics* **1993**, 12, 2881-2882.
- [28] M. Weidenbruch, H. Piel, K. Peters, H. G. von Schnering, *Organometallics* **1994**, 13, 3990-3994.
- [29] A. Arndt, H. Schäfer, W. Saak, M. Weidenbruch, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2005**, 631, 1341-1342.
- [30] M. Crawford, J. H. Magill, *J. Chem. Soc.* **1957**, 3275-3278.
- [31] D. E. Pearson, M. G. Frazer, V. S. Frazer, L. C. Washburn, *Synthesis* **1976**, 621-623.
- [32] a) H. D. Verkrujisse, L. Brandsma, *Synthetic Communications* **1991**, 21, 657-659; b) T. Hernertz, *Chem. Ber.* **1952**, 85, 475-482.
- [33] T. Fjeldberg, A. Haaland, B. E. R. Schilling, M. F. Lappert, A. J. Thorne, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1986**, 8, 1551-1556.
- [34] G. Schmauss, P. Barth, *Z. Naturforsch.* **1970**, 25 b, 789-798.

## 6 Anhang

### 6.1 Kristall- und Strukturdaten

#### 6.1.1 Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digermen (Verbindung 1)

Zusammensetzung	Ge <sub>2</sub> (C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> ) <sub>4</sub>	
Empirische Summenformel	C <sub>56</sub> H <sub>84</sub> Ge <sub>2</sub>	
Molare Masse [g/mol]	902,41	
Messtemperatur [K]	153(2)	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Kristallsystem	monoklin	
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /c	
Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 21,4229(7)	α = 90
	b = 11,0376(3)	β = 103,724(3)
	c = 23,0286(5)	γ = 90
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	5289,8(3)	
Formeleinheiten pro Zelle (Z)	4	
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,133	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,169	
F(000)	1936	
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,35 x 0,25 x 0,13	
Θ-Bereich zur Datenerhebung [°]	2,09 bis 26,08	
Indexbereiche	-26 ≤ h ≤ 26, -13 ≤ k ≤ 13, -27 ≤ l ≤ 27	
Anzahl der gemessenen Reflexe	45495	
Unabhängige Reflexe	10141 [R(int) = 0,0813]	
Beobachtete Reflexe	6554 [I > 2σ(I)]	
Vollständigkeit für Θ = 26,08° [%]	96,4	
Absorptionskorrektur	numerisch	
Max. und min. Transmission	0,8629 und 0,6851	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>	
Daten / Einschränkungen / Parameter	10141 / 0 / 516	
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	0,85	
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0354; wR2 = 0,0691	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,0701; wR2 = 0,0760	
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	0,547 / -0,451	

#### Ortskoordinaten [\*10<sup>4</sup>] und isotrope Auslenkungsparameter [Å<sup>2</sup>\*10<sup>3</sup>]

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	2383(1)	273(1)	4636(1)	18(1)
Ge(2)	2435(1)	1364(1)	5530(1)	17(1)
C(1)	1747(1)	1035(2)	3956(1)	16(1)
C(2)	1760(1)	2306(2)	3954(1)	19(1)
C(3)	1368(1)	3014(3)	3507(1)	22(1)
C(4)	933(1)	2383(3)	3062(1)	27(1)
C(5)	904(1)	1139(3)	3060(1)	23(1)
C(6)	1310(1)	417(2)	3493(1)	16(1)

---

C(7)	1399(1)	4398(3)	3488(2)	29(1)
C(8)	1523(2)	4798(3)	2890(2)	56(1)
C(9)	750(2)	4908(3)	3552(2)	54(1)
C(10)	1931(2)	4906(3)	3991(2)	42(1)
C(11)	1283(1)	-970(2)	3436(1)	21(1)
C(12)	721(1)	-1405(3)	2925(1)	27(1)
C(13)	1905(1)	-1399(3)	3277(2)	29(1)
C(14)	1194(1)	-1556(2)	4013(1)	26(1)
C(15)	3195(1)	97(3)	4364(1)	24(1)
C(16)	3291(1)	1069(3)	4008(1)	28(1)
C(17)	3848(1)	1232(3)	3795(2)	34(1)
C(18)	4317(2)	342(4)	3962(2)	45(1)
C(19)	4223(2)	-638(3)	4303(2)	44(1)
C(20)	3672(1)	-812(3)	4522(2)	30(1)
C(21A)	3934(3)	2502(7)	3454(3)	22(2)
C(22A)	3341(4)	2750(9)	2963(4)	56(2)
C(23A)	3928(4)	3636(9)	3854(4)	47(2)
C(24A)	4572(4)	2593(8)	3281(4)	50(2)
C(21B)	3902(3)	2111(8)	3368(4)	28(2)
C(22B)	3344(3)	2259(8)	2858(4)	38(2)
C(23B)	4009(5)	3284(11)	3731(6)	70(3)
C(24B)	4495(4)	2030(8)	3114(4)	49(2)
C(25)	3635(1)	-1966(3)	4889(2)	33(1)
C(26A)	3054(3)	-2660(5)	4585(3)	27(1)
C(27A)	3646(3)	-1574(5)	5499(3)	28(1)
C(28A)	4237(3)	-2779(6)	4890(3)	33(2)
C(26B)	2941(3)	-2247(7)	5069(4)	46(2)
C(27B)	4086(4)	-1920(8)	5511(4)	54(2)
C(28B)	3740(4)	-3145(8)	4587(4)	65(2)
C(29)	1619(1)	1073(2)	5789(1)	18(1)
C(30)	1387(1)	-125(2)	5712(1)	19(1)
C(31)	842(1)	-529(2)	5889(1)	21(1)
C(32)	520(1)	330(3)	6149(1)	27(1)
C(33)	727(1)	1527(3)	6216(1)	28(1)
C(34)	1274(1)	1945(3)	6044(1)	21(1)
C(35)	601(1)	-1842(3)	5825(1)	26(1)
C(36)	-113(1)	-1865(3)	5486(2)	40(1)
C(37)	981(2)	-2643(3)	5489(2)	37(1)
C(38)	660(1)	-2368(3)	6451(2)	32(1)
C(39)	1477(1)	3279(3)	6151(2)	28(1)
C(40)	1589(2)	3874(3)	5586(2)	34(1)
C(41)	2095(2)	3312(3)	6664(2)	39(1)
C(42)	970(2)	4050(3)	6361(2)	43(1)
C(43)	3158(1)	852(3)	6206(1)	21(1)
C(44)	3013(1)	-172(3)	6505(1)	26(1)
C(45)	3464(1)	-808(3)	6942(1)	27(1)
C(46)	4078(1)	-314(3)	7088(1)	32(1)
C(47)	4231(1)	722(3)	6812(2)	30(1)
C(48)	3789(1)	1344(3)	6365(1)	23(1)
C(49)	3305(1)	-1979(3)	7242(2)	35(1)
C(50)	2621(2)	-2424(4)	6963(2)	53(1)

C(51)	3374(2)	-1749(4)	7909(2)	53(1)
C(52)	3778(2)	-2995(3)	7169(2)	54(1)
C(53)	4004(1)	2489(3)	6078(1)	27(1)
C(54)	3560(1)	3577(3)	6114(2)	40(1)
C(55)	4006(2)	2243(3)	5427(2)	37(1)
C(56)	4690(1)	2895(3)	6404(2)	39(1)

**Bindungslängen [pm] und –winkel [°]**

Ge(1)-C(15)	199,4(3)	C(25)-C(27A)	146,5(7)
Ge(1)-C(1)	200,2(3)	C(25)-C(26A)	148,8(6)
Ge(1)-Ge(2)	236,43(4)	C(25)-C(28B)	151,6(9)
Ge(2)-C(43)	200,1(3)	C(25)-C(27B)	152,6(9)
Ge(2)-C(29)	200,2(2)	C(25)-C(28A)	157,0(6)
C(1)-C(2)	140,3(4)	C(25)-C(26B)	166,3(7)
C(1)-C(6)	141,6(4)	C(29)-C(30)	140,9(4)
C(2)-C(3)	140,2(4)	C(29)-C(34)	142,2(4)
C(3)-C(4)	139,7(4)	C(30)-C(31)	139,9(4)
C(3)-C(7)	153,0(4)	C(31)-C(32)	138,8(4)
C(4)-C(5)	137,5(4)	C(31)-C(35)	153,3(4)
C(5)-C(6)	140,6(4)	C(32)-C(33)	139,1(4)
C(6)-C(11)	153,7(4)	C(33)-C(34)	140,1(4)
C(7)-C(10)	152,6(4)	C(34)-C(39)	153,8(4)
C(7)-C(8)	152,8(5)	C(35)-C(37)	152,8(4)
C(7)-C(9)	153,9(4)	C(35)-C(38)	153,2(4)
C(11)-C(14)	153,0(4)	C(35)-C(36)	154,4(4)
C(11)-C(13)	153,9(4)	C(39)-C(40)	152,7(4)
C(11)-C(12)	154,5(4)	C(39)-C(42)	154,6(4)
C(15)-C(16)	139,4(4)	C(39)-C(41)	155,1(4)
C(15)-C(20)	141,7(4)	C(43)-C(44)	139,6(4)
C(16)-C(17)	140,4(4)	C(43)-C(48)	142,2(4)
C(17)-C(18)	139,3(5)	C(44)-C(45)	140,6(4)
C(17)-C(21B)	140,6(8)	C(45)-C(46)	139,0(4)
C(17)-C(21A)	163,8(8)	C(45)-C(49)	154,2(4)
C(18)-C(19)	137,9(5)	C(46)-C(47)	138,3(5)
C(19)-C(20)	140,1(4)	C(47)-C(48)	140,2(4)
C(20)-C(25)	154,2(5)	C(48)-C(53)	154,6(4)
C(21A)-C(22A)	151,0(11)	C(49)-C(51)	152,8(5)
C(21A)-C(24A)	151,6(10)	C(49)-C(50)	153,5(5)
C(21A)-C(23A)	155,6(12)	C(49)-C(52)	154,6(5)
C(21B)-C(22B)	147,2(10)	C(53)-C(55)	152,3(5)
C(21B)-C(24B)	152,2(10)	C(53)-C(54)	154,6(4)
C(21B)-C(23B)	152,8(13)	C(53)-C(56)	154,8(4)
C(15)-Ge(1)-C(1)	106,15(11)	C(2)-C(1)-C(6)	119,3(2)
C(15)-Ge(1)-Ge(2)	117,37(9)	C(2)-C(1)-Ge(1)	114,39(19)
C(1)-Ge(1)-Ge(2)	110,42(8)	C(6)-C(1)-Ge(1)	126,34(19)
C(43)-Ge(2)-C(29)	107,00(11)	C(3)-C(2)-C(1)	123,5(3)
C(43)-Ge(2)-Ge(1)	113,65(8)	C(4)-C(3)-C(2)	116,1(3)
C(29)-Ge(2)-Ge(1)	108,35(8)	C(4)-C(3)-C(7)	120,2(3)

C(2)-C(3)-C(7)	123,7(3)	C(27A)-C(25)-C(20)	106,9(3)
C(5)-C(4)-C(3)	122,9(3)	C(26A)-C(25)-C(20)	108,2(3)
C(4)-C(5)-C(6)	116,7(2)	C(28B)-C(25)-C(20)	115,1(4)
C(5)-C(6)-C(1)	120,0(2)	C(27B)-C(25)-C(20)	112,6(4)
C(5)-C(6)-C(11)	123,3(2)	C(27A)-C(25)-C(28A)	109,9(4)
C(1)-C(6)-C(11)	108,7(3)	C(26A)-C(25)-C(28A)	107,6(4)
C(10)-C(7)-C(8)	112,1(3)	C(28B)-C(25)-C(28A)	45,6(4)
C(10)-C(7)-C(3)	109,3(3)	C(27B)-C(25)-C(28A)	71,4(4)
C(8)-C(7)-C(3)	108,8(3)	C(20)-C(25)-C(28A)	108,9(3)
C(10)-C(7)-C(9)	109,5(3)	C(27A)-C(25)-C(26B)	68,2(4)
C(8)-C(7)-C(9)	108,5(2)	C(26A)-C(25)-C(26B)	47,5(4)
C(3)-C(7)-C(9)	110,9(2)	C(28B)-C(25)-C(26B)	101,1(5)
C(14)-C(11)-C(6)	111,7(2)	C(27B)-C(25)-C(26B)	100,2(5)
C(14)-C(11)-C(13)	108,0(2)	C(20)-C(25)-C(26B)	117,1(3)
C(6)-C(11)-C(13)	107,1(2)	C(28A)-C(25)-C(26B)	132,5(4)
C(14)-C(11)-C(12)	112,4(2)	C(30)-C(29)-C(34)	119,0(2)
C(6)-C(11)-C(12)	106,6(2)	C(30)-C(29)-Ge(2)	114,79(18)
C(13)-C(11)-C(12)	119,9(3)	C(34)-C(29)-Ge(2)	126,2(2)
C(16)-C(15)-C(20)	111,80(19)	C(31)-C(30)-C(29)	123,8(2)
C(16)-C(15)-Ge(1)	128,1(2)	C(32)-C(31)-C(30)	116,2(3)
C(20)-C(15)-Ge(1)	124,0(3)	C(32)-C(31)-C(35)	119,9(2)
C(15)-C(16)-C(17)	115,5(3)	C(30)-C(31)-C(35)	124,0(2)
C(18)-C(17)-C(16)	120,4(4)	C(31)-C(32)-C(33)	121,3(2)
C(18)-C(17)-C(21B)	123,4(4)	C(32)-C(33)-C(34)	123,2(3)
C(16)-C(17)-C(21B)	125,4(3)	C(33)-C(34)-C(29)	116,4(3)
C(18)-C(17)-C(21A)	118,6(3)	C(33)-C(34)-C(39)	119,6(2)
C(16)-C(17)-C(21A)	15,6(4)	C(29)-C(34)-C(39)	124,0(2)
C(21B)-C(17)-C(21A)	121,0(3)	C(37)-C(35)-C(38)	108,8(3)
C(19)-C(18)-C(17)	124,2(3)	C(37)-C(35)-C(31)	112,8(2)
C(18)-C(19)-C(20)	115,3(3)	C(38)-C(35)-C(31)	108,4(3)
C(19)-C(20)-C(15)	117,9(3)	C(37)-C(35)-C(36)	108,5(3)
C(19)-C(20)-C(25)	126,8(3)	C(38)-C(35)-C(36)	108,7(2)
C(15)-C(20)-C(25)	116,1(7)	C(31)-C(35)-C(36)	109,5(2)
C(22A)-C(21A)-C(24A)	100,0(6)	C(40)-C(39)-C(34)	111,7(3)
C(22A)-C(21A)-C(23A)	103,7(7)	C(40)-C(39)-C(42)	107,1(3)
C(24A)-C(21A)-C(23A)	110,1(6)	C(34)-C(39)-C(42)	112,6(2)
C(22A)-C(21A)-C(17)	113,2(5)	C(40)-C(39)-C(41)	111,2(3)
C(24A)-C(21A)-C(17)	112,8(6)	C(34)-C(39)-C(41)	107,6(2)
C(23A)-C(21A)-C(17)	116,6(6)	C(42)-C(39)-C(41)	106,6(3)
C(17)-C(21B)-C(22B)	116,3(6)	C(44)-C(43)-C(48)	119,5(3)
C(17)-C(21B)-C(24B)	107,1(7)	C(44)-C(43)-Ge(2)	112,94(19)
C(22B)-C(21B)-C(24B)	103,2(7)	C(48)-C(43)-Ge(2)	127,3(2)
C(17)-C(21B)-C(23B)	109,3(7)	C(43)-C(44)-C(45)	124,1(3)
C(22B)-C(21B)-C(23B)	103,3(7)	C(46)-C(45)-C(44)	115,3(3)
C(24B)-C(21B)-C(23B)	115,1(4)	C(46)-C(45)-C(49)	121,2(3)
C(27A)-C(25)-C(26A)	136,3(5)	C(44)-C(45)-C(49)	123,5(3)
C(27A)-C(25)-C(28B)	62,7(4)	C(47)-C(46)-C(45)	121,8(3)
C(26A)-C(25)-C(28B)	39,4(4)	C(46)-C(47)-C(48)	123,3(3)
C(27A)-C(25)-C(27B)	137,0(5)	C(47)-C(48)-C(43)	115,9(3)
C(26A)-C(25)-C(27B)	109,2(5)	C(47)-C(48)-C(53)	119,8(2)
C(28B)-C(25)-C(27B)	121,5(3)	C(43)-C(48)-C(53)	124,4(3)

C(51)-C(49)-C(50)	109,2(3)	C(55)-C(53)-C(48)	110,2(3)
C(50)-C(49)-C(45)	111,8(3)	C(55)-C(53)-C(54)	109,6(3)
C(51)-C(49)-C(52)	108,7(3)	C(48)-C(53)-C(54)	111,2(2)
C(50)-C(49)-C(52)	107,9(3)	C(55)-C(53)-C(56)	107,8(2)
C(45)-C(49)-C(52)	109,8(3)	C(48)-C(53)-C(56)	111,9(3)
C(51)-C(49)-C(45)	109,4(3)	C(54)-C(53)-C(56)	105,9(3)

### 6.1.2 Hexakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)trigerma-1,3-dioxolan (Verbindung 2)

Zusammensetzung	Ge <sub>3</sub> O <sub>2</sub> (C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> ) <sub>6</sub> * 1,5(C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> )		
Empirische Summenformel	C <sub>93</sub> H <sub>147</sub> Ge <sub>3</sub> O <sub>2</sub>		
Molare Masse [g/mol]	1514,88		
Messtemperatur [K]	153(2)		
Wellenlänge [pm]	71,073		
Kristallsystem	orthorhombisch		
Raumgruppe	Pbcn		
Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 44,3020(12)	α = 90	
	b = 19,5977(4)	β = 90	
	c = 20,4184(4)	γ = 90	
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	17727,6(7)		
Formeleinheiten pro Zelle (Z)	8		
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,135		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,054		
F(000)	6536		
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,40 x 0,18 x 0,08		
Θ-Bereich zur Datenerhebung [°]	1,73 bis 24,14		
Indexbereiche	-50 ≤ h ≤ 50, -22 ≤ k ≤ 22, -23 ≤ l ≤ 23		
Anzahl der gemessenen Reflexe	118033		
Unabhängige Reflexe	14101 [R(int) = 0,0992]		
Beobachtete Reflexe	10210 [I > 2σ(I)]		
Vollständigkeit für Θ = 24,14° [%]	99,7		
Absorptionskorrektur	numerisch		
Max. und min. Transmission	0,9204 und 0,6778		
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>		
Daten / Einschränkungen / Parameter	14101 / 27 / 847		
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	1,008		
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0521; wR2 = 0,1246		
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,0772; wR2 = 0,1341		
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	0,760 / -0,556		

### Ortskoordinaten [\*10<sup>4</sup>] und isotrope Auslenkungsparameter [Å<sup>2</sup>\*10<sup>3</sup>]

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	1414(1)	6607(1)	3243(1)	22(1)
Ge(2)	1635(1)	7462(1)	2005(1)	18(1)
Ge(3)	1144(1)	7869(1)	2482(1)	19(1)
O(1)	1665(1)	6763(1)	2575(1)	24(1)
O(2)	1126(1)	7227(1)	3103(1)	24(1)
C(1)	1637(1)	6830(2)	4047(2)	26(1)
C(2)	1863(1)	6442(2)	4379(2)	29(1)

---

C(3)	1959(1)	6700(3)	4982(2)	39(1)
C(4)	1850(1)	7295(3)	5254(2)	39(1)
C(5)	1636(1)	7692(2)	4937(2)	33(1)
C(6)	1539(1)	7441(2)	4323(2)	30(1)
C(7)	1987(1)	5747(2)	4143(2)	31(1)
C(8)	2068(1)	5750(2)	3418(2)	38(1)
C(9)	1749(1)	5192(2)	4276(2)	38(1)
C(10)	2276(1)	5542(3)	4513(3)	45(1)
C(11)	1494(1)	8330(3)	5231(2)	43(1)
C(12)	1147(1)	8197(4)	5322(4)	72(2)
C(13)	1534(2)	8937(3)	4769(3)	80(2)
C(14)	1621(2)	8507(4)	5901(3)	74(2)
C(15)	1209(1)	5717(2)	3139(2)	24(1)
C(16)	968(1)	5435(2)	3506(2)	28(1)
C(17)	845(1)	4833(2)	3266(2)	36(1)
C(18)	954(1)	4487(2)	2728(2)	39(1)
C(19)	1197(1)	4737(2)	2375(2)	32(1)
C(20)	1317(1)	5361(2)	2590(2)	25(1)
C(21)	821(1)	5704(2)	4150(2)	33(1)
C(22)	835(1)	5137(3)	4669(2)	46(1)
C(23)	489(1)	5895(3)	4025(3)	49(1)
C(24)	976(1)	6323(3)	4441(2)	41(1)
C(25)	1333(1)	4355(2)	1789(2)	41(1)
C(26)	1646(1)	4098(3)	1978(3)	64(2)
C(27)	1138(2)	3734(4)	1579(4)	86(2)
C(28)	1351(1)	4833(3)	1190(3)	62(2)
C(29)	1993(1)	8065(2)	2122(2)	23(1)
C(30)	2120(1)	8526(2)	1664(2)	27(1)
C(31)	2415(1)	8741(2)	1794(2)	38(1)
C(32)	2574(1)	8554(3)	2351(2)	40(1)
C(33)	2440(1)	8147(2)	2832(2)	29(1)
C(34)	2152(1)	7909(2)	2692(2)	23(1)
C(35)	1968(1)	8808(2)	1043(2)	29(1)
C(36)	2044(1)	8347(2)	448(2)	39(1)
C(37)	2083(1)	9535(2)	876(3)	43(1)
C(38)	1624(1)	8876(2)	1122(2)	33(1)
C(39)	2612(1)	7961(2)	3458(3)	39(1)
C(40A)	2422(2)	7688(5)	3975(5)	61(2)
C(41A)	2857(3)	7402(6)	3256(6)	83(3)
C(42A)	2793(2)	8569(5)	3695(5)	64(2)
C(40B)	2408(5)	8288(12)	4066(11)	68(6)
C(41B)	2590(5)	7219(10)	3604(10)	61(5)
C(42B)	2916(4)	8271(11)	3525(10)	54(5)
C(43)	1651(1)	7006(2)	1137(2)	23(1)
C(44)	1867(1)	6536(2)	893(2)	24(1)
C(45)	1804(1)	6271(2)	276(2)	34(1)
C(46)	1570(1)	6479(2)	-118(2)	33(1)
C(47)	1372(1)	6986(2)	84(2)	25(1)
C(48)	1411(1)	7207(2)	725(2)	25(1)
C(49)	2168(1)	6283(2)	1201(2)	28(1)
C(50A)	2114(1)	5527(3)	1452(3)	33(1)

---

C(51A)	2418(2)	6243(3)	673(3)	36(2)
C(52A)	2293(1)	6679(3)	1758(3)	28(1)
C(50B)	2305(4)	5687(9)	879(9)	46(4)
C(51B)	2409(3)	6911(8)	1089(8)	35(3)
C(52B)	2166(4)	6224(9)	1934(8)	39(4)
C(53)	1134(1)	7283(2)	-386(2)	34(1)
C(54A)	814(3)	7029(7)	-136(6)	60(3)
C(55A)	1152(3)	6995(7)	-1066(6)	64(3)
C(56A)	1158(4)	8056(8)	-377(9)	87(5)
C(54B)	895(3)	6780(8)	-524(8)	80(4)
C(55B)	1292(3)	7448(8)	-1053(7)	77(4)
C(56B)	1012(3)	7969(6)	-152(6)	50(3)
C(57)	812(1)	7939(2)	1826(2)	23(1)
C(58)	590(1)	7484(2)	1570(2)	26(1)
C(59)	380(1)	7770(2)	1142(2)	35(1)
C(60)	386(1)	8442(3)	937(2)	38(1)
C(61)	608(1)	8889(2)	1157(2)	32(1)
C(62)	817(1)	8610(2)	1601(2)	26(1)
C(63)	570(1)	6714(2)	1724(2)	33(1)
C(64)	483(1)	6596(3)	2448(2)	50(1)
C(65)	876(1)	6367(2)	1607(3)	41(1)
C(66)	336(1)	6345(3)	1300(3)	51(1)
C(67)	630(1)	9632(2)	928(2)	42(1)
C(68A)	848(2)	10086(5)	1379(5)	39(2)
C(69A)	802(3)	9631(6)	233(6)	39(3)
C(70A)	343(2)	9992(6)	903(6)	48(3)
C(68B)	639(4)	10089(9)	1521(9)	98(5)
C(69B)	318(2)	9827(5)	575(6)	39(2)
C(70B)	860(3)	9718(8)	474(7)	63(4)
C(71)	1140(1)	8764(2)	2953(2)	24(1)
C(72)	892(1)	9084(2)	3274(2)	31(1)
C(73)	937(1)	9760(3)	3466(3)	48(1)
C(74)	1208(1)	10105(2)	3416(3)	45(1)
C(75)	1462(1)	9779(2)	3157(2)	32(1)
C(76)	1416(1)	9118(2)	2924(2)	25(1)
C(77)	577(1)	8796(3)	3443(2)	36(1)
C(78)	339(1)	9108(4)	2975(3)	59(2)
C(79)	551(1)	8026(3)	3397(3)	53(1)
C(80)	489(1)	8988(3)	4149(2)	55(2)
C(81)	1763(1)	10161(2)	3128(3)	41(1)
C(82)	2028(1)	9681(3)	3058(4)	86(3)
C(83)	1757(2)	10644(4)	2539(4)	96(3)
C(84)	1818(2)	10577(3)	3746(3)	71(2)
C(85A)	-307(6)	2442(16)	4492(18)	292(11)
C(86A)	-13(7)	2598(13)	4118(19)	292(11)
C(87A)	82(6)	1965(10)	3721(18)	292(11)
C(88A)	366(6)	2133(13)	3319(19)	292(11)
C(89A)	434(7)	1540(17)	2845(19)	292(11)
C(90A)	729(8)	1690(20)	2470(20)	292(11)
C(85B)	-123(6)	1949(17)	4283(13)	231(7)
C(86B)	150(5)	1529(16)	4050(11)	231(7)

C(87B)	190(4)	1620(17)	3306(10)	231(7)
C(88B)	526(4)	1541(15)	3127(13)	231(7)
C(89B)	606(5)	2045(14)	2576(17)	231(7)
C(90B)	912(6)	1845(18)	2275(16)	231(7)
C(91)	-144(10)	3920(19)	3995(12)	279(8)
C(92)	-173(8)	4308(19)	3343(14)	279(8)
C(93)	43(9)	3993(14)	2835(12)	279(8)
C(94)	23(10)	4399(11)	2191(12)	279(8)
C(95)	167(10)	3980(19)	1634(12)	279(8)
C(96)	67(10)	4270(20)	969(12)	279(8)

### Bindungslängen [pm] und –winkel [°]

Ge(1)-O(1)	178,5(3)	C(25)-C(27)	155,4(8)
Ge(1)-O(2)	178,6(3)	C(29)-C(34)	139,6(6)
Ge(1)-C(1)	196,3(4)	C(29)-C(30)	141,8(6)
Ge(1)-C(15)	198,0(4)	C(30)-C(31)	140,0(6)
Ge(2)-O(1)	180,3(3)	C(30)-C(35)	153,9(6)
Ge(2)-C(43)	198,7(4)	C(31)-C(32)	138,4(7)
Ge(2)-C(29)	199,1(4)	C(32)-C(33)	139,8(6)
Ge(2)-Ge(3)	251,30(5)	C(33)-C(34)	139,1(6)
Ge(3)-O(2)	178,8(3)	C(33)-C(39)	153,0(6)
Ge(3)-C(57)	199,5(4)	C(35)-C(38)	153,8(6)
Ge(3)-C(71)	200,1(4)	C(35)-C(36)	155,1(6)
C(1)-C(6)	139,4(6)	C(35)-C(37)	155,2(6)
C(1)-C(2)	142,7(6)	C(39)-C(40A)	145,2(10)
C(2)-C(3)	139,6(6)	C(39)-C(42B)	148,2(19)
C(2)-C(7)	154,6(6)	C(39)-C(41B)	149,(2)
C(3)-C(4)	137,8(7)	C(39)-C(42A)	151,7(10)
C(4)-C(5)	138,7(7)	C(39)-C(41A)	159,9(12)
C(5)-C(6)	141,3(6)	C(39)-C(40B)	166,(2)
C(5)-C(11)	152,3(7)	C(43)-C(48)	141,0(6)
C(7)-C(8)	152,3(7)	C(43)-C(44)	141,9(6)
C(7)-C(9)	153,9(6)	C(44)-C(45)	139,1(6)
C(7)-C(10)	154,2(6)	C(44)-C(49)	155,5(6)
C(11)-C(14)	151,9(7)	C(45)-C(46)	137,5(6)
C(11)-C(13)	152,8(8)	C(46)-C(47)	138,8(6)
C(11)-C(12)	157,0(8)	C(47)-C(48)	139,0(6)
C(15)-C(20)	140,4(6)	C(47)-C(53)	153,9(6)
C(15)-C(16)	141,5(6)	C(49)-C(50B)	147,3(18)
C(16)-C(17)	138,8(6)	C(49)-C(52A)	148,3(7)
C(16)-C(21)	156,0(6)	C(49)-C(52B)	150,1(16)
C(17)-C(18)	137,7(7)	C(49)-C(51A)	154,6(8)
C(18)-C(19)	138,5(7)	C(49)-C(50A)	158,7(8)
C(19)-C(20)	140,5(6)	C(49)-C(51B)	164,4(15)
C(19)-C(25)	153,4(6)	C(53)-C(54B)	147,5(15)
C(21)-C(24)	151,3(7)	C(53)-C(55A)	150,1(13)
C(21)-C(22)	153,6(6)	C(53)-C(56A)	152,0(16)
C(21)-C(23)	153,8(6)	C(53)-C(56B)	152,6(12)
C(25)-C(26)	152,3(7)	C(53)-C(55B)	156,6(15)
C(25)-C(28)	154,4(8)	C(53)-C(54A)	158,7(13)

C(57)-C(62)	139,3(6)	C(75)-C(76)	139,5(6)
C(57)-C(58)	142,6(6)	C(75)-C(81)	153,2(6)
C(58)-C(59)	139,3(6)	C(77)-C(79)	151,6(8)
C(58)-C(63)	154,4(6)	C(77)-C(80)	154,0(7)
C(59)-C(60)	138,3(7)	C(77)-C(78)	154,7(7)
C(60)-C(61)	139,1(7)	C(81)-C(82)	151,2(8)
C(61)-C(62)	140,7(6)	C(81)-C(84)	152,1(7)
C(61)-C(67)	153,3(6)	C(81)-C(83)	153,0(8)
C(63)-C(66)	153,4(6)	C(85A)-C(86A)	153,99(10)
C(63)-C(65)	153,5(7)	C(86A)-C(87A)	154,01(10)
C(63)-C(64)	154,4(7)	C(87A)-C(88A)	153,99(10)
C(67)-C(70B)	139,0(15)	C(88A)-C(89A)	153,99(10)
C(67)-C(70A)	145,4(11)	C(89A)-C(90A)	154,01(10)
C(67)-C(68B)	150,7(18)	C(85B)-C(86B)	154,01(10)
C(67)-C(69B)	160,3(11)	C(86B)-C(87B)	153,98(10)
C(67)-C(68A)	160,5(11)	C(87B)-C(88B)	153,97(10)
C(67)-C(69A)	161,1(12)	C(88B)-C(89B)	154,00(10)
C(71)-C(76)	140,7(6)	C(89B)-C(90B)	154,00(10)
C(71)-C(72)	142,3(6)	C(91)-C(92)	154,02(10)
C(72)-C(73)	139,7(7)	C(92)-C(93)	153,99(10)
C(72)-C(77)	154,6(6)	C(93)-C(94)	154,01(10)
C(73)-C(74)	138,1(7)	C(94)-C(95)	154,01(10)
C(74)-C(75)	139,8(7)	C(95)-C(96)	154,00(10)
O(1)-Ge(1)-O(2)	101,93(12)	C(4)-C(3)-C(2)	123,7(4)
O(1)-Ge(1)-C(1)	106,75(15)	C(3)-C(4)-C(5)	121,7(4)
O(2)-Ge(1)-C(1)	110,04(15)	C(4)-C(5)-C(6)	115,3(4)
O(1)-Ge(1)-C(15)	110,72(15)	C(4)-C(5)-C(11)	124,0(4)
O(2)-Ge(1)-C(15)	104,60(14)	C(6)-C(5)-C(11)	120,6(4)
C(1)-Ge(1)-C(15)	121,16(16)	C(1)-C(6)-C(5)	124,2(4)
O(1)-Ge(2)-C(43)	103,42(14)	C(8)-C(7)-C(9)	109,6(4)
O(1)-Ge(2)-C(29)	108,38(14)	C(8)-C(7)-C(10)	106,3(4)
C(43)-Ge(2)-C(29)	110,25(16)	C(9)-C(7)-C(10)	107,3(4)
O(1)-Ge(2)-Ge(3)	93,12(8)	C(8)-C(7)-C(2)	112,6(4)
C(43)-Ge(2)-Ge(3)	121,28(11)	C(9)-C(7)-C(2)	108,9(4)
C(29)-Ge(2)-Ge(3)	116,97(11)	C(10)-C(7)-C(2)	111,9(4)
O(2)-Ge(3)-C(57)	119,46(14)	C(14)-C(11)-C(5)	112,9(4)
O(2)-Ge(3)-C(71)	106,00(15)	C(14)-C(11)-C(13)	109,6(5)
C(57)-Ge(3)-C(71)	104,80(16)	C(5)-C(11)-C(13)	110,4(4)
O(2)-Ge(3)-Ge(2)	95,21(9)	C(14)-C(11)-C(12)	107,0(5)
C(57)-Ge(3)-Ge(2)	113,54(11)	C(5)-C(11)-C(12)	108,3(4)
C(71)-Ge(3)-Ge(2)	118,22(11)	C(13)-C(11)-C(12)	108,5(5)
Ge(1)-O(1)-Ge(2)	125,28(14)	C(20)-C(15)-C(16)	119,0(4)
Ge(1)-O(2)-Ge(3)	124,02(15)	C(20)-C(15)-Ge(1)	111,5(3)
C(6)-C(1)-C(2)	118,9(4)	C(16)-C(15)-Ge(1)	129,3(3)
C(6)-C(1)-Ge(1)	111,8(3)	C(17)-C(16)-C(15)	116,1(4)
C(2)-C(1)-Ge(1)	129,1(3)	C(17)-C(16)-C(21)	115,0(4)
C(3)-C(2)-C(1)	116,1(4)	C(15)-C(16)-C(21)	128,9(4)
C(3)-C(2)-C(7)	119,0(4)	C(18)-C(17)-C(16)	124,3(4)
C(1)-C(2)-C(7)	124,7(4)	C(17)-C(18)-C(19)	120,8(4)

C(18)-C(19)-C(20)	116,0(4)	C(40A)-C(39)-C(41B)	57,1(9)
C(18)-C(19)-C(25)	122,7(4)	C(42B)-C(39)-C(41B)	116,1(12)
C(20)-C(19)-C(25)	121,3(4)	C(40A)-C(39)-C(42A)	111,3(6)
C(15)-C(20)-C(19)	123,6(4)	C(42B)-C(39)-C(42A)	33,7(8)
C(24)-C(21)-C(22)	106,9(4)	C(41B)-C(39)-C(42A)	137,6(10)
C(24)-C(21)-C(23)	107,6(4)	C(40A)-C(39)-C(33)	114,0(5)
C(22)-C(21)-C(23)	109,1(4)	C(42B)-C(39)-C(33)	115,6(8)
C(24)-C(21)-C(16)	114,4(4)	C(41B)-C(39)-C(33)	111,6(9)
C(22)-C(21)-C(16)	108,7(4)	C(42A)-C(39)-C(33)	110,1(5)
C(23)-C(21)-C(16)	109,9(4)	C(40A)-C(39)-C(41A)	109,2(6)
C(26)-C(25)-C(19)	108,8(4)	C(42B)-C(39)-C(41A)	71,8(10)
C(26)-C(25)-C(28)	110,8(5)	C(41B)-C(39)-C(41A)	54,9(9)
C(19)-C(25)-C(28)	110,0(4)	C(42A)-C(39)-C(41A)	105,1(6)
C(26)-C(25)-C(27)	108,4(5)	C(33)-C(39)-C(41A)	106,7(6)
C(19)-C(25)-C(27)	112,2(5)	C(40A)-C(39)-C(40B)	44,3(8)
C(28)-C(25)-C(27)	106,5(5)	C(42B)-C(39)-C(40B)	105,4(12)
C(34)-C(29)-C(30)	119,2(4)	C(41B)-C(39)-C(40B)	101,0(12)
C(34)-C(29)-Ge(2)	111,8(3)	C(42A)-C(39)-C(40B)	75,3(9)
C(30)-C(29)-Ge(2)	128,1(3)	C(33)-C(39)-C(40B)	105,1(9)
C(31)-C(30)-C(29)	116,1(4)	C(41A)-C(39)-C(40B)	145,7(10)
C(31)-C(30)-C(35)	117,2(4)	C(48)-C(43)-C(44)	118,8(4)
C(29)-C(30)-C(35)	126,7(4)	C(48)-C(43)-Ge(2)	112,3(3)
C(32)-C(31)-C(30)	123,3(4)	C(44)-C(43)-Ge(2)	128,9(3)
C(31)-C(32)-C(33)	121,0(4)	C(45)-C(44)-C(43)	115,2(4)
C(34)-C(33)-C(32)	115,8(4)	C(45)-C(44)-C(49)	114,7(3)
C(34)-C(33)-C(39)	123,3(4)	C(43)-C(44)-C(49)	130,1(4)
C(32)-C(33)-C(39)	120,8(4)	C(46)-C(45)-C(44)	124,7(4)
C(33)-C(34)-C(29)	124,3(4)	C(45)-C(46)-C(47)	121,0(4)
C(38)-C(35)-C(30)	112,2(3)	C(46)-C(47)-C(48)	115,1(4)
C(38)-C(35)-C(36)	110,4(4)	C(46)-C(47)-C(53)	121,2(4)
C(30)-C(35)-C(36)	110,0(4)	C(48)-C(47)-C(53)	123,6(4)
C(38)-C(35)-C(37)	105,5(4)	C(47)-C(48)-C(43)	124,5(4)
C(30)-C(35)-C(37)	111,5(4)	C(50B)-C(49)-C(52A)	127,2(8)
C(36)-C(35)-C(37)	107,0(4)	C(50B)-C(49)-C(52B)	112,7(10)
C(40A)-C(39)-C(42B)	127,5(9)	C(52A)-C(49)-C(52B)	43,8(7)

### 6.1.3 Tetrakis(2,5-di-*tert*-butylphenyl)digerman-1-ol (Verbindung 3)

Zusammensetzung	GeOHGeH(C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> ) <sub>4</sub> Ge <sub>2</sub> (C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> ) <sub>4</sub> * ½ (C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> )	
Empirische Summenformel	C <sub>115</sub> H <sub>177</sub> Ge <sub>4</sub> O	
Molare Masse [g/mol]	1865,93	
Messtemperatur [K]	153(2)	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P-1	
Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 15,6511(6)	α = 99.229(5)
	b = 16,9458(8)	β = 105.723(4)
	c = 21,6118(7)	γ = 91.150(5)
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	5433,8(4)	

Formeleinheiten pro Zelle (Z)	2
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,140
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,140
F(000)	2006
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,35 x 0,24 x 0,20
Θ-Bereich zur Datenerhebung [°]	2,10 bis 26,08
Indexbereiche	-19<=h<=19, -20<=k<=20, -26<=l<=26
Anzahl der gemessenen Reflexe	68128
Unabhängige Reflexe	20050 [R(int) = 0,0580]
Beobachtete Reflexe	13901 [I>2sigma(I)]
Vollständigkeit für Θ = 26,08° [%]	93,1
Absorptionskorrektur	numerisch
Max. und min. Transmission	0,8040 und 0,6910
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>
Daten / Einschränkungen / Parameter	20050 / 9 / 970
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	0,923
Endgültige R-Werte [I>2sigma(I)]	R1 = 0,0442; wR2 = 0,1004
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,0713; wR2 = 0,1078
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	0,894 / -0,778

### Ortskoordinaten [\*10<sup>4</sup>] und isotrope Auslenkungsparameter [Å<sup>2</sup>\*10<sup>3</sup>]

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	5272(1)	-753(1)	2427(1)	18(1)
Ge(2)	5257(1)	659(1)	2945(1)	17(1)
O(1)	4949(2)	-672(1)	1565(1)	26(1)
C(1)	6528(1)	-1098(1)	2597(1)	22(1)
C(2)	7084(1)	-1368(1)	3129(1)	28(1)
C(3)	7975(1)	-1460(2)	3163(1)	41(1)
C(4)	8310(1)	-1281(2)	2664(1)	43(1)
C(5)	7754(2)	-1011(1)	2132(1)	33(1)
C(6)	6863(1)	-919(1)	2098(1)	28(1)
C(7)	6767(2)	-1636(2)	3709(2)	31(1)
C(8)	6331(3)	-951(2)	4042(2)	38(1)
C(9)	6100(3)	-2375(2)	3440(2)	42(1)
C(10)	7536(3)	-1877(3)	4244(2)	51(1)
C(11)	8108(3)	-840(3)	1541(3)	48(1)
C(12A)	7691(8)	-1562(6)	950(5)	71(3)
C(13A)	9108(7)	-915(6)	1664(6)	74(3)
C(14A)	7842(9)	-63(7)	1368(7)	84(4)
C(12B)	8234(16)	-1524(13)	1117(12)	112(7)
C(13B)	9037(12)	-306(11)	1831(9)	87(5)
C(14B)	7523(8)	-224(6)	1132(6)	37(2)
C(15)	4297(1)	-1435(1)	2551(1)	22(1)
C(16)	3902(1)	-2185(1)	2230(1)	25(1)
C(17)	3237(1)	-2538(1)	2430(1)	33(1)
C(18)	2966(1)	-2140(1)	2952(1)	35(1)
C(19)	3360(2)	-1390(1)	3273(1)	27(1)
C(20)	4026(1)	-1037(1)	3072(1)	23(1)
C(21)	4102(3)	-2663(2)	1589(2)	31(1)
C(22)	3539(3)	-2322(3)	990(2)	47(1)

---

C(23)	5078(3)	-2587(2)	1592(2)	39(1)
C(24)	3840(4)	-3565(2)	1487(3)	61(2)
C(25)	3078(3)	-920(2)	3872(2)	35(1)
C(26A)	3949(7)	-646(6)	4467(5)	55(2)
C(27A)	2459(7)	-1324(6)	4135(6)	55(3)
C(28A)	2695(6)	-99(5)	3673(5)	33(2)
C(26B)	3679(8)	-1145(7)	4481(6)	65(3)
C(27B)	2103(6)	-1259(5)	3833(5)	40(2)
C(28B)	3068(7)	-64(5)	3878(5)	47(2)
C(29)	3987(1)	981(1)	2730(1)	18(1)
C(30)	3602(1)	1583(1)	3059(1)	22(1)
C(31)	2697(1)	1683(1)	2834(1)	29(1)
C(32)	2178(1)	1180(1)	2282(1)	31(1)
C(33)	2563(1)	578(1)	1953(1)	25(1)
C(34)	3468(1)	479(1)	2178(1)	22(1)
C(35)	4145(2)	2210(2)	3683(2)	25(1)
C(36)	4529(3)	1784(2)	4265(2)	36(1)
C(37)	3549(3)	2836(2)	3916(2)	38(1)
C(38)	4870(3)	2670(2)	3506(2)	36(1)
C(39)	1984(2)	-10(2)	1326(2)	32(1)
C(40)	1056(3)	293(3)	1050(3)	57(1)
C(41)	1862(3)	-822(2)	1527(3)	51(1)
C(42)	2456(3)	-102(3)	787(2)	48(1)
C(43)	5962(1)	1281(1)	2515(1)	22(1)
C(44)	6814(1)	1654(1)	2743(1)	23(1)
C(45)	7156(1)	2053(1)	2339(1)	30(1)
C(46)	6645(1)	2079(1)	1708(1)	31(1)
C(47)	5793(1)	1706(1)	1480(1)	25(1)
C(48)	5451(1)	1307(1)	1884(1)	22(1)
C(49)	7483(2)	1587(2)	3439(2)	24(1)
C(50)	7587(2)	701(2)	3516(2)	30(1)
C(51)	7159(2)	2036(2)	4000(2)	30(1)
C(52)	8425(2)	1954(2)	3518(2)	38(1)
C(53)	5278(3)	1659(2)	733(2)	32(1)
C(54)	5792(3)	1173(3)	304(2)	49(1)
C(55)	4335(3)	1252(3)	566(2)	53(1)
C(56)	5197(3)	2511(3)	561(2)	48(1)
Ge(3)	9814(1)	4165(1)	2477(1)	14(1)
Ge(4)	10478(1)	5414(1)	2416(1)	15(1)
C(57)	9359(1)	4077(1)	3256(1)	15(1)
C(58)	9860(1)	3947(1)	3864(1)	17(1)
C(59)	9488(1)	4025(1)	4384(1)	21(1)
C(60)	8614(1)	4233(1)	4296(1)	21(1)
C(61)	8112(1)	4363(1)	3688(1)	18(1)
C(62)	8485(1)	4285(1)	3168(1)	18(1)
C(63)	10835(2)	3630(2)	3991(2)	19(1)
C(64)	10837(2)	2860(2)	3500(2)	29(1)
C(65)	11510(2)	4273(2)	3937(2)	24(1)
C(66)	11182(2)	3412(2)	4681(2)	31(1)
C(67)	7117(2)	4612(2)	3580(2)	21(1)
C(68)	6497(2)	4050(2)	2990(2)	31(1)

---

C(69)	7088(2)	5481(2)	3439(2)	33(1)
C(70)	6772(2)	4587(2)	4171(2)	32(1)
C(71)	8757(1)	3948(1)	1681(1)	20(1)
C(72)	8581(1)	3279(1)	1190(1)	22(1)
C(73)	7844(2)	3236(1)	652(1)	33(1)
C(74)	7283(1)	3862(1)	605(1)	36(1)
C(75)	7459(1)	4532(1)	1096(1)	28(1)
C(76)	8196(1)	4575(1)	1634(1)	22(1)
C(77)	9179(2)	2526(2)	1227(2)	24(1)
C(78)	10139(2)	2777(2)	1250(2)	27(1)
C(79)	9193(2)	2167(2)	1842(2)	28(1)
C(80)	8836(3)	1848(2)	638(2)	36(1)
C(81)	6764(2)	5208(2)	1065(2)	34(1)
C(82A)	6579(4)	5545(3)	442(3)	45(1)
C(83A)	7146(4)	5988(3)	1627(3)	44(1)
C(84A)	5912(5)	4915(4)	1182(4)	55(2)
C(82B)	6103(10)	5038(9)	306(8)	32(3)
C(83B)	7218(10)	5960(8)	1126(8)	31(3)
C(84B)	6184(12)	5051(9)	1480(9)	33(4)
C(85)	11406(1)	5994(1)	3205(1)	16(1)
C(86)	11243(1)	6475(1)	3740(1)	19(1)
C(87)	11935(1)	6724(1)	4303(1)	23(1)
C(88)	12789(1)	6491(1)	4330(1)	24(1)
C(89)	12952(1)	6010(1)	3795(1)	20(1)
C(90)	12260(1)	5762(1)	3232(1)	17(1)
C(91)	10302(2)	6828(2)	3732(2)	20(1)
C(92)	9619(2)	6156(2)	3722(2)	25(1)
C(93)	9942(3)	7223(2)	3127(2)	32(1)
C(94)	10356(2)	7472(2)	4336(2)	28(1)
C(95)	13926(2)	5740(2)	3832(2)	23(1)
C(96A)	14160(5)	5823(4)	3190(4)	33(2)
C(97A)	13918(5)	4862(4)	3895(4)	28(2)
C(98A)	14649(5)	6220(4)	4399(4)	29(2)
C(96B)	13988(7)	5176(6)	3230(5)	54(2)
C(97B)	14225(6)	5260(5)	4415(5)	46(2)
C(98B)	14564(6)	6450(5)	3973(5)	48(2)
C(99)	11061(1)	5214(1)	1689(1)	19(1)
C(100)	10959(1)	5625(1)	1169(1)	22(1)
C(101)	11411(2)	5404(1)	702(1)	31(1)
C(102)	11964(2)	4772(1)	756(1)	32(1)
C(103)	12065(1)	4361(1)	1276(1)	26(1)
C(104)	11614(1)	4582(1)	1743(1)	21(1)
C(105)	10357(2)	6369(2)	1089(2)	28(1)
C(106)	10291(3)	6676(3)	444(2)	46(1)
C(107)	10774(3)	7058(2)	1657(2)	35(1)
C(108)	9396(2)	6138(2)	1080(2)	35(1)
C(109)	12723(2)	3658(2)	1332(2)	32(1)
C(110)	13677(3)	4013(3)	1420(3)	47(1)
C(111)	12437(3)	3036(3)	702(2)	51(1)
C(112)	12736(3)	3237(2)	1910(2)	43(1)
C(113)	380(10)	445(8)	3418(4)	101(2)

C(114)	573(9)	631(7)	4166(4)	101(2)
C(115)	78(10)	-10(6)	4395(3)	101(2)
C(116)	199(10)	221(7)	5133(3)	101(2)
C(117)	-336(10)	-396(7)	5357(4)	101(2)
C(118)	-210(10)	-169(8)	6096(4)	101(2)

### Bindungslängen [pm] und –winkel [°]

Ge(1)-O(1)	182,0(3)	C(30)-C(31)	139,00
Ge(1)-C(15)	199,76(15)	C(30)-C(35)	159,7(4)
Ge(1)-C(1)	201,59(15)	C(31)-C(32)	139,00
Ge(1)-Ge(2)	247,59(5)	C(32)-C(33)	139,00
Ge(2)-H(2)	145,57(15)	C(33)-C(34)	139,00
Ge(2)-C(43)	200,37(15)	C(33)-C(39)	158,6(4)
Ge(2)-C(29)	202,26(14)	C(35)-C(38)	152,9(5)
C(1)-C(2)	139,00	C(35)-C(36)	153,8(5)
C(1)-C(6)	139,00	C(35)-C(37)	154,1(5)
C(2)-C(3)	139,00	C(39)-C(42)	153,1(7)
C(2)-C(7)	159,2(5)	C(39)-C(41)	153,2(6)
C(3)-C(4)	139,00	C(39)-C(40)	154,6(5)
C(4)-C(5)	139,00	C(43)-C(44)	139,00
C(5)-C(6)	139,00	C(43)-C(48)	139,00
C(5)-C(11)	158,5(5)	C(44)-C(45)	139,00
C(7)-C(8)	153,7(6)	C(44)-C(49)	160,5(4)
C(7)-C(10)	153,8(5)	C(45)-C(46)	139,00
C(7)-C(9)	154,3(5)	C(46)-C(47)	139,00
C(11)-C(12B)	141(2)	C(47)-C(48)	139,00
C(11)-C(14A)	146,4(12)	C(47)-C(53)	158,6(4)
C(11)-C(13A)	152,6(11)	C(49)-C(51)	153,6(5)
C(11)-C(12A)	160,3(11)	C(49)-C(52)	154,4(5)
C(11)-C(13B)	161,2(18)	C(49)-C(50)	154,5(5)
C(11)-C(14B)	161,5(12)	C(53)-C(54)	154,0(6)
C(15)-C(16)	139,00	C(53)-C(55)	154,2(6)
C(15)-C(20)	139,00	C(53)-C(56)	154,6(5)
C(16)-C(17)	139,00	Ge(3)-C(71)	201,51(14)
C(16)-C(21)	159,9(4)	Ge(3)-C(57)	202,13(14)
C(17)-C(18)	139,00	Ge(3)-Ge(4)	237,79(5)
C(18)-C(19)	139,00	Ge(4)-C(99)	200,77(16)
C(19)-C(20)	139,00	Ge(4)-C(85)	201,10(14)
C(19)-C(25)	158,1(5)	C(57)-C(58)	139,00
C(21)-C(23)	152,8(6)	C(57)-C(62)	139,00
C(21)-C(24)	154,0(5)	C(58)-C(59)	139,00
C(21)-C(22)	155,7(6)	C(58)-C(63)	159,6(3)
C(25)-C(28B)	144,9(10)	C(59)-C(60)	139,00
C(25)-C(27A)	145,8(11)	C(60)-C(61)	139,00
C(25)-C(26B)	150,6(12)	C(61)-C(62)	139,00
C(25)-C(27B)	159,6(10)	C(61)-C(67)	158,7(3)
C(25)-C(26A)	160,1(11)	C(63)-C(65)	154,1(4)
C(25)-C(28A)	160,1(9)	C(63)-C(64)	154,4(5)
C(29)-C(30)	139,00	C(63)-C(66)	155,0(5)
C(29)-C(34)	139,00	C(67)-C(70)	152,2(5)

C(67)-C(68)	154,1(5)	C(91)-C(93)	154,1(5)
C(67)-C(69)	154,9(5)	C(91)-C(94)	154,2(5)
C(71)-C(72)	139,00	C(95)-C(98B)	148,5(9)
C(71)-C(76)	139,00	C(95)-C(96B)	151,2(10)
C(72)-C(73)	139,00	C(95)-C(97A)	151,6(7)
C(72)-C(77)	159,7(4)	C(95)-C(98A)	152,9(8)
C(73)-C(74)	139,00	C(95)-C(96A)	155,4(9)
C(74)-C(75)	139,00	C(95)-C(97B)	157,9(10)
C(75)-C(76)	139,00	C(99)-C(100)	139,00
C(75)-C(81)	159,3(4)	C(99)-C(104)	139,00
C(77)-C(80)	153,8(5)	C(100)-C(101)	139,00
C(77)-C(78)	153,9(5)	C(100)-C(105)	159,3(4)
C(77)-C(79)	154,3(5)	C(101)-C(102)	139,00
C(81)-C(83B)	141,7(15)	C(102)-C(103)	139,00
C(81)-C(84B)	148,6(18)	C(103)-C(104)	139,00
C(81)-C(82A)	150,5(7)	C(103)-C(109)	158,9(4)
C(81)-C(84A)	151,2(8)	C(105)-C(108)	154,0(5)
C(81)-C(83A)	162,4(7)	C(105)-C(107)	154,0(5)
C(81)-C(82B)	166,1(16)	C(105)-C(106)	154,2(5)
C(85)-C(86)	139,00	C(109)-C(112)	153,0(6)
C(85)-C(90)	139,00	C(109)-C(111)	153,4(6)
C(86)-C(87)	139,00	C(109)-C(110)	155,0(5)
C(86)-C(91)	159,8(3)	C(113)-C(114)	153,94(10)
C(87)-C(88)	139,00	C(114)-C(115)	153,98(10)
C(88)-C(89)	139,00	C(115)-C(116)	153,97(10)
C(89)-C(90)	139,00	C(116)-C(117)	153,92(10)
C(89)-C(95)	158,5(3)	C(117)-C(118)	153,96(10)
C(91)-C(92)	153,9(4)		
O(1)-Ge(1)-C(15)	105,58(10)	C(8)-C(7)-C(10)	106,9(4)
O(1)-Ge(1)-C(1)	104,38(10)	C(8)-C(7)-C(9)	109,8(3)
C(15)-Ge(1)-C(1)	121,34(9)	C(10)-C(7)-C(9)	106,8(3)
O(1)-Ge(1)-Ge(2)	101,40(7)	C(8)-C(7)-C(2)	110,7(3)
C(15)-Ge(1)-Ge(2)	111,18(6)	C(10)-C(7)-C(2)	113,0(3)
C(1)-Ge(1)-Ge(2)	110,62(6)	C(9)-C(7)-C(2)	109,6(3)
C(43)-Ge(2)-C(29)	109,53(9)	C(12B)-C(11)-C(14A)	126,9(12)
C(43)-Ge(2)-Ge(1)	104,34(6)	C(12B)-C(11)-C(13A)	72,3(11)
C(29)-Ge(2)-Ge(1)	108,76(5)	C(14A)-C(11)-C(13A)	111,9(7)
C(2)-C(1)-C(6)	120,0	C(12B)-C(11)-C(5)	115,6(11)
C(2)-C(1)-Ge(1)	131,71(12)	C(14A)-C(11)-C(5)	110,6(6)
C(6)-C(1)-Ge(1)	107,77(12)	C(13A)-C(11)-C(5)	113,0(6)
C(1)-C(2)-C(3)	120,0	C(12B)-C(11)-C(12A)	30,9(10)
C(1)-C(2)-C(7)	124,62(19)	C(14A)-C(11)-C(12A)	111,8(7)
C(3)-C(2)-C(7)	115,29(18)	C(13A)-C(11)-C(12A)	103,1(6)
C(4)-C(3)-C(2)	120,0	C(5)-C(11)-C(12A)	106,2(5)
C(3)-C(4)-C(5)	120,0	C(12B)-C(11)-C(13B)	108,6(12)
C(6)-C(5)-C(4)	120,0	C(14A)-C(11)-C(13B)	78,8(8)
C(6)-C(5)-C(11)	118,8(2)	C(13A)-C(11)-C(13B)	39,1(7)
C(4)-C(5)-C(11)	121,1(2)	C(5)-C(11)-C(13B)	108,6(8)
C(5)-C(6)-C(1)	120,0	C(12A)-C(11)-C(13B)	136,8(9)

C(12B)-C(11)-C(14B)	110,5(11)	C(30)-C(31)-C(32)	120,0
C(14A)-C(11)-C(14B)	22,9(6)	C(31)-C(32)-C(33)	120,0
C(13A)-C(11)-C(14B)	126,2(7)	C(34)-C(33)-C(32)	120,0
C(5)-C(11)-C(14B)	112,8(5)	C(34)-C(33)-C(39)	118,96(18)
C(12A)-C(11)-C(14B)	89,9(6)	C(32)-C(33)-C(39)	121,04(18)
C(13B)-C(11)-C(14B)	99,4(8)	C(33)-C(34)-C(29)	120,0
C(16)-C(15)-C(20)	120,0	C(38)-C(35)-C(36)	112,0(3)
C(16)-C(15)-Ge(1)	131,98(11)	C(38)-C(35)-C(37)	106,8(3)
C(20)-C(15)-Ge(1)	108,01(11)	C(36)-C(35)-C(37)	105,7(3)
C(15)-C(16)-C(17)	120,0	C(38)-C(35)-C(30)	109,4(3)
C(15)-C(16)-C(21)	124,22(18)	C(36)-C(35)-C(30)	110,9(3)
C(17)-C(16)-C(21)	115,58(18)	C(37)-C(35)-C(30)	112,1(3)
C(18)-C(17)-C(16)	120,0	C(42)-C(39)-C(41)	110,1(4)
C(17)-C(18)-C(19)	120,0	C(42)-C(39)-C(40)	107,9(4)
C(18)-C(19)-C(20)	120,0	C(41)-C(39)-C(40)	108,5(3)
C(18)-C(19)-C(25)	121,66(19)	C(42)-C(39)-C(33)	110,3(3)
C(20)-C(19)-C(25)	118,34(19)	C(41)-C(39)-C(33)	107,6(3)
C(19)-C(20)-C(15)	120,0	C(40)-C(39)-C(33)	112,3(3)
C(23)-C(21)-C(24)	106,8(3)	C(44)-C(43)-C(48)	120,0
C(23)-C(21)-C(22)	108,0(4)	C(44)-C(43)-Ge(2)	131,31(11)
C(24)-C(21)-C(22)	108,3(3)	C(48)-C(43)-Ge(2)	108,69(11)
C(23)-C(21)-C(16)	113,9(3)	C(45)-C(44)-C(43)	120,0
C(24)-C(21)-C(16)	111,8(3)	C(45)-C(44)-C(49)	116,42(18)
C(22)-C(21)-C(16)	108,0(3)	C(43)-C(44)-C(49)	123,35(17)
C(28B)-C(25)-C(27A)	120,3(6)	C(44)-C(45)-C(46)	120,0
C(28B)-C(25)-C(26B)	113,8(7)	C(47)-C(46)-C(45)	120,0
C(27A)-C(25)-C(26B)	77,3(7)	C(46)-C(47)-C(48)	120,0
C(28B)-C(25)-C(19)	113,0(5)	C(46)-C(47)-C(53)	118,30(19)
C(27A)-C(25)-C(19)	118,7(5)	C(48)-C(47)-C(53)	121,29(19)
C(26B)-C(25)-C(19)	107,3(5)	C(47)-C(48)-C(43)	120,0
C(28B)-C(25)-C(27B)	108,7(6)	C(51)-C(49)-C(52)	106,8(3)
C(27A)-C(25)-C(27B)	28,3(5)	C(51)-C(49)-C(50)	109,7(3)
C(26B)-C(25)-C(27B)	105,5(7)	C(52)-C(49)-C(50)	106,4(3)
C(19)-C(25)-C(27B)	108,1(4)	C(51)-C(49)-C(44)	111,2(3)
C(28B)-C(25)-C(26A)	81,8(6)	C(52)-C(49)-C(44)	111,9(3)
C(27A)-C(25)-C(26A)	106,3(7)	C(50)-C(49)-C(44)	110,7(2)
C(26B)-C(25)-C(26A)	35,3(5)	C(54)-C(53)-C(55)	108,2(4)
C(19)-C(25)-C(26A)	109,1(5)	C(54)-C(53)-C(56)	108,6(4)
C(27B)-C(25)-C(26A)	132,9(6)	C(55)-C(53)-C(56)	108,4(4)
C(28B)-C(25)-C(28A)	22,9(4)	C(54)-C(53)-C(47)	109,8(3)
C(27A)-C(25)-C(28A)	109,8(6)	C(55)-C(53)-C(47)	111,7(3)
C(26B)-C(25)-C(28A)	134,3(6)	C(56)-C(53)-C(47)	110,1(3)
C(19)-C(25)-C(28A)	107,6(4)	C(71)-Ge(3)-C(57)	106,98(9)
C(27B)-C(25)-C(28A)	90,6(5)	C(71)-Ge(3)-Ge(4)	104,38(6)
C(26A)-C(25)-C(28A)	104,5(5)	C(57)-Ge(3)-Ge(4)	118,82(6)
C(30)-C(29)-C(34)	120,0	C(99)-Ge(4)-C(85)	106,68(8)
C(30)-C(29)-Ge(2)	129,68(10)	C(99)-Ge(4)-Ge(3)	107,17(6)
C(34)-C(29)-Ge(2)	110,29(10)	C(85)-Ge(4)-Ge(3)	118,68(6)
C(31)-C(30)-C(29)	120,0	C(58)-C(57)-C(62)	120,0
C(31)-C(30)-C(35)	116,08(16)	C(58)-C(57)-Ge(3)	126,45(10)
C(29)-C(30)-C(35)	123,89(16)	C(62)-C(57)-Ge(3)	112,88(10)

C(59)-C(58)-C(57)	120,0	C(82A)-C(81)-C(83A)	103,3(4)
C(59)-C(58)-C(63)	116,58(17)	C(84A)-C(81)-C(83A)	105,7(5)
C(57)-C(58)-C(63)	123,19(17)	C(75)-C(81)-C(83A)	111,7(3)
C(58)-C(59)-C(60)	120,0	C(83B)-C(81)-C(82B)	104,6(9)
C(61)-C(60)-C(59)	120,0	C(84B)-C(81)-C(82B)	105,2(10)
C(60)-C(61)-C(62)	120,0	C(82A)-C(81)-C(82B)	39,3(6)
C(60)-C(61)-C(67)	120,83(18)	C(84A)-C(81)-C(82B)	79,7(7)
C(62)-C(61)-C(67)	119,17(18)	C(75)-C(81)-C(82B)	105,7(6)
C(61)-C(62)-C(57)	120,0	C(83A)-C(81)-C(82B)	136,2(6)
C(65)-C(63)-C(64)	109,8(3)	C(86)-C(85)-C(90)	120,0
C(65)-C(63)-C(66)	106,6(3)	C(86)-C(85)-Ge(4)	125,99(10)
C(64)-C(63)-C(66)	106,5(3)	C(90)-C(85)-Ge(4)	113,11(10)
C(65)-C(63)-C(58)	111,0(2)	C(85)-C(86)-C(87)	120,0
C(64)-C(63)-C(58)	110,4(2)	C(85)-C(86)-C(91)	123,35(17)
C(66)-C(63)-C(58)	112,4(3)	C(87)-C(86)-C(91)	116,46(16)
C(70)-C(67)-C(68)	108,3(3)	C(86)-C(87)-C(88)	120,0
C(70)-C(67)-C(69)	108,4(3)	C(89)-C(88)-C(87)	120,0
C(68)-C(67)-C(69)	109,2(3)	C(88)-C(89)-C(90)	120,0
C(70)-C(67)-C(61)	113,0(3)	C(88)-C(89)-C(95)	119,77(17)
C(68)-C(67)-C(61)	110,0(2)	C(90)-C(89)-C(95)	120,22(17)
C(69)-C(67)-C(61)	107,9(2)	C(89)-C(90)-C(85)	120,0
C(72)-C(71)-C(76)	120,0	C(92)-C(91)-C(93)	108,5(3)
C(72)-C(71)-Ge(3)	126,82(10)	C(92)-C(91)-C(94)	107,6(3)
C(76)-C(71)-Ge(3)	113,11(10)	C(93)-C(91)-C(94)	107,0(3)
C(73)-C(72)-C(71)	120,0	C(92)-C(91)-C(86)	110,4(2)
C(73)-C(72)-C(77)	117,52(17)	C(93)-C(91)-C(86)	111,0(3)
C(71)-C(72)-C(77)	122,44(17)	C(94)-C(91)-C(86)	112,3(2)
C(72)-C(73)-C(74)	120,0	C(98B)-C(95)-C(96B)	110,6(6)
C(73)-C(74)-C(75)	120,0	C(98B)-C(95)-C(97A)	139,7(5)
C(76)-C(75)-C(74)	120,0	C(96B)-C(95)-C(97A)	65,5(5)
C(76)-C(75)-C(81)	120,5(2)	C(98B)-C(95)-C(98A)	40,0(4)
C(74)-C(75)-C(81)	119,3(2)	C(96B)-C(95)-C(98A)	131,0(5)
C(75)-C(76)-C(71)	120,0	C(97A)-C(95)-C(98A)	109,8(4)
C(80)-C(77)-C(78)	107,1(3)	C(98B)-C(95)-C(96A)	72,2(5)
C(80)-C(77)-C(79)	106,9(3)	C(96B)-C(95)-C(96A)	43,8(5)
C(78)-C(77)-C(79)	109,0(3)	C(97A)-C(95)-C(96A)	108,4(5)
C(80)-C(77)-C(72)	112,9(3)	C(98A)-C(95)-C(96A)	107,7(5)
C(78)-C(77)-C(72)	110,4(2)	C(98B)-C(95)-C(97B)	107,4(5)
C(79)-C(77)-C(72)	110,3(3)	C(96B)-C(95)-C(97B)	105,8(6)
C(83B)-C(81)-C(84B)	123,4(10)	C(97A)-C(95)-C(97B)	44,9(4)
C(83B)-C(81)-C(82A)	65,7(7)	C(98A)-C(95)-C(97B)	68,7(5)
C(84B)-C(81)-C(82A)	131,7(8)	C(96A)-C(95)-C(97B)	138,7(5)
C(83B)-C(81)-C(84A)	136,4(8)	C(98B)-C(95)-C(89)	110,6(4)
C(84B)-C(81)-C(84A)	25,8(7)	C(96B)-C(95)-C(89)	113,7(4)
C(82A)-C(81)-C(84A)	111,2(4)	C(97A)-C(95)-C(89)	106,8(4)
C(83B)-C(81)-C(75)	108,9(7)	C(98A)-C(95)-C(89)	114,0(4)
C(84B)-C(81)-C(75)	107,7(7)	C(96A)-C(95)-C(89)	110,1(4)
C(82A)-C(81)-C(75)	112,8(4)	C(97B)-C(95)-C(89)	108,3(4)
C(84A)-C(81)-C(75)	111,5(4)	C(100)-C(99)-C(104)	120,0
C(83B)-C(81)-C(83A)	42,2(7)	C(100)-C(99)-Ge(4)	127,42(11)
C(84B)-C(81)-C(83A)	84,4(8)	C(104)-C(99)-Ge(4)	112,58(11)

C(99)-C(100)-C(101)	120,0	C(107)-C(105)-C(100)	108,5(3)
C(99)-C(100)-C(105)	122,56(19)	C(106)-C(105)-C(100)	112,5(3)
C(101)-C(100)-C(105)	117,42(19)	C(112)-C(109)-C(111)	108,7(3)
C(102)-C(101)-C(100)	120,0	C(112)-C(109)-C(110)	108,4(4)
C(101)-C(102)-C(103)	120,0	C(111)-C(109)-C(110)	109,3(4)
C(102)-C(103)-C(104)	120,0	C(112)-C(109)-C(103)	112,8(3)
C(102)-C(103)-C(109)	118,6(2)	C(111)-C(109)-C(103)	109,0(3)
C(104)-C(103)-C(109)	121,3(2)	C(110)-C(109)-C(103)	108,7(3)
C(103)-C(104)-C(99)	120,0	C(113)-C(114)-C(115)	109,45(10)
C(108)-C(105)-C(107)	110,7(3)	C(116)-C(115)-C(114)	109,42(10)
C(108)-C(105)-C(106)	106,2(3)	C(117)-C(116)-C(115)	109,47(10)
C(107)-C(105)-C(106)	108,0(3)	C(116)-C(117)-C(118)	109,47(10)
C(108)-C(105)-C(100)	110,9(3)		

#### 6.1.4 2,5-Bis(bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)germylen)-3-hexin (Verbindung 7c)

Zusammensetzung	Ge <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> (C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> ) <sub>4</sub> * (C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> )	
Empirische Summenformel	C <sub>63</sub> H <sub>94</sub> Ge <sub>2</sub>	
Molare Masse [g/mol]	996,56	
Messtemperatur [K]	153(2)	
Wellenlänge [pm]	71,073	
Kristallsystem	triklin	
Raumgruppe	P-1	
Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 10,2755(7)	α = 89,800(11)
	b = 10,7047(10)	β = 89,826(9)
	c = 13,3237(11)	γ = 85,892(10)
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	1461,8(2)	
Formeleinheiten pro Zelle (Z)	1	
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,132	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,063	
F(000)	536	
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,20 x 0,09 x 0,08	
Θ-Bereich zur Datenerhebung [°]	2,44 bis 26,05°	
Indexbereiche	-11<=h<=11, -13<=k<=13, -16<=l<=16	
Anzahl der gemessenen Reflexe	18001	
Unabhängige Reflexe	5345 [R(int) = 0.0878]	
Beobachtete Reflexe	3714 [I>2σ(I)]	
Vollständigkeit für Θ = 26,05° [%]	92,5	
Max. und min. Transmission	0,9198 und 0,8155	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>	
Daten / Einschränkungen / Parameter	5345 / 4 / 287	
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	1,034	
Endgültige R-Werte [I>2σ(I)]	R1 = 0,0756; wR2 = 0,1912	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,1085; wR2 = 0,2045	
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	2,368 / -0,461	

**Ortskoordinaten [ $\cdot 10^4$ ] und isotrope Auslenkungsparameter [ $\text{\AA}^2 \cdot 10^3$ ]**

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	1887(1)	1655(1)	1433(1)	20(1)
C(1)	399(7)	392(6)	66(4)	31(2)
C(2)	1254(7)	1325(6)	196(4)	28(1)
C(3)	1638(9)	2064(7)	-730(5)	45(2)
C(4)	1261(6)	616(5)	2559(4)	19(1)
C(5)	-103(6)	622(6)	2670(4)	25(1)
C(6)	-667(6)	-202(6)	3353(4)	25(1)
C(7)	138(7)	-1002(6)	3937(4)	25(1)
C(8)	1475(6)	-968(5)	3843(4)	23(1)
C(9)	2095(6)	-187(5)	3174(4)	18(1)
C(10)	-1048(8)	1497(7)	2087(5)	37(2)
C(11)	-2125(7)	-189(8)	3452(5)	41(2)
C(12)	-380(8)	-1911(6)	4684(5)	34(2)
C(13)	3581(6)	-264(6)	3148(4)	25(1)
C(14)	4029(8)	-786(8)	2108(6)	44(2)
C(15)	4231(7)	-1177(7)	3923(5)	35(2)
C(16)	4098(8)	1008(7)	3358(5)	39(2)
C(17)	3081(7)	3022(6)	1462(4)	25(1)
C(18)	4319(7)	2768(6)	1006(4)	27(1)
C(19)	5274(7)	3646(7)	1045(5)	36(2)
C(20)	4980(8)	4777(7)	1538(5)	37(2)
C(21)	3751(8)	5028(6)	1941(5)	34(2)
C(22)	2760(7)	4216(6)	1904(4)	26(1)
C(23)	4667(8)	1590(7)	426(6)	43(2)
C(24)	6610(8)	3385(8)	563(6)	50(2)
C(25)	5972(10)	5759(8)	1610(7)	58(3)
C(26)	1417(8)	4659(6)	2288(5)	35(2)
C(27)	404(8)	4665(7)	1435(6)	41(2)
C(28)	1001(9)	3852(7)	3177(5)	43(2)
C(29)	1340(10)	6020(7)	2689(6)	51(2)
C(30)	2590(40)	5400(40)	5810(30)	147(7)
C(31)	3520(40)	4250(30)	5600(30)	147(7)
C(32)	4600(30)	4680(40)	4900(30)	147(7)
C(33)	6050(30)	4520(40)	4630(30)	147(7)
C(34)	6710(40)	3580(40)	3900(30)	147(7)

**Bindungslängen [pm] und –winkel [°]**

Ge(1)-C(2)	181,9(6)	C(6)-C(7)	138,6(9)
Ge(1)-C(17)	197,6(6)	C(6)-C(11)	150,2(10)
Ge(1)-C(4)	199,7(5)	C(7)-C(8)	138,2(9)
C(1)-C(1)#1	122,8(13)	C(7)-C(12)	151,2(8)
C(1)-C(2)	138,9(9)	C(8)-C(9)	140,2(8)
C(2)-C(3)	152,9(8)	C(9)-C(13)	152,4(9)
C(4)-C(5)	140,9(9)	C(13)-C(16)	152,4(10)
C(4)-C(9)	142,7(8)	C(13)-C(15)	153,9(8)
C(5)-C(6)	141,7(8)	C(13)-C(14)	155,1(9)
C(5)-C(10)	151,4(9)	C(17)-C(18)	141,7(9)

C(17)-C(22)	142,6(9)	C(22)-C(26)	151,5(10)
C(18)-C(19)	140,8(9)	C(26)-C(28)	154,1(9)
C(18)-C(23)	150,2(10)	C(26)-C(27)	154,3(11)
C(19)-C(20)	139,3(11)	C(26)-C(29)	155,0(9)
C(19)-C(24)	152,2(11)	C(30)-C(31)	153,2(10)
C(20)-C(21)	137,9(11)	C(31)-C(32)	153,7(10)
C(20)-C(25)	152,0(10)	C(32)-C(33)	153,4(10)
C(21)-C(22)	138,6(9)	C(33)-C(34)	152,0(10)
C(2)-Ge(1)-C(17)	114,5(2)	C(9)-C(13)-C(14)	108,0(5)
C(2)-Ge(1)-C(4)	115,9(2)	C(15)-C(13)-C(14)	105,4(5)
C(17)-Ge(1)-C(4)	129,6(2)	C(18)-C(17)-C(22)	119,8(6)
C(1)#1-C(1)-C(2)	177,0(10)	C(18)-C(17)-Ge(1)	116,3(4)
C(1)-C(2)-C(3)	117,9(5)	C(22)-C(17)-Ge(1)	123,9(5)
C(1)-C(2)-Ge(1)	120,7(4)	C(19)-C(18)-C(17)	120,9(6)
C(3)-C(2)-Ge(1)	121,4(5)	C(19)-C(18)-C(23)	116,5(6)
C(5)-C(4)-C(9)	119,9(5)	C(17)-C(18)-C(23)	122,6(6)
C(5)-C(4)-Ge(1)	115,7(4)	C(20)-C(19)-C(18)	118,8(7)
C(9)-C(4)-Ge(1)	124,1(4)	C(20)-C(19)-C(24)	119,7(7)
C(4)-C(5)-C(6)	120,9(6)	C(18)-C(19)-C(24)	121,5(7)
C(4)-C(5)-C(10)	123,0(5)	C(21)-C(20)-C(19)	119,4(6)
C(6)-C(5)-C(10)	116,1(6)	C(21)-C(20)-C(25)	119,3(7)
C(7)-C(6)-C(5)	119,3(6)	C(19)-C(20)-C(25)	121,2(8)
C(7)-C(6)-C(11)	120,6(6)	C(20)-C(21)-C(22)	124,4(7)
C(5)-C(6)-C(11)	120,0(6)	C(21)-C(22)-C(17)	116,5(6)
C(8)-C(7)-C(6)	119,1(5)	C(21)-C(22)-C(26)	118,9(6)
C(8)-C(7)-C(12)	118,1(6)	C(17)-C(22)-C(26)	124,5(6)
C(6)-C(7)-C(12)	122,8(6)	C(22)-C(26)-C(28)	111,4(6)
C(7)-C(8)-C(9)	124,4(6)	C(22)-C(26)-C(27)	110,6(5)
C(8)-C(9)-C(4)	116,3(6)	C(28)-C(26)-C(27)	110,7(6)
C(8)-C(9)-C(13)	118,4(5)	C(22)-C(26)-C(29)	113,3(6)
C(4)-C(9)-C(13)	125,2(5)	C(28)-C(26)-C(29)	105,2(6)
C(16)-C(13)-C(9)	111,1(5)	C(27)-C(26)-C(29)	105,3(6)
C(16)-C(13)-C(15)	106,2(6)	C(30)-C(31)-C(32)	107(3)
C(9)-C(13)-C(15)	114,1(5)	C(33)-C(32)-C(31)	145(4)
C(16)-C(13)-C(14)	112,1(6)	C(34)-C(33)-C(32)	127(4)

Symmetrietransformationen zur Erzeugung der äquivalenten Atome:

#1 -x, -y, -z

### 6.1.5 1,1-Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-phenyl-1,2-dihydro-2,7a-diaza-1-germainden (Verbindung 20)

Zusammensetzung	Ge(N <sub>2</sub> C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> )(C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> ) <sub>2</sub>
Empirische Summenformel	C <sub>38</sub> H <sub>48</sub> GeN <sub>2</sub>
Molare Masse [g/mol]	605,37
Messtemperatur [K]	153(2)
Wellenlänge [pm]	71,073
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /c

Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 18,2633(7)	$\alpha = 90$
	b = 18,7530(6)	$\beta = 114,652(6)$
	c = 21,1720(13)	$\gamma = 90$
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	6590,3(5)	
Formeleinheiten pro Zelle (Z)	8	
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,220	
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	0,957	
F(000)	2576	
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,55 x 0,24 x 0,13	
$\Theta$ -Bereich zur Datenerhebung [°]	2,17 bis 25,95	
Indexbereiche	-20<=h<=20, -23<=k<=23, -25<=l<=25	
Anzahl der gemessenen Reflexe	53936	
Unabhängige Reflexe	11987 [R(int) = 0,1040]	
Beobachtete Reflexe	7062 [I>2sigma(I)]	
Vollständigkeit für $\Theta = 26,08^\circ$ [%]	93,1	
Absorptionskorrektur	numerisch	
Max. und min. Transmission	0,8857 und 0,6210	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>	
Daten / Einschränkungen / Parameter	11987 / 0 / 758	
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	0,898	
Endgültige R-Werte [I>2sigma(I)]	R1 = 0,0556; wR2 = 0,1193	
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,1041; wR2 = 0,1340	
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	1,611 / -1,185	

### Ortskoordinaten [\*10<sup>4</sup>] und isotrope Auslenkungsparameter [Å<sup>2</sup>\*10<sup>3</sup>]

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	3991(1)	6518(1)	2579(1)	24(1)
N(1)	4046(2)	6956(2)	1773(2)	33(1)
N(2)	5031(2)	6166(2)	2767(2)	30(1)
C(1)	3550(3)	7480(2)	1349(3)	37(1)
C(2)	3660(4)	7751(3)	798(3)	46(1)
C(3)	4338(3)	7510(2)	664(3)	39(1)
C(4)	4860(4)	7066(2)	1134(2)	39(1)
C(5)	4776(3)	6794(2)	1734(2)	32(1)
C(6)	5302(3)	6395(2)	2279(2)	28(1)
C(7)	5521(3)	5719(2)	3301(2)	31(1)
C(8)	6361(3)	5798(2)	3599(2)	31(1)
C(9)	6838(4)	5337(2)	4117(3)	43(1)
C(10)	6531(4)	4781(3)	4342(3)	48(1)
C(11)	5702(4)	4697(3)	4056(3)	48(1)
C(12)	5202(3)	5147(2)	3544(3)	38(1)
C(13)	3705(3)	7351(2)	3044(2)	20(1)
C(14)	2863(3)	7477(2)	2766(2)	21(1)
C(15)	2530(3)	7953(2)	3092(2)	26(1)
C(16)	3047(3)	8283(2)	3709(2)	29(1)
C(17)	3868(3)	8192(2)	3940(2)	26(1)
C(18)	4235(3)	7756(2)	3621(2)	20(1)
C(19)	2263(3)	7124(2)	2097(2)	28(1)
C(20)	1641(3)	8122(2)	2788(3)	40(1)

---

C(21)	2732(4)	8771(3)	4111(3)	46(1)
C(22)	5158(3)	7777(2)	3903(2)	24(1)
C(23)	5540(3)	7104(2)	4335(3)	37(1)
C(24)	5430(3)	7868(2)	3312(2)	31(1)
C(25)	5528(3)	8417(2)	4398(2)	35(1)
C(26)	3243(3)	5701(2)	2543(2)	20(1)
C(27)	3090(3)	5658(2)	3144(2)	24(1)
C(28)	2460(3)	5239(2)	3159(2)	25(1)
C(29)	2027(3)	4798(2)	2590(2)	26(1)
C(30)	2246(3)	4793(2)	2034(2)	26(1)
C(31)	2826(3)	5231(2)	1977(2)	22(1)
C(32)	3629(3)	6025(2)	3829(2)	34(1)
C(33)	2256(3)	5234(2)	3784(2)	36(1)
C(34)	1339(3)	4328(2)	2563(3)	35(1)
C(35)	2954(3)	5171(2)	1298(2)	28(1)
C(36)	2538(3)	5807(2)	810(3)	39(1)
C(37)	2559(3)	4490(2)	877(2)	34(1)
C(38)	3839(3)	5118(3)	1441(3)	44(1)
Ge(2)	-1177(1)	6432(1)	2173(1)	31(1)
N(3)	-730(3)	5898(2)	1622(2)	26(1)
N(4)	-115(3)	6651(2)	2748(2)	28(1)
C(39)	-1083(4)	5355(3)	1142(3)	29(1)
C(40)	-674(4)	5020(3)	825(4)	39(2)
C(41)	143(5)	5225(4)	980(4)	42(2)
C(42)	526(4)	5699(3)	1505(4)	33(2)
C(43)	118(4)	5989(3)	1901(3)	27(1)
C(44)	442(10)	6341(6)	2503(7)	22(2)
C(45)	189(3)	7060(2)	3372(2)	32(2)
C(46)	897(3)	6860(2)	3929(2)	42(2)
C(47)	1180(3)	7253(3)	4541(2)	59(2)
C(48)	754(3)	7846(3)	4597(2)	71(3)
C(49)	46(3)	8046(2)	4040(3)	65(3)
C(50)	-237(3)	7653(2)	3428(2)	44(2)
N(3B)	-305(11)	6950(8)	3097(9)	30(1)
N(4B)	-297(11)	6166(8)	2086(8)	30(1)
C(39B)	-390(16)	7481(12)	3516(13)	30(1)
C(40B)	271(13)	7747(10)	4085(11)	30(1)
C(41B)	1054(13)	7469(10)	4216(11)	30(1)
C(42B)	1158(14)	7026(10)	3746(10)	30(1)
C(43B)	476(13)	6782(10)	3141(10)	30(1)
C(44B)	430(40)	6440(30)	2600(30)	30(1)
C(45B)	-322(9)	5681(6)	1561(6)	30(1)
C(46B)	192(8)	5787(6)	1236(7)	30(1)
C(47B)	191(8)	5309(7)	734(7)	30(1)
C(48B)	-324(8)	4724(6)	557(6)	30(1)
C(49B)	-838(7)	4618(5)	882(6)	30(1)
C(50B)	-837(8)	5096(6)	1384(6)	30(1)
C(51)	-1888(3)	5675(2)	2298(2)	24(1)
C(52)	-2656(3)	5648(2)	1725(2)	23(1)
C(53)	-3291(3)	5242(2)	1747(2)	24(1)
C(54)	-3158(3)	4840(2)	2336(2)	26(1)

C(55)	-2382(3)	4826(2)	2874(2)	26(1)
C(56)	-1735(3)	5218(2)	2878(2)	25(1)
C(57)	-2838(3)	6026(2)	1034(2)	36(1)
C(58)	-4111(3)	5220(2)	1132(3)	36(1)
C(59)	-3801(3)	4396(2)	2420(3)	36(1)
C(60)	-908(3)	5115(2)	3500(3)	38(1)
C(61)	-700(4)	5770(3)	3981(3)	59(2)
C(62)	-249(3)	4970(3)	3247(3)	51(2)
C(63)	-896(3)	4468(3)	3962(3)	48(1)
C(64)	-1858(3)	7315(2)	1799(2)	24(1)
C(65)	-2354(3)	7465(2)	2149(2)	28(1)
C(66)	-2984(3)	7971(2)	1879(2)	29(1)
C(67)	-3123(3)	8318(2)	1257(2)	28(1)
C(68)	-2597(3)	8193(2)	947(2)	25(1)
C(69)	-1951(3)	7718(2)	1199(2)	22(1)
C(70)	-2219(4)	7118(3)	2839(3)	45(1)
C(71)	-3498(3)	8137(3)	2267(3)	44(1)
C(72)	-3804(3)	8846(2)	929(3)	39(1)
C(73)	-1384(3)	7705(2)	822(2)	29(1)
C(74)	-1501(3)	8358(2)	347(3)	40(1)
C(75)	-494(3)	7734(3)	1351(3)	43(1)
C(76)	-1558(4)	7047(2)	341(3)	49(2)

### Bindungslängen [pm] und –winkel [°]

Ge(1)-N(2)	189,1(4)	C(16)-C(21)	151,5(6)
Ge(1)-N(1)	193,4(4)	C(17)-C(18)	139,7(6)
Ge(1)-C(13)	202,8(4)	C(18)-C(22)	153,7(6)
Ge(1)-C(26)	203,2(4)	C(22)-C(24)	153,6(6)
N(1)-C(1)	138,4(6)	C(22)-C(23)	154,4(6)
N(1)-C(5)	140,4(6)	C(22)-C(25)	155,0(6)
N(2)-C(6)	138,6(6)	C(26)-C(27)	141,5(6)
N(2)-C(7)	139,2(6)	C(26)-C(31)	142,6(5)
C(1)-C(2)	136,2(7)	C(27)-C(28)	140,4(6)
C(2)-C(3)	145,2(8)	C(27)-C(32)	153,4(6)
C(3)-C(4)	134,3(7)	C(28)-C(29)	140,2(6)
C(4)-C(5)	143,4(6)	C(28)-C(33)	151,8(6)
C(5)-C(6)	137,5(6)	C(29)-C(30)	139,2(6)
C(7)-C(8)	140,3(7)	C(29)-C(34)	151,6(6)
C(7)-C(12)	141,4(7)	C(30)-C(31)	138,4(6)
C(8)-C(9)	138,4(7)	C(31)-C(35)	155,5(6)
C(9)-C(10)	135,9(8)	C(35)-C(38)	151,8(7)
C(10)-C(11)	138,5(8)	C(35)-C(37)	155,2(6)
C(11)-C(12)	137,7(7)	C(35)-C(36)	155,4(6)
C(13)-C(14)	141,9(6)	Ge(2)-N(4B)	176,4(18)
C(13)-C(18)	142,0(6)	Ge(2)-N(4)	185,4(5)
C(14)-C(15)	141,2(6)	Ge(2)-N(3)	195,6(5)
C(14)-C(19)	153,4(6)	Ge(2)-C(51)	201,5(4)
C(15)-C(16)	139,6(6)	Ge(2)-C(64)	202,3(4)
C(15)-C(20)	150,9(7)	Ge(2)-N(3B)	216,9(17)
C(16)-C(17)	138,1(7)	N(3)-C(39)	139,2(7)

N(3)-C(43)	141,8(8)	C(39B)-C(40B)	139(3)
N(4)-C(45)	142,6(6)	C(40B)-C(41B)	144(3)
N(4)-C(44)	144,3(15)	C(41B)-C(42B)	137(3)
C(39)-C(40)	135,2(9)	C(42B)-C(43B)	144(3)
C(40)-C(41)	143,9(11)	C(43B)-C(44B)	128(5)
C(41)-C(42)	136,6(9)	C(45B)-C(46B)	139,00
C(42)-C(43)	143,9(9)	C(45B)-C(50B)	139,00
C(43)-C(44)	133,7(13)	C(46B)-C(47B)	139,00
C(45)-C(46)	139,00	C(47B)-C(48B)	139,00
C(45)-C(50)	139,00	C(48B)-C(49B)	139,00
C(46)-C(47)	139,00	C(49B)-C(50B)	139,00
C(47)-C(48)	139,00	C(51)-C(52)	142,3(6)
C(48)-C(49)	139,00	C(51)-C(56)	142,6(6)
C(49)-C(50)	139,00	C(52)-C(53)	140,4(6)
N(3B)-C(39B)	138(3)	C(52)-C(57)	153,2(6)
N(3B)-C(43B)	143(3)	C(53)-C(54)	139,0(6)
N(4B)-C(44B)	141(7)	C(53)-C(58)	152,1(6)
N(4B)-C(45B)	142,3(18)	C(54)-C(55)	140,0(7)
N(2)-Ge(1)-N(1)	85,22(17)	C(15)-C(14)-C(13)	121,1(4)
N(2)-Ge(1)-C(13)	127,37(17)	C(15)-C(14)-C(19)	115,9(4)
N(1)-Ge(1)-C(13)	102,69(15)	C(13)-C(14)-C(19)	123,0(4)
N(2)-Ge(1)-C(26)	110,17(15)	C(16)-C(15)-C(14)	118,4(4)
N(1)-Ge(1)-C(26)	124,65(16)	C(16)-C(15)-C(20)	119,6(4)
C(13)-Ge(1)-C(26)	107,11(16)	C(14)-C(15)-C(20)	122,0(4)
C(1)-N(1)-C(5)	119,7(4)	C(17)-C(16)-C(15)	119,2(4)
C(1)-N(1)-Ge(1)	127,9(4)	C(17)-C(16)-C(21)	119,1(4)
C(5)-N(1)-Ge(1)	111,2(3)	C(15)-C(16)-C(21)	121,7(5)
C(6)-N(2)-C(7)	119,0(4)	C(16)-C(17)-C(18)	124,8(4)
C(6)-N(2)-Ge(1)	112,0(3)	C(17)-C(18)-C(13)	115,9(4)
C(7)-N(2)-Ge(1)	129,1(3)	C(17)-C(18)-C(22)	117,8(4)
C(2)-C(1)-N(1)	122,0(5)	C(13)-C(18)-C(22)	126,3(4)
C(1)-C(2)-C(3)	119,6(5)	C(24)-C(22)-C(18)	111,2(3)
C(4)-C(3)-C(2)	116,6(5)	C(24)-C(22)-C(23)	110,7(4)
C(3)-C(4)-C(5)	124,8(5)	C(18)-C(22)-C(23)	111,1(3)
C(6)-C(5)-N(1)	114,5(4)	C(24)-C(22)-C(25)	105,5(3)
C(6)-C(5)-C(4)	129,9(5)	C(18)-C(22)-C(25)	112,4(3)
N(1)-C(5)-C(4)	115,5(4)	C(23)-C(22)-C(25)	105,7(4)
C(5)-C(6)-N(2)	117,0(5)	C(27)-C(26)-C(31)	118,9(4)
N(2)-C(7)-C(8)	120,9(4)	C(27)-C(26)-Ge(1)	113,0(3)
N(2)-C(7)-C(12)	121,9(5)	C(31)-C(26)-Ge(1)	127,9(3)
C(8)-C(7)-C(12)	117,1(4)	C(28)-C(27)-C(26)	121,6(4)
C(9)-C(8)-C(7)	119,9(5)	C(28)-C(27)-C(32)	116,0(4)
C(10)-C(9)-C(8)	122,8(5)	C(26)-C(27)-C(32)	122,3(4)
C(9)-C(10)-C(11)	118,0(5)	C(29)-C(28)-C(27)	119,0(4)
C(12)-C(11)-C(10)	121,3(5)	C(29)-C(28)-C(33)	119,3(4)
C(11)-C(12)-C(7)	120,8(5)	C(27)-C(28)-C(33)	121,7(4)
C(14)-C(13)-C(18)	120,0(4)	C(30)-C(29)-C(28)	118,1(4)
C(14)-C(13)-Ge(1)	112,4(3)	C(30)-C(29)-C(34)	119,3(4)
C(18)-C(13)-Ge(1)	127,4(3)	C(28)-C(29)-C(34)	122,5(4)

C(31)-C(30)-C(29)	124,8(4)	C(44B)-N(4B)-Ge(2)	115(3)
C(30)-C(31)-C(26)	117,0(4)	C(45B)-N(4B)-Ge(2)	121,9(12)
C(30)-C(31)-C(35)	117,0(4)	N(3B)-C(39B)-C(40B)	122(2)
C(26)-C(31)-C(35)	126,0(4)	C(39B)-C(40B)-C(41B)	118(2)
C(38)-C(35)-C(37)	105,3(4)	C(42B)-C(41B)-C(40B)	121(2)
C(38)-C(35)-C(36)	111,5(4)	C(41B)-C(42B)-C(43B)	121(2)
C(37)-C(35)-C(36)	105,5(4)	C(44B)-C(43B)-N(3B)	111(4)
C(38)-C(35)-C(31)	112,3(4)	C(44B)-C(43B)-C(42B)	132(4)
C(37)-C(35)-C(31)	112,2(4)	N(3B)-C(43B)-C(42B)	117,4(19)
C(36)-C(35)-C(31)	109,8(3)	C(43B)-C(44B)-N(4B)	124(6)
N(4B)-Ge(2)-N(4)	51,8(5)	C(46B)-C(45B)-C(50B)	120,0
N(4B)-Ge(2)-N(3)	33,7(5)	C(46B)-C(45B)-N(4B)	119,1(11)
N(4)-Ge(2)-N(3)	85,6(2)	C(50B)-C(45B)-N(4B)	120,9(11)
N(4B)-Ge(2)-C(51)	118,7(5)	C(45B)-C(46B)-C(47B)	120,0
N(4)-Ge(2)-C(51)	128,63(19)	C(48B)-C(47B)-C(46B)	120,0
N(3)-Ge(2)-C(51)	99,77(18)	C(47B)-C(48B)-C(49B)	120,0
N(4B)-Ge(2)-C(64)	128,9(5)	C(50B)-C(49B)-C(48B)	120,0
N(4)-Ge(2)-C(64)	112,34(18)	C(49B)-C(50B)-C(45B)	120,0
N(3)-Ge(2)-C(64)	121,78(18)	C(52)-C(51)-C(56)	118,8(4)
C(51)-Ge(2)-C(64)	107,65(17)	C(52)-C(51)-Ge(2)	111,9(3)
N(4B)-Ge(2)-N(3B)	82,1(7)	C(56)-C(51)-Ge(2)	129,2(3)
N(4)-Ge(2)-N(3B)	30,3(5)	C(53)-C(52)-C(51)	121,7(4)
N(3)-Ge(2)-N(3B)	115,8(5)	C(53)-C(52)-C(57)	115,4(4)
C(51)-Ge(2)-N(3B)	117,9(4)	C(51)-C(52)-C(57)	122,9(4)
C(64)-Ge(2)-N(3B)	95,0(4)	C(54)-C(53)-C(52)	119,1(4)
C(39)-N(3)-C(43)	119,0(5)	C(54)-C(53)-C(58)	119,6(4)
C(39)-N(3)-Ge(2)	128,9(4)	C(52)-C(53)-C(58)	121,2(4)
C(43)-N(3)-Ge(2)	110,2(4)	C(53)-C(54)-C(55)	118,5(4)
C(45)-N(4)-C(44)	119,3(7)	C(53)-C(54)-C(59)	123,6(4)
C(45)-N(4)-Ge(2)	128,6(4)	C(55)-C(54)-C(59)	117,9(4)
C(44)-N(4)-Ge(2)	112,2(6)	C(56)-C(55)-C(54)	124,5(4)
C(40)-C(39)-N(3)	121,3(6)	C(55)-C(56)-C(51)	116,9(4)
C(39)-C(40)-C(41)	119,8(6)	C(55)-C(56)-C(60)	117,7(4)
C(42)-C(41)-C(40)	119,4(7)	C(51)-C(56)-C(60)	125,3(4)
C(41)-C(42)-C(43)	120,4(7)	C(62)-C(60)-C(61)	111,1(5)
C(44)-C(43)-N(3)	115,4(9)	C(62)-C(60)-C(56)	110,9(4)
C(44)-C(43)-C(42)	127,6(9)	C(61)-C(60)-C(56)	110,3(4)
N(3)-C(43)-C(42)	116,9(6)	C(62)-C(60)-C(63)	105,9(4)
C(43)-C(44)-N(4)	116,3(12)	C(61)-C(60)-C(63)	105,8(4)
C(46)-C(45)-C(50)	120,0	C(56)-C(60)-C(63)	112,7(4)
C(46)-C(45)-N(4)	120,4(4)	C(65)-C(64)-C(69)	119,6(4)
C(50)-C(45)-N(4)	119,6(4)	C(65)-C(64)-Ge(2)	112,4(3)
C(47)-C(46)-C(45)	120,0	C(69)-C(64)-Ge(2)	127,5(3)
C(46)-C(47)-C(48)	120,0	C(66)-C(65)-C(64)	120,8(4)
C(49)-C(48)-C(47)	120,0	C(66)-C(65)-C(70)	116,9(4)
C(50)-C(49)-C(48)	120,0	C(64)-C(65)-C(70)	122,3(4)
C(49)-C(50)-C(45)	120,0	C(67)-C(66)-C(65)	119,5(4)
C(39B)-N(3B)-C(43B)	119,5(19)	C(67)-C(66)-C(71)	120,4(4)
C(39B)-N(3B)-Ge(2)	131,6(16)	C(65)-C(66)-C(71)	120,1(4)
C(43B)-N(3B)-Ge(2)	107,3(12)	C(68)-C(67)-C(66)	118,5(4)
C(44B)-N(4B)-C(45B)	123(3)	C(68)-C(67)-C(72)	119,5(4)

C(66)-C(67)-C(72)	122,0(4)	C(74)-C(73)-C(76)	105,7(4)
C(67)-C(68)-C(69)	124,5(4)	C(75)-C(73)-C(76)	111,8(4)
C(68)-C(69)-C(64)	116,6(4)	C(74)-C(73)-C(69)	112,5(4)
C(68)-C(69)-C(73)	116,9(4)	C(75)-C(73)-C(69)	110,6(4)
C(64)-C(69)-C(73)	126,4(4)	C(76)-C(73)-C(69)	110,8(4)
C(74)-C(73)-C(75)	105,3(4)		

### 6.1.6 1,1-Bis(2-*tert*-butyl-4,5,6-trimethylphenyl)-2-isopropyl-1,2-dihydro-2,7a-diaza-1-germainden (Verbindung 21)

Zusammensetzung	Ge(N <sub>2</sub> C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> )(C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> ) <sub>2</sub>		
Empirische Summenformel	C <sub>35</sub> H <sub>50</sub> N <sub>2</sub> Ge		
Molare Masse [g/mol]	571,36		
Messtemperatur [K]	153(2)		
Wellenlänge [pm]	71,073		
Kristallsystem	triklin		
Raumgruppe	P-1		
Dimensionen der Elementarzelle [Å] [°]	a = 10,1829(5)	α = 74,940(5)	
	b = 10,2913(5)	β = 72,768(5)	
	c = 16,0628(7)	γ = 80,196(6)	
Zellvolumen [Å <sup>3</sup> ]	1544,56(13)		
Formeleinheiten pro Zelle (Z)	2		
Dichte (berechnet) [Mg/m <sup>3</sup> ]	1,229		
Absorptionskoeffizient [mm <sup>-1</sup> ]	1,017		
F(000)	612		
Kristallgröße [mm <sup>3</sup> ]	0,45 x 0,19 x 0,08		
Θ-Bereich zur Datenerhebung [°]	2,06 bis 26,06		
Indexbereiche	-12 ≤ h ≤ 12, -12 ≤ k ≤ 12, -19 ≤ l ≤ 19		
Anzahl der gemessenen Reflexe	19235		
Unabhängige Reflexe	5681 [R(int) = 0,0482]		
Beobachtete Reflexe	4693 [I > 2σ(I)]		
Vollständigkeit für Θ = 26,08° [%]	92,7		
Absorptionskorrektur	numerisch		
Max. und min. Transmission	0,9231 und 0,6576		
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares gegen F <sup>2</sup>		
Daten / Einschränkungen / Parameter	5681 / 0 / 343		
Goodness-of-fit an F <sup>2</sup>	0,985		
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0,0351; wR2 = 0,0839		
R-Werte (alle Daten)	R1 = 0,0471; wR2 = 0,0873		
Max. / min. Restelektronendichte [e <sup>-</sup> /Å <sup>3</sup> ]	0,318 / -0,501		

### Ortskoordinaten [\*10<sup>4</sup>] und isotrope Auslenkungsparameter [Å<sup>2</sup>\*10<sup>3</sup>]

	x	y	z	U(eq)
Ge(1)	6555(1)	3418(1)	2476(1)	13(1)
N(1)	4631(2)	3757(2)	2669(1)	19(1)
N(2)	6700(2)	4889(2)	1506(1)	19(1)
C(1)	3606(3)	3246(3)	3413(2)	22(1)
C(2)	2260(3)	3662(3)	3490(2)	31(1)
C(3)	1866(3)	4687(3)	2783(2)	33(1)

C(4)	2835(3)	5285(3)	2082(2)	29(1)
C(5)	4282(3)	4873(2)	2005(2)	21(1)
C(6)	5380(3)	5444(2)	1396(2)	21(1)
C(7)	7924(3)	5156(3)	738(2)	21(1)
C(8)	8055(3)	6678(3)	385(2)	32(1)
C(9)	7929(3)	4515(3)	-20(2)	30(1)
C(10)	6929(2)	3341(2)	3655(2)	16(1)
C(11)	7138(2)	2007(2)	4160(2)	18(1)
C(12)	7751(3)	1734(3)	4874(2)	23(1)
C(13)	8127(3)	2801(3)	5105(2)	27(1)
C(14)	7799(3)	4116(3)	4660(2)	24(1)
C(15)	7181(2)	4436(2)	3955(2)	19(1)
C(16)	6669(3)	807(2)	3980(2)	25(1)
C(17)	7978(3)	293(3)	5391(2)	34(1)
C(18)	8791(4)	2606(3)	5863(2)	46(1)
C(19)	6807(3)	5958(2)	3586(2)	21(1)
C(20)	6653(4)	6806(3)	4278(2)	39(1)
C(21)	5414(3)	6214(3)	3358(2)	26(1)
C(22)	7955(3)	6492(3)	2763(2)	32(1)
C(23)	7735(2)	1899(2)	1969(2)	15(1)
C(24)	9129(2)	1815(2)	2000(2)	16(1)
C(25)	10102(2)	734(2)	1756(2)	19(1)
C(26)	9716(2)	-212(2)	1411(2)	20(1)
C(27)	8381(2)	-62(2)	1325(2)	19(1)
C(28)	7358(2)	933(2)	1601(2)	15(1)
C(29)	9678(2)	2861(3)	2285(2)	20(1)
C(30)	11546(3)	594(3)	1870(2)	29(1)
C(31)	10693(3)	-1392(3)	1139(2)	33(1)
C(32)	5891(2)	888(2)	1501(2)	19(1)
C(33)	4873(2)	530(3)	2432(2)	22(1)
C(34)	5853(3)	-229(3)	1028(2)	27(1)
C(35)	5387(3)	2221(3)	944(2)	23(1)

### Bindungslängen [pm] und –winkel [°]

Ge(1)-N(2)	186,0(2)	C(10)-C(15)	142,2(3)
Ge(1)-N(1)	187,60(19)	C(11)-C(12)	140,7(4)
Ge(1)-C(23)	199,8(2)	C(11)-C(16)	151,9(3)
Ge(1)-C(10)	201,8(2)	C(12)-C(13)	138,9(4)
N(1)-C(1)	138,4(3)	C(12)-C(17)	151,7(4)
N(1)-C(5)	142,5(3)	C(13)-C(14)	139,2(4)
N(2)-C(6)	141,2(3)	C(13)-C(18)	151,5(4)
N(2)-C(7)	147,7(3)	C(14)-C(15)	139,4(4)
C(1)-C(2)	134,3(4)	C(15)-C(19)	154,9(3)
C(2)-C(3)	143,7(4)	C(19)-C(22)	153,0(4)
C(3)-C(4)	134,5(5)	C(19)-C(21)	153,2(4)
C(4)-C(5)	143,9(3)	C(19)-C(20)	154,2(4)
C(5)-C(6)	135,3(4)	C(23)-C(24)	142,2(3)
C(7)-C(9)	152,6(4)	C(23)-C(28)	143,4(3)
C(7)-C(8)	153,5(3)	C(24)-C(25)	141,2(4)
C(10)-C(11)	141,8(3)	C(24)-C(29)	151,4(3)

---

C(25)-C(26)	139,7(4)	C(28)-C(32)	155,8(3)
C(25)-C(30)	151,3(3)	C(32)-C(35)	153,0(3)
C(26)-C(27)	138,6(3)	C(32)-C(33)	154,0(4)
C(26)-C(31)	150,3(4)	C(32)-C(34)	154,5(3)
C(27)-C(28)	139,0(3)		
N(2)-Ge(1)-N(1)	87,38(9)	C(11)-C(10)-C(15)	118,5(2)
N(2)-Ge(1)-C(23)	104,43(9)	C(11)-C(10)-Ge(1)	113,75(18)
N(1)-Ge(1)-C(23)	125,48(9)	C(15)-C(10)-Ge(1)	127,17(17)
N(2)-Ge(1)-C(10)	126,53(9)	C(12)-C(11)-C(10)	121,7(2)
N(1)-Ge(1)-C(10)	105,93(9)	C(12)-C(11)-C(16)	116,5(2)
C(23)-Ge(1)-C(10)	108,02(10)	C(10)-C(11)-C(16)	121,8(2)
C(1)-N(1)-C(5)	119,6(2)	C(13)-C(12)-C(11)	119,2(2)
C(1)-N(1)-Ge(1)	128,61(17)	C(13)-C(12)-C(17)	120,6(2)
C(5)-N(1)-Ge(1)	110,73(15)	C(11)-C(12)-C(17)	120,2(2)
C(6)-N(2)-C(7)	119,1(2)	C(12)-C(13)-C(14)	118,6(2)
C(6)-N(2)-Ge(1)	110,54(16)	C(12)-C(13)-C(18)	122,9(3)
C(7)-N(2)-Ge(1)	126,30(16)	C(14)-C(13)-C(18)	118,3(3)
C(2)-C(1)-N(1)	122,3(3)	C(13)-C(14)-C(15)	124,1(2)
C(1)-C(2)-C(3)	119,1(3)	C(14)-C(15)-C(10)	117,3(2)
C(4)-C(3)-C(2)	120,4(2)	C(14)-C(15)-C(19)	116,5(2)
C(3)-C(4)-C(5)	120,8(3)	C(10)-C(15)-C(19)	126,2(2)
C(6)-C(5)-N(1)	114,5(2)	C(22)-C(19)-C(21)	110,5(2)
C(6)-C(5)-C(4)	128,3(2)	C(22)-C(19)-C(20)	107,5(2)
N(1)-C(5)-C(4)	117,2(2)	C(21)-C(19)-C(20)	105,6(2)
C(5)-C(6)-N(2)	116,8(2)	C(22)-C(19)-C(15)	109,6(2)
N(2)-C(7)-C(9)	112,4(2)	C(21)-C(19)-C(15)	111,62(19)
N(2)-C(7)-C(8)	111,6(2)	C(20)-C(19)-C(15)	111,9(2)
C(9)-C(7)-C(8)	110,1(2)	C(24)-C(23)-C(28)	118,6(2)

---

## 6.2 Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Ad	Adamantyl
<i>c</i>	Cyclo
<i>i</i> Pr	Isopropyl
Me	Methyl
Mes	Mesityl (2,4,6-Trimethylphenyl)
<i>m</i>	meta
<i>o</i>	ortho
<i>p</i>	para
Ph	Phenyl
R	Rest
<i>t</i> Bu	<i>tert</i> -Butyl
<i>tert</i>	tertiär
THF	Tetrahydrofuran
$\Delta$	Erhitzen
$\epsilon$	molare Extinktion
$\lambda$	Wellenlänge
$\lambda_{\max}$	Absorptionsmaximum
<i>n</i>	normal bzw. unverzweigt
M	molar
ppm	parts per million
GC	Gaschromatographie
IR	Infrarot
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
UV/Vis	Ultraviolet/Visible

Bei der Auswertung der NMR-Spektren fanden folgende Kürzel Verwendung:

$\delta$	chemische Verschiebung bezogen auf den internen Standard Tetramethylsilan
s	Singulett
d	Dublett
t	Triplett
q	Quartett
sept	Septett
m	Multiplett
J	Kopplungskonstante
C <sub>quart</sub>	quartäres Kohlenstoffatom

## **Danksagungen**

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von Dezember 2002 bis Februar 2006 im Arbeitskreis von Herrn Prof. Dr. M. Weidenbruch Institut für Chemie der Universität Oldenburg.

Mein aufrichtiger Dank gilt Herrn Prof. Dr. M. Weidenbruch für die interessante Aufgabenstellung, die intensive Betreuung sowie für seine stete Diskussionsbereitschaft.

Herrn Prof. Dr. R. Beckhaus danke ich für die freundliche Übernahme des Zweitreferats.

Für die Aufnahme der NMR-Spektren danke ich Frau M. Rundshagen und Herrn D. Neemeyer.

Herrn Dipl. Chem. W. Saak und Herrn Dipl. Ing. D. Haase danke ich für das Abfüllen der Kristalle und die Anfertigung der Röntgenstrukturanalysen.

Bei Herrn R. Schmidt bedanke ich mich für die Aufnahme der UV/Vis-Spektren sowie für die Durchführung der gaschromatographischen Untersuchungen.

Frau Dipl. Chem. P. Kalina, Frau Dipl. Chem. A. Schöpfer und Herrn Dipl. Chem J. Rembielewski danke ich für die angenehme Arbeitsatmosphäre, die jahrelange gute Zusammenarbeit und das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Für ihre stete Hilfsbereitschaft danke ich Frau M. Ahrnsen und Frau Dr. A. Schäfer.

Mein ganz besonderer Dank gilt meiner Familie und meiner Freundin Rita für ihre emotionale Unterstützung und die Hilfestellung bei den vielen kleinen und größeren Hindernissen des Alltags.

## **Lebenslauf**

### **Persönliche Daten**

Name	Björn Pampuch
Geburtsdatum	04. 05. 1976 in Wilhelmshaven
Familienstand	ledig

### **Schulausbildung**

1983 – 1987	Grundschule Am Harlinger Weg, Jever
1987 – 1989	Orientierungsstufe Am Dannhalm, Jever
1989 – 1996	Mariengynasium Jever
Mai 1996	Abitur

### **Studium**

Wintersemester 1996	Beginn des Studiengangs Diplom-Chemie, Carl von Ossietzky Universität Oldenburg
November 1998	Diplom-Chemiker Vorprüfung
Oktober 2001	Mündliche Diplomprüfungen
November 2001 – August 2002	Diplomarbeit bei Herrn apl. Prof. Dr. Metzger, Organische Chemie, an der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg
seit Dezember 2002	Promotion an der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg

### **Berufstätigkeit**

seit Dezember 2002	Wissenschaftlicher Angestellter der Universität Oldenburg im Arbeitskreis von Herrn Prof. Dr. M. Weidenbruch
--------------------	--

Hiermit versichere ich, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe.

Kein Teil der Dissertation ist bisher veröffentlicht worden.

Diese Arbeit hat weder in ihrer Gesamtheit noch in Teilen einer anderen wissenschaftlichen Hochschule zur Begutachtung vorgelegen.

---

Oldenburg, Februar 2006