



Neuartige Precursor zur Abscheidung von Selten-Erd-Oxiden

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

Mareike Ahlers

Geboren am 08. Juli 1983 in Bremen

Die vorliegende Arbeit wurde im der Zeit von November 2007 bis Dezember 2009 am Institut für Reine und Angewandte Chemie der *Carl von Ossietzky Universität Oldenburg* unter Anleitung von *Herrn Prof. Dr. Mathias S. Wickleder* angefertigt.

Erstgutachter: Prof. Dr. M. S. Wickleder

Zweitgutachter: Prof. Dr. R. Beckhaus

Tag der Disputation: 22.02.2010

Für meine Großeltern

Inge und Janfid

Hanna(†) und Adolf

Beim Erforschen und Versuchen
hört man auch die Frömmsten fluchen.

Prof. Dr. Hans-Jürgen Quadbeck-Seeger,
(*1939) deutscher Chemiker

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Solvate von Nitraten und Perchloraten der Selten-Erd-Elemente untersucht. Alle Verbindungen konnten strukturellchemisch und thermoanalytisch charakterisiert werden, wobei die Zersetzungsrückstände pulverdiffraktometrisch analysiert wurden. Der thermische Abbau fast aller Verbindungen zeigte dabei eine charakteristische stark exotherme Zersetzungsstufe, bei der es sich vermutlich um eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Nitrat- bzw. Perchlorat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen handelt.

Für die Nitratsolvate konnten erstmals die Orthoameisensäuretrimethylester-Solvate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ ($\text{SE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) als Intermediate der Entwässerungsreaktion mit diesem Ester isoliert und charakterisiert werden. Mit $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Sm}, \text{Eu}$) konnte die bereits bekannte Verbindungsklasse der DME-Solvate ergänzt werden. Mit Hinblick auf eine mögliche Anwendung als Precursor wurde dabei auch die bereits strukturellchemisch beschriebene Neodym-Verbindung diskutiert. Der thermische Abbau dieser Verbindungen liefert das jeweilige Selten-Erd-Oxid und zeigt die typische stark exotherme Zersetzungsschmelze.

In Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von *Prof. Dr. Al-Shamery* (Universität Oldenburg) wurden verschiedene Precursorsysteme für die Abscheidung von Selten-Erd-Oxid-Dünnschichten auf einer Silicium-Oberfläche auf Basis von Nitrat-Solvaten entwickelt und untersucht. Durch Aufbringung des in organischen Lösungsmitteln gelösten Precursors konnten Ultradünnschichten auf der H-Si(111)-Oberfläche erhalten werden. Die Oxid-Schicht konnte nach dem Aufheizen der Probe detektiert werden. Die Filmdicke konnte dabei auf $< 10 \text{ nm}$ bestimmt werden, wobei die Dicke des Films durch die Konzentration der Precursorellösung gesteuert werden kann.

Auch bei den Perchloratsolvaten konnte $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ erstmals als Intermediat der Entwässerungsreaktion mit Orthoameisensäuretrimethylester isoliert und charakterisiert werden. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ wurde ohne Umkristallisieren erhalten, hierbei wurden die bei der Ester-Hydrolyse entstandenen Methanol-Moleküle noch nicht vollkommen durch Ester-Moleküle ersetzt. Der thermische Abbau liefert das jeweilige Selten-Erd-Oxidchlorid SEOCl ($\text{SE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) und erfolgt in etwa drei endothermen und einem nachfolgenden exothermen Zersetzungsschritt, wobei vermutlich erst in mehreren Schritten das Lösungsmittel abgespalten wird und sich anschließend das solvensfreie $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3$ zersetzt.

Für die DME-Solvate der Perchlorate ergaben sich in Abhängigkeit von den Ionenradien der Lanthanidionen drei verschiedene Strukturtypen. Für die leichten Selten-Erd-

Elemente konnte die Verbindung $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4$ (SE = La, Eu) synthetisiert und charakterisiert werden, wobei neben dem komplexen Kation $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]^+$ auch nicht koordinierende Perchlorat-Anionen in der Struktur vorliegen. Desweiteren konnten mit $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) Analoga zu den entsprechenden Nitraten gefunden werden. Die Moleküle dieser Verbindung liegen dichtest gepackt in der Struktur vor. Für die schweren Selten-Erd-Elemente wurden $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu) erhalten, wobei im Vergleich zur Struktur für die leichten Lanthanoide noch unkoordinierte DME-Moleküle in der Struktur vorliegen. Der thermische Abbau wird auch bei dieser Verbindungsklasse durch die typische, stark exotherme Zersetzungsstufe dominiert. Nach dem thermischen Abbau bleibt das jeweilige Selten-Erd-Oxidchlorid SEOCl (SE = La, Pr, Eu), bzw. das Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 (SE = Nd, Er, Lu) zurück.

Mit $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm, Er, Lu) konnte die Reihe der Perchlorat-THF-Solvate ergänzt werden. Für die Erbium- und Lutetium-Verbindung wurde dabei eine neue orthorhombische Modifikation erhalten. In beiden Typen liegen die Moleküle dichtest gepackt in der Struktur vor. $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4]\text{ClO}_4$ weist dagegen eine neue ionische Struktur auf. Der thermische Abbau wird auch bei diesen Verbindungen durch einen stark exothermen Zersetzungsschritt geprägt. Nach dem Abbau bleiben wie bei den DME-Solvaten die jeweiligen Selten-Erd-Oxide SE_2O_3 (SE = Er, Lu, Sc), bzw. CeO_2 oder das Oxidchlorid SmOCl zurück.

Abstract

During this work rare earth solvates with nitrate and perchlorate anions have been investigated. All compounds have been structurally characterized and analyzed using thermal gravimetric analysis. The decomposition residues were analyzed using powder diffraction methods. Almost all compounds showed a characteristically intense exothermic decomposition step during the thermal decomposition, most likely caused by an intramolecular redox reaction between the nitrate or perchlorate anion respectively and the organic solvent molecules.

The nitrates $\text{RE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ ($\text{RE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) were isolated and characterized for the first time as the intermediate of the dehydration reaction with trimethyl orthoformate. The known compound group of dimethoxyethane solvates was then expanded with $\text{RE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})$ ($\text{RE} = \text{La}, \text{Sm}, \text{Eu}$). Considering the possible use as precursor material the already described neodymium compound is also discussed. The thermal decomposition of these compounds yields the respective cubic rare earth oxide and shows the typical intense exothermic decomposition reaction.

A variety of different precursor system based on nitrate solvates for the deposition of rare earth oxide layers on a silicon surface was developed and investigated in collaboration with the group of *Prof. Dr. Al-Shamery* (Univ. Oldenburg). Ultra thin films on a H-Si(111) surface were obtained via the deposition of the precursor, which was dissolved in organic solvents. An oxide layer was detected after the heating of the sample. The film thickness was measured as $< 10 \text{ nm}$, whereas the thickness of the film was controlled by the concentration of the precursor solution.

$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ was isolated and characterized for the first time as the intermediate of the dehydration reaction with trimethyl orthoformate. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ was obtained without recrystallization. The methanol molecules, formed during the hydrolysis of the trimethyl orthoformate, were not fully replaced by the trimethyl orthoformate molecules. The thermal decomposition yield the respective rare earth oxide chloride REOCl ($\text{RE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) and is divided into three endothermic steps followed by an exothermic step. Presumably, the compounds first lose the solvent molecules in multiple steps followed by a decomposition of the solvent free $\text{RE}(\text{ClO}_4)_3$.

Three different structure types have been determined for the dimethoxyethane solvates of the rare earth perchlorates, corresponding to the lanthanide ion radii. For the lighter rare earth elements the compound $[\text{RE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ ($\text{RE} = \text{La}, \text{Eu}$) was synthesized and characterized. Non coordinating perchlorate anions exist alongside the

complex $[\text{RE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]^+$ cation. In addition, $\text{RE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (RE = Pr, Nd) was obtained, analogue to the respective nitrates. $[\text{RE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (RE = Er, Lu) was found for the heavier rare earth elements, which contains further non coordinated solvent molecules in contrast to the first structure type. The thermal decomposition is dominated by the typical exothermic step as well. The residue is either the respective rare earth oxide chloride REOCl (RE = La, Pr, Eu), or cubic rare earth oxide RE_2O_3 (RE = Nd, Er, Lu).

The known structure type of the perchlorate tetrahydrofuran was expanded with the compound $\text{RE}(\text{ClO}_4)_4(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (RE = Ce, Sm, Er, Lu). The orthorhombic modification for the heavier rare earth elements erbium and lutetium were also obtained. $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ was structurally characterized using a completely new ionic structure type and analyzed thermally. The thermal decomposition is again dominated by an intense exothermic step. Contrary to the dimethoxyethane solvates, the respective rare earth oxide RE_2O_3 (RE = Er, Lu) and CeO_2 or the oxide chloride SmOCl is the remaining residue.

I. Einleitung	1
II. Allgemeiner Teil	3
1. Arbeitstechniken	3
1.1 Die Stickstoff-Handschuhbox	3
1.2 Schlenktechnik	4
2. Experimentelle Methoden	5
2.1 Röntgenkristallstrukturanalyse	5
2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung	5
2.1.2 Beugung am Gitter	7
2.1.3 Ewald-Konstruktion	7
2.1.4 Pulverdiffraktometrie	10
2.1.5 Einkristalluntersuchungen	12
2.1.5 Strukturbestimmung aus Einkristalldaten	13
2.2 Thermische Analysen	16
2.2.1 Thermogravimetrie	16
2.2.2 Differenzthermoanalyse	17
2.2.3 Simultane Differenzthermoanalyse	18
2.3 Verwendete Computerprogramme	19
2.4 Verwendete Geräte und Chemikalien	20
2.5 Abkürzungsverzeichnis	21
III. Spezieller Teil	22
1. Solvate der Selten-Erd-Nitrate	22
1.1 Die Orthoameisensäuretrimethylester-Solvate	
$\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu)	22
1.1.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung	22
1.1.2 Thermischer Abbau	25
1.2 Die 1,2-Dimethoxyethan-Solvate von	
$\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Nd, Sm, Eu)	28
1.2.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung	28
1.2.2 Thermischer Abbau	32
1.3 Verwendung der Solvate als Precursor	35
1.3.1 Motivation und Anforderungen	35
1.3.2 Aufbringungsprozess und Abscheidung	36
1.3.3 Resultate und Ausblick	39

2. Solvate der Selten-Erd-Perchlorate	41
2.1 Die Orthoameisensäuretrimethylester-Solvate	
$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ und	
$\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$	41
2.1.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung	41
2.1.2 Thermischer Abbau	46
2.2 Die 1,2-Dimethoxyethan-Solvate	
$[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$, (SE = La, Eu),	
$\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) und	
$\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu)	49
2.2.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung	49
2.2.2 Thermischer Abbau	59
2.3 Die Tetrahydrofuran-Solvate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$	
(SE = Ce, Sm, Er, Lu) und	
$[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$	61
2.3.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung	61
2.3.2 Thermischer Abbau	68
3. Zusammenfassung	71
4. Ausblick	77
 IV. Anhang-Inhaltsverzeichnis	 78
 V. Literaturverzeichnis	 83
 VI. Danksagung	 85
 VII. Erklärung	 87
 VIII. Lebenslauf	 89

I. Einleitung

Verbindungen der Selten-Erd-Elemente (La, Ce-Lu, Y, Sc) mit komplexen Oxo-Anionen sind in den letzten Jahren intensiv untersucht worden [1]. Neben grundlegenden Fragestellungen, wie etwa der Strukturchemie dieser Substanzklasse, waren diese Untersuchungen auch immer den Eigenschaften dieser Verbindungen und ihrem Anwendungspotential gewidmet. So werden z.B. Nitrate und organisch derivatisierte Phosphate zur Trennung der Selten-Erd-Elemente eingesetzt und die schwerlöslichen Orthophosphate fungieren als Wirtmaterialien für lumineszierende Ionen oder zur Einbettung und Deponierung radioaktiver Elemente [2-4].

In jüngerer Zeit haben Verbindungen mit thermolabilen komplexen Anionen verstärkt Anwendung als Precursor-Materialien zur Darstellung von Selten-Erd-Oxiden gefunden, z.B. als katalytische Nanopartikel oder elektronisch nutzbare Schichten [5]. Diese Schichten erfahren zurzeit eine große Aufmerksamkeit, da die Selten-Erd-Oxide sehr hohe Dielektrizitätskonstanten besitzen („high-k-materials“) und sich als wichtige Werkstoffe bei der Miniaturisierung elektronischer Bauteile erwiesen haben. In der Regel enthalten die zur Zeit üblichen Precursoren organische Liganden. Dies hat den Vorteil einer hohen Flüchtigkeit und einer niedrigen Zersetzungstemperatur der Verbindungen, führt aber fast unvermeidlich zu einer Kontamination der erzeugten Oxide mit Kohlenstoff (bzw. Carbiden), die nur schwer zu unterdrücken bzw. zu entfernen ist.

Ein Grund für die bisher wenig systematisch untersuchte Strukturchemie von Verbindungen der Selten-Erd-Elemente mit komplexen thermolabilen Oxo-Anionen ist in der Schwierigkeit zu sehen, geeignete Einkristalle zu erhalten, die eine Strukturanalyse ermöglichen. Insbesondere für die wasser- oder generell solvensfreien Spezies ist dies eine große Herausforderung. Auf der Basis der erworbenen Kenntnisse zur Synthese dieser labilen Verbindungen sollen nun neue Vertreter dieser Substanzklasse dargestellt und umfassend charakterisiert werden [6].

Durch Verwendung von Orthoameisensäuretrimethylester, Tetrahydrofuran und 1,2-Dimethoxyethan als Lösungsmittel, sowie Perchlorat- und Nitrat-Anionen als Oxo-Anionen wird eine große Variation in der Strukturchemie und den Eigenschaften der neuen Verbindungen erreicht. Geeignete Nitrat-Solvat-Verbindungen werden anschließend zur Erzeugung von dünnen Schichten oxidischer Materialien eingesetzt.

Im allgemeinen Teil der Arbeit werden die verwendeten Methoden und Geräte erläutert. Im folgenden speziellen Teil werden die Synthesen und Charakterisierungen der Nitrat-Solvate, sowie ihre Anwendung als Precursor für die Abscheidung von Selten-Erd-Oxid-Oberflächen präsentiert. Anschließend werden die Synthesen und Charakterisierungen der Perchlorate-Solvate vorgestellt. Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung der Ergebnisse sowie einem Ausblick. Um den Textfluss nicht zu unterbrechen wurden die ausführlichen Tabellen der Strukturlösungen sowie weitere Diagramme und Bilder zu den Verbindungen als CD-Anhang am Ende der Arbeit beigelegt.

II. Allgemeiner Teil

1. Arbeitstechniken

1.1 Die Stickstoff-Handschuhbox

Da es sich bei den Produkten hauptsächlich um hydrolyseempfindliche Substanzen handelt, wurden diese in einer Stickstoffhandschuhbox für hydrolyse- und oxidationsempfindliche Stoffe gehandhabt. Die Box besteht aus einem Metallkasten mit Stickstoffatmosphäre in dem sich vorne eine Plexiglasscheibe befindet, in der zwei Öffnungen für die armlangen Gummihandschuhe eingelassen sind (Abb. 1). Glasgeräte und Chemikalien können von außen durch zwei verschieden große Schleusen in die Handschuhbox gebracht werden. In der Box befindet sich eine Waage und in die Plexiglasscheibe ist ein Polarisationsmikroskop integriert. Durch ein Umwälz- und Filtersystem wird gewährleistet, dass der Wasser- und Sauerstoffgehalt in der Box immer auf dem gleichen niedrigen Niveau bleibt.



Abbildung 1: Verwendete Stickstoff-Handschuhbox

1.2 Schlenktechnik

Außerhalb der Handschuhbox wurden die Substanzen in Schlenkkolben unter Stickstoffatmosphäre gehandhabt. Diese Kolben besitzen einen angebrachten Glashahn, der es ermöglicht den Kolben und die eventuell daran angebrachte Glasapparatur zu evakuieren, auszuheizen und mit Stickstoff zu füllen. Unter diesen Bedingungen konnten außerhalb der Handschuhbox Reaktionen mit hydrolyseempfindlichen Substanzen durchgeführt werden.

2. Experimentelle Methoden

2.1 Röntgenkristallstrukturanalyse

2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung [7-11]

Röntgenstrahlung entsteht, wenn stark beschleunigte Elektronen auf Materie treffen. Sie wurde 1895 von *Wilhelm Conrad Röntgen* entdeckt und liegt mit einem Wellenlängenbereich von 10 nm – 2 pm energetisch zwischen der UV- und der γ -Strahlung. Für die Röntgenstrukturanalyse wird der Bereich zwischen 0.03 und 0.5 nm, also relativ weiche Röntgenstrahlung verwendet. Diese wird in einer Röntgenröhre erzeugt (Abb. 2).

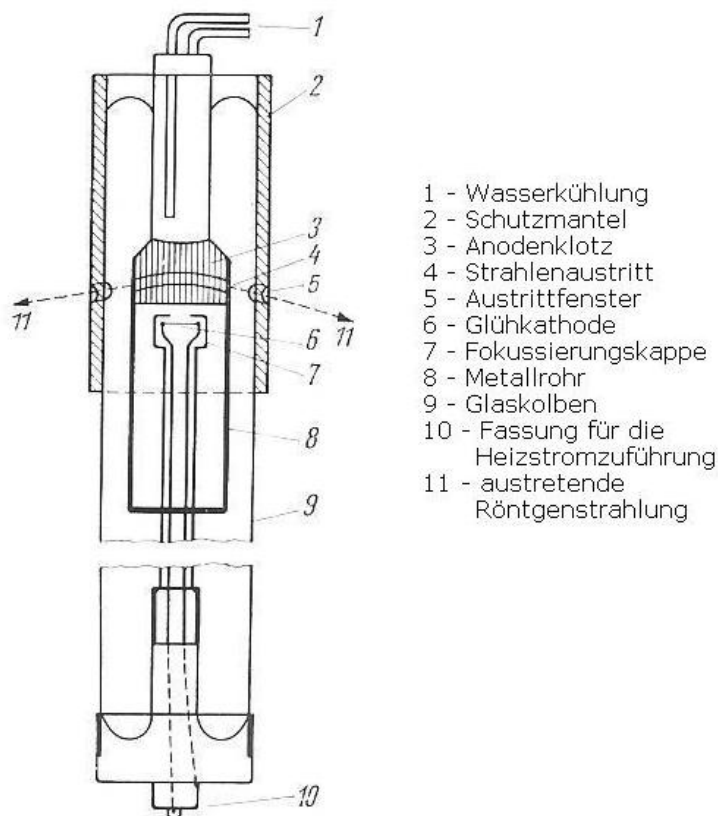


Abbildung 2: Aufbau einer Röntgenröhre [7]

Dabei werden die aus einer Glühkathode austretenden Elektronen durch eine Hochspannung von 20 – 50 kV zur Anode hin beschleunigt. Kollidieren diese hochenergetischen, geladenen Teilchen mit dem Anodenmaterial, so werden sie abgebremst und geben Energie in Form von Bremsstrahlung bzw. kontinuierlicher Röntgenstrahlung ab, deren Intensität von der jeweils angelegten Hochspannung

abhängig ist. Diese Strahlung macht den größten Teil eines Röntgen-Emissionsspektrums aus, durch die große Wärmeentwicklung muss die Anode kontinuierlich gekühlt werden. Besitzen einige Elektronen genügend kinetische Energie, so können sie aus der K-Schale Elektronen herausschlagen. Die entstanden Löcher werden durch Elektronen aus höheren Schalen aufgefüllt, wobei die Energiedifferenz als so genannte charakteristische Röntgenstrahlung abgegeben wird. Sie tritt neben der Bremsstrahlung als Linienspektrum auf und ist für jedes Anodenmaterial spezifisch (Abb. 3).

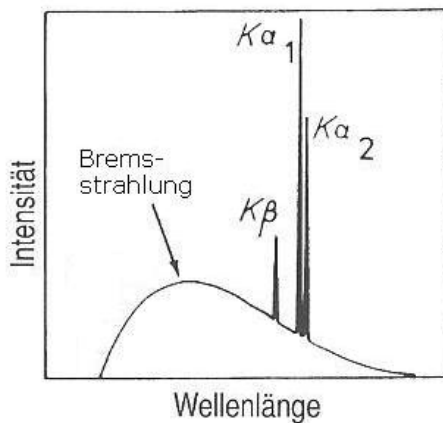


Abbildung 3: Röntgenemissionsspektrum [8]

Verwendung bei der Strukturanalyse findet die K_α -Strahlung (Auffüllung aus der L-Schale), weil sie die höchste Intensität aufweist. Die Probe wird dabei monochromatischer Röntgenstrahlung ausgesetzt. In der Röntgendiffraktometrie werden vor allem Kupfer und Molybdän, mit einer K_α -Strahlung von 154.18 bzw. 71.07 pm, als Anodenmaterial verwendet.

2.1.2 Beugung am Gitter [7-11]

In einem Kristall befinden sich die Atome in einer regelmäßigen Anordnung mit Abständen im 100 pm Bereich. Analog zu einem optischen kann auch an einem Kristallgitter Beugung von Strahlung auftreten, deren Wellenlängenbereich in dem der Gitterabstände liegt, in diesem Fall also Röntgenstrahlung. Eine Beschreibung der Beugungsbedingungen liefert das Braggsche Gesetz, welches definiert, unter welchen Bedingungen Röntgenstrahlung an den Netzebenen des Kristalls reflektiert wird (Abb. 4).

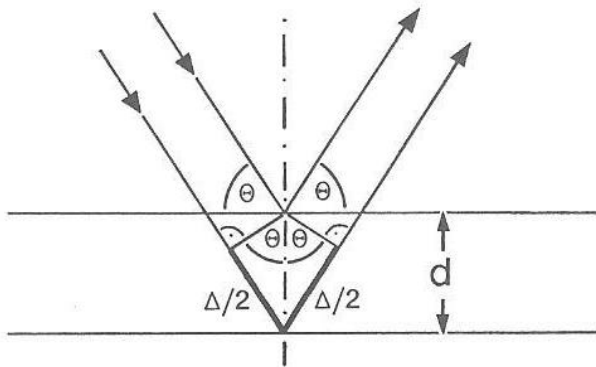


Abbildung 4: Zur Ableitung des Braggschen Gesetzes [9]

Aus dem Netzebenenabstand d , dem Einfallswinkel θ und der eingestrahnten Wellenlänge λ ergibt sich für konstruktive Interferenz der Strahlung folgender Zusammenhang:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

2.1.3 Ewald-Konstruktion [9, 10]

Um die Beschreibung von Raumgittern und die Interpretation von Röntgenaufnahmen zu erleichtern, wird das reziproke Gitter eingeführt. Dessen Vektoren stehen senkrecht auf den Ebenen des normalen Gitters und lassen sich durch folgenden Zusammenhang definieren:

$$a^* = \frac{b \times c}{V} \quad b^* = \frac{a \times c}{V} \quad c^* = \frac{a \times b}{V} \quad (2)$$

a^*, b^*, c^* - reziproke Basisvektoren
 a, b, c - normale Basisvektoren
 V - Volumen der Einheitszelle

Ewald hat nun mit seiner Ewaldkugel eine einfache graphische Beschreibung zur Erfüllung des Braggschen Gesetzes gefunden.

Die Braggsche Reflexionsbedingung wird in folgender Form geschrieben:

$$\sin \theta = \frac{1/d}{2/\lambda} \quad (3)$$

θ - Einfallswinkel
 d - Netzebenenabstand
 λ - Wellenlänge

In einem Kreis mit dem Radius $r = 1/\lambda$ wird ein rechtwinkliges Dreieck mit der Hypotenuse $2r$ gezeichnet, wobei die Länge der Gegenkathete $1/d$ ist ($\sin \theta = \text{Gegenkathete}/\text{Hypotenuse}$) (Abb. 5).

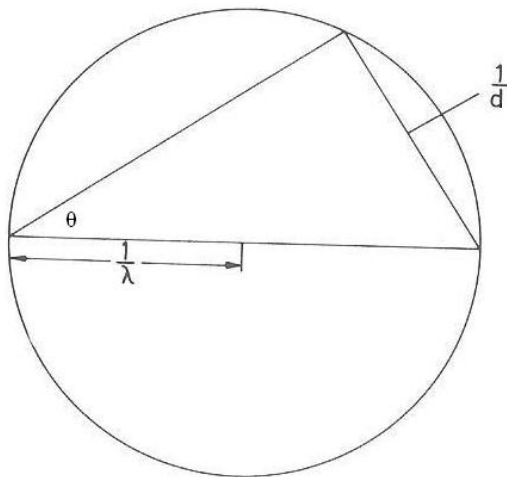


Abbildung 5: geometrische Zusammenhänge [10]

Ersetzt man nun d durch den reziproken Streuvektor d^* ,

$$d^* = \frac{K}{d} \quad (4)$$

so erhält man für $K = 1$ folgende Braggsche Reflexionsbedingung:

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2} d^* \quad (5)$$

Aus diesem Zusammenhang ergibt sich die Ewald-Konstruktion (Abb. 6).

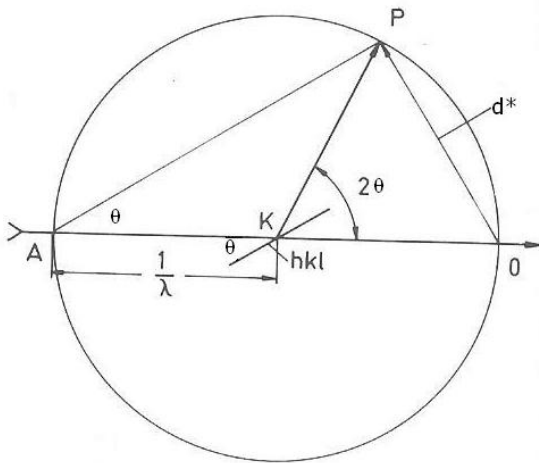


Abbildung 6: Ewald-Konstruktion [10]

$\overline{AO}$ - einfallender Röntgenstrahl

$\overline{KP}$ - gebeugter Röntgenstrahl, wenn sich der Kristall bei K befindet

Nun wird das Modell auf den dreidimensionalen Raum erweitert und man erhält eine Kugel in deren Mittelpunkt K sich der Kristall befindet. Der Punkt O wird als Ursprung des reziproken Gitters angesehen. Alle reziproken Gitterpunkte, die sich am Ende des d^* -Vektors befinden, erfüllen damit die Braggsche Reflexionsbedingung, diese Kugel wird auch als Ewaldkugel bezeichnet und in dem Aufbau eines Röntgendiffraktometers realisiert.

2.1.4 Pulverdiffraktometrie [7-11]

Die Pulverdiffraktometrie ist vor Allem eine Methode zur qualitativen Untersuchung einer Probe. Im Gegensatz zu den herkömmlichen Analysen, lässt sich hierbei eine Aussage über die Reinheit der kristallinen Phase durch den Vergleich mit theoretischen Spektren treffen. Monochromatisches Röntgenlicht trifft auf die feinkristalline Probe und wird in einem Winkel von 2θ reflektiert sobald das Braggsche Gesetz erfüllt ist (Abb. 8). Da es sich um sehr viele Kristallite handelt, sind immer einige Netzebenenscharen so orientiert, dass eine Beugung stattfinden kann. Es ergeben sich kegelförmige Beugungen des Primärstrahls an der Probe, welche auf einer Fotoplatte für die Aufnahme von konzentrischen Kreisen sorgen würden (Abb. 7).

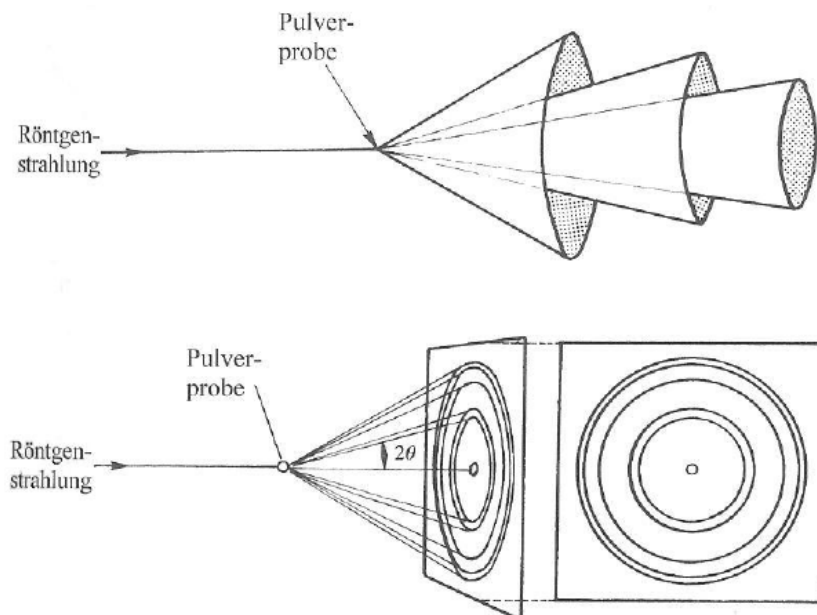


Abbildung 7: Kegelförmige Beugung an der Pulverprobe [11]

Bei der Diffraktometrie werden diese Reflektionen winkelabhängig detektiert und als Intensitätenverteilung in einem Diffraktogramm dargestellt. Man erhält durch die Peakintensitäten und -lagen kristallspezifische Daten, die sich vergleichen lassen. Die Bestimmung der Kristallstruktur ist nur bei sehr einfachen Verbindungen möglich, da die Indizierung der hkl -Reflexe sehr schwierig ist.

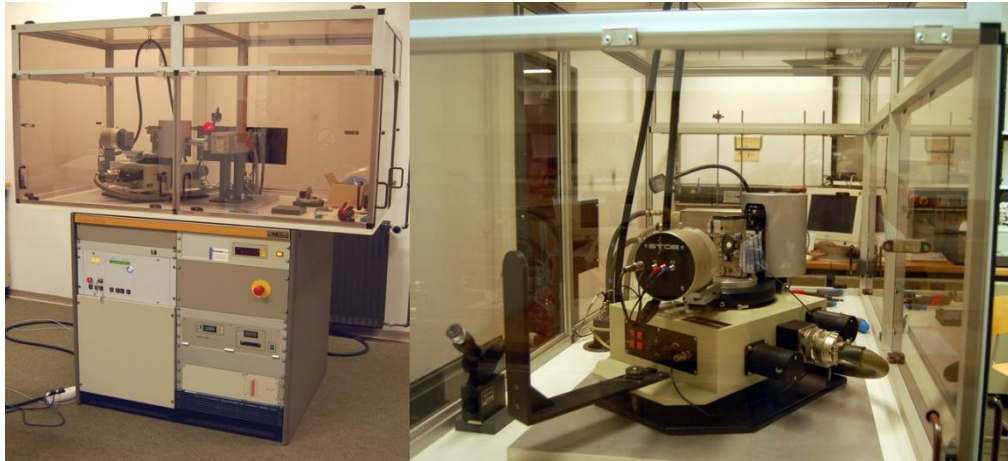


Abbildung 8: Verwendetes Pulverdiffraktometer STADI P (Fa. Stoe)

2.1.5 Einkristalluntersuchungen [9]

Aus den synthetisierten Kristallen wird unter einem Polarisationsmikroskop ein passender Einkristall in perfluoriertem Inertöl ausgewählt und in einem Tropfen auf einen Glasfaden gesetzt. Dieser wird auf dem Goniometerkopf befestigt und mit Hilfe einer Videokamera austariert. Anschließend wird der Tropfen in einem gekühlten Stickstoffstrom ausgehärtet, so dass der Kristall fixiert ist.

Zur Messung der Daten wurde ein „Imaging Plate Diffraction System“ (IPDS) verwendet (Abb. 9). Für die Bildaufnahme wird dabei eine runde Bildplatte mit einem Durchmesser von 180 bis 350 mm benutzt, welche mit einer Folie belegt ist, die mit Eu^{2+} dotiertes BaBrF enthält. Trifft nun während der 0.5 bis 10 min Belichtungszeit das gebeugte Röntgenlicht auf diese Folie, so wird das Eu^{2+} zu Eu^{3+} oxidiert und die Information in Farbzentren, die durch freie Elektronen auf Zwischengitterplätzen entstehen, gespeichert. Das fertige latente Beugungsbild wird mit einem roten Laser ausgelesen, wobei eine Rekombination der Elektronen mit Eu^{3+} zu Eu^{2+} stattfindet. Die freiwerdende Energie wird in Form von blau-grünem Licht abgegeben, welches mit einer Photozelle mit Photomultiplier detektiert und die Signale auf einem Computer gespeichert werden. Um die Bildplatte vollständig zu regenerieren, wird sie nach dem Auslesevorgang mit weißem Halogenlicht bestrahlt um alle Farbzentren auszulöschen. Der gesamte Auslese- und Löschvorgang dauert etwa 2 bis 5 min.

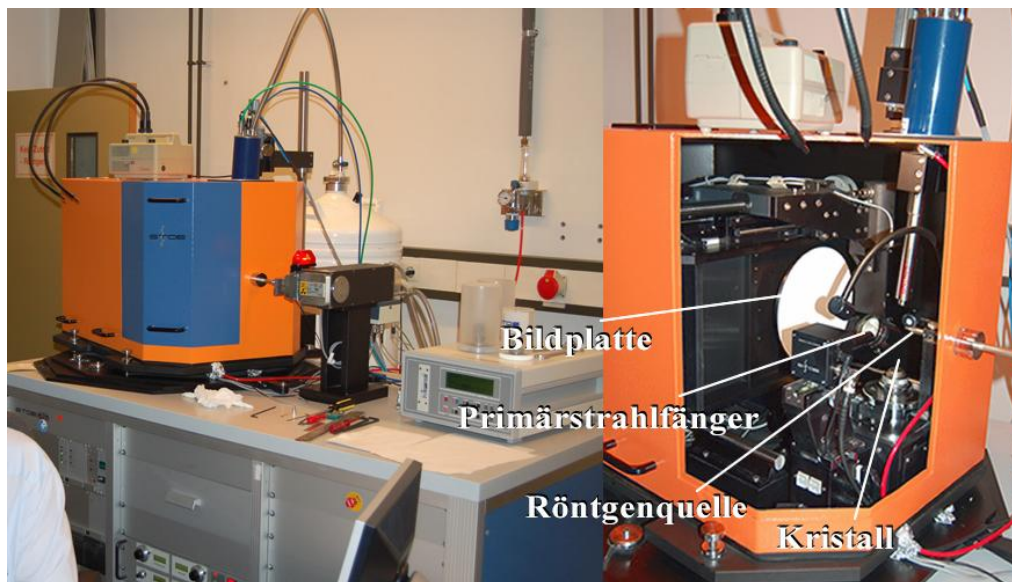


Abbildung 9: Verwendetes Einkristalldiffraktometer (IPDS, Fa. Stoe)

2.1.6 Strukturbestimmung aus Einkristalldaten [9]

Nachdem die Messung eines Einkristalls erfolgt ist, werden anhand von Reflexen bei höheren Beugungswinkeln die Zellparameter der Elementarzelle bestimmt und eine Absorptionskorrektur durchgeführt. Man erhält so die Intensität der gemessenen hkl -Reflexe und ihre Standardabweichung in digitaler Form zu Weiterverarbeitung mit den unter 2.3 aufgeführten Computerprogrammen. Aus diesen erhaltenen Daten wird anschließend über die Verteilung der Elektronendichte die Struktur bestimmt.

Dazu wird zuerst eine Datenreduktion durchgeführt, bei der aus den gemessenen Reflexintensitäten die Strukturfaktoren F_o (o = observed) berechnet werden. Durch vorliegende systematische Auslöschungen von Reflexen kann nun die Raumgruppe ermittelt werden.

Wird ein Kristall kohärenter Röntgenstrahlung ausgesetzt, so wird entsprechend einer Fouriertransformation die Elektronendichte im Kristall in Einzellwellen $F_o(hkl)$ zerlegt. Damit ergibt sich für jeden Punkt X, Y, Z in der Kristallstruktur folgender Zusammenhang:

$$\begin{aligned}\rho_{XYZ} &= \frac{1}{V} \sum_{hkl} F_{hkl} \cdot e^{-i2\pi(hX+kY+lZ)} \\ &= \frac{1}{V} \sum_{hkl} F_{hkl} \cdot \{\cos[2\pi(hX+kY+lZ)] + i \sin[2\pi(hX+kY+lZ)]\}\end{aligned}\quad (6)$$

Es ergibt sich jetzt jedoch das so genannte Phasenproblem, weil die gemessenen Reflexintensitäten zu dem Quadrat der Strukturfaktoren proportional sind. Folglich ist der Betrag des Streuvektors zwar bekannt, aber seine Phaseninformation ist nicht zugänglich.

$$I_0(hkl) \propto |F_{hkl}|^2 \quad (7)$$

Für dieses so genannte Phasenproblem der Röntgenstrukturanalyse gibt es grundsätzlich zwei Methoden um die Kristallstruktur zu lösen, d.h. den einzelnen Peaks (Elektronendichten) Atome zuzuordnen.

Die von *Patterson* entwickelte Methode verwendet eine Fourier-transformation bei der die Beträge der Strukturfaktorquadrate als Fourierkoeffizienten eingesetzt werden. Um eine Unterscheidung zu ermöglichen, werden die Koordinaten im Pattersonraum mit u , v , w bezeichnet.

$$P_{uvw} = \frac{1}{V^2} \sum_{hkl} F_{hkl}^2 \cdot \exp[2\pi i(hu + kv + lw)] \quad (8)$$

Die Patterson-Methode liefert die interatomaren Abstandsvektoren, da in den Strukturfaktorquadraten keine Phaseninformation enthalten ist, wobei die Höhe des Peaks abhängig von der Elektronenzahl der beiden beteiligten Atome ist. Da der Peak bei mehr Elektronen höher ist, wird die Methode verwendet, wenn in einer Struktur neben vielen Leichtatomen einige Schweratome vorliegen, deren Position so bestimmt wird, da man ihnen die höchsten Peaks zuordnen kann. Wenn ihre Lage bestimmt ist, können durch die Strukturverfeinerung die restlichen Atome der Struktur hinzugefügt werden.

Die Direkten Methoden gehen das Phasenproblem unmittelbar an, in dem sie die Zusammenhänge zwischen den Intensitäten innerhalb von Reflexgruppen und den Phasen ausnutzen. Die Grundlage bilden die statistischen Wahrscheinlichkeiten für Phasen, die eher ein positives oder negatives Vorzeichen besitzen. Bei zentrosymmetrischen Strukturen kann so z. B. über Sayre-Wahrscheinlichkeitsbeziehung bei gegebener Phase das Vorzeichen aus zwei Reflexen einer Reflexgruppe abgeschätzt werden. Daneben gibt es noch weitere Methoden, um Phasen vorhersagen zu treffen und die Vorhersagewerte zu optimieren. Aus den Direkten Methoden erhält man Strukturfaktoren, die die Position der Atome in der Struktur angeben, da sich an diesen Stellen nach der Fouriersynthese Maxima befinden. Auf die Weise lassen Elektronendichteverteilung und Lageparameter berechnen.

Um das erhaltene Strukturmodell mit der Realität in Bezug zu setzen verwendet man den so genannten R-Wert (engl. = residual), welcher angibt wie weit dieses von der „wahren“ Struktur abweicht.

$$R = \frac{\sum_{hkl} ||F_o| - |F_c||}{\sum_{hkl} |F_o|} \quad (9)$$

o = observed

c = calculated

Wurde nun anhand einer dieser Methoden die Struktur gelöst, so können im Folgenden durch Differenz-Fouriersynthese weitere Atome der Struktur hinzugefügt werden, um diese so zu verfeinern. Hierbei wird die Methode der kleinsten Fehlerquadrate („least-squares“-Berechnungen) angewandt, um in mehreren Zyklen beobachtete und gemessene Strukturfaktoren aneinander anzunähern. Ein Maß für die Richtigkeit liefert dabei die ständige Kontrolle des R-Wertes.

Sind alle Atome einer Struktur gefunden, so kann diese noch durch folgende Maßnahmen zusätzlich verfeinert werden:

- Durchführung einer Absorptionskorrektur
- Berechnung von anisotropen Auslenkungsparameter
- Hinzunahme einer Wichtungsfunktion.

Wenn die Struktur fertig berechnet und verfeinert wurde, sollte sie anschließend mit dem Programm PLATON auf eventuelle Fehler überprüft werden [12].

2.2 Thermische Analysen [8, 13]

Bei der Thermischen Analyse werden substanzspezifische physikalische und chemische Eigenschaften in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit gemessen. Beispiele hierfür sind die Enthalpie, die Wärmekapazität, die Masse und der thermische Ausdehnungskoeffizient. Man unterscheidet grundsätzlich zwischen den Bereichen der Thermogravimetrie und der Differenzthermoanalyse.

2.2.1 Thermogravimetrie

Bei der Thermogravimetrie werden zeit- oder temperaturabhängige Masseveränderungen gemessen und in einem Diagramm als Kurve dargestellt (Abb. 10).

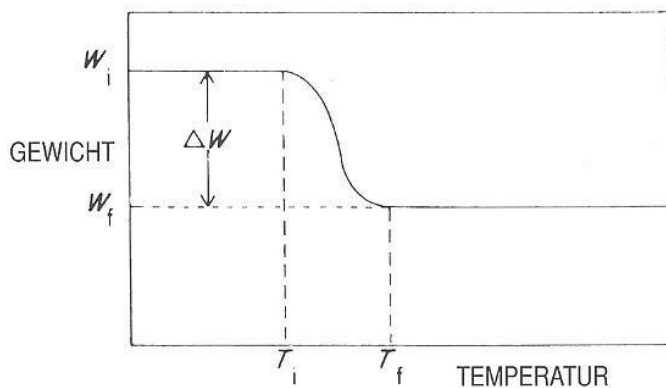


Abbildung 10: idealisierte TG-Kurve [8]

Die stufenweise Masseänderungen (ΔW) sind dabei stoffspezifisch und geben quantitativen Aufschluss über die Zersetzungsabläufe der untersuchten Substanz. Das Temperaturintervall (T_i bis T_f) ist allerdings von mehreren Faktoren wie Heizrate, Teilchengröße und Atmosphäre über der Probe abhängig. Des Weiteren ist eine exakte Temperaturmessung nicht möglich, da das Thermoelement sich nicht in direktem Kontakt mit der Probe befindet.

2.2.2 Differenzthermoanalyse

Bei der Differenzthermoanalyse wird die Temperatur einer Probe mit der eines inerten Referenzmaterials während eines definierten Temperaturintervalls verglichen. Als Referenzmaterial wird häufig ein Al_2O_3 -Tiegel verwendet. Solange keine thermodynamischen Vorgänge, wie Schmelzen, Phasenänderung oder Zersetzen stattfinden, bleiben beide Temperaturen gleich. Sobald jedoch ein solcher Vorgang eintritt, bleibt die Temperaturänderung des Referenzmaterials konstant zum Temperaturprogramm, während die Temperatur der Probe langsamer (endothermer Vorgang) oder schneller (exothermer Vorgang) ansteigt. Abbildung 11 zeigt eine idealisierte DTA-Kurve.

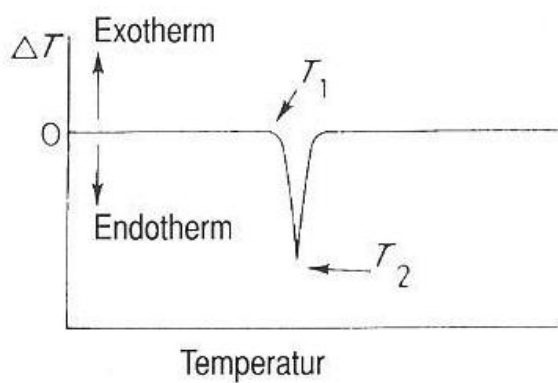


Abbildung 11: idealisierte DTA-Kurve [8]

Wenn sich Probe und Referenz gleichmäßig erwärmen, bleibt die Temperaturdifferenz gleich null und ändert sich erst mit Erreichen des thermodynamischen Vorgangs bei der Temperatur T_1 . Da diese Temperatur als erste Abweichung von der Grundlinie zu ungenau ist, arbeitet man meistens mit der Temperatur T_2 des maximalen Ausschlages. Die DTA-Messung lässt sich dahingehend erweitern, dass man ein Massenspektrometer ankoppelt, um die Zersetzungsprodukte spektroskopisch zu erfassen und so detailliertere Aussagemöglichkeiten über die einzelnen Zersetzungsschritte der Probe zu erhalten. Über eine Kalibrierung mit Standards ist es auch möglich, eine Aussage über die Quantität von Enthalpien zu treffen.

2.2.3 Simultane Differenzthermoanalyse

Um eine möglichst effektive Analyse der Probe zu ermöglichen, werden im Allgemeinen Geräte mit einer Kombination aus Differenzthermoanalyse und Thermogravimetrie verwendet, dies wird als Simultane Thermische Analyse (STA) bezeichnet. Dabei gibt es auch DTA-Geräte, bei denen kein Referenztiegel verwendet wird. Die Temperaturdifferenz wird dabei zwischen der Probe (Ist-Temperatur) und der Ofentemperatur (Soll-Temperatur) gemessen. Diese Methode wird als Single Differenzthermoanalyse (SDTA) bezeichnet (Abb. 12).



Abbildung 12: Verwendete SDTA/TG-Apparatur

2.3 Verwendete Computerprogramme

STOE X-RED [14]

Programm zur Datenreduktion einschließlich Absorptionskorrektur.

SHELXS-86/-97 [15]

Programm zur Berechnung eines Strukturvorschlages aus Einkristalldiffraktometerdaten unter Verwendung von Direkten Methoden oder Pattersonmethoden.

SHELXL-93/-97 [15]

Programm zur Strukturverfeinerung durch Differenz-Fourier-Synthesen, „least-squares“-Berechnungen und Wichtungsfunktion mit Darstellung von Bindungslängen und -winkeln.

STOE X-STEP32 1.06f [16]

Benutzeroberfläche für Strukturlösungs- und -verfeinerungsprogramme.

STOE X-SHAPE [17]

Programm zur Optimierung der Gestalt von Einkristallen zur anschließenden Absorptionskorrektur.

STOE WinXPOW [18]

Programm zur Auswertung und Darstellung von Pulverdiffraktogrammen und Erzeugung von theoretischen Diffraktogrammen aus Einkristallstrukturdaten.

DIAMOND 3.1 [19]

Visualisierungsprogramm für Kristallstrukturen.

PLATON [12]

Kristallographie-Tool zur Untersuchung von Symmetrie in Kristallstrukturen und zur Darstellung von Differenzfourierkarten.

METTLER TOLEDO STAR^e Software 8.1 [20]

Programmpaket zur Steuerung von DTA/TG-Geräten und zur Auswertung und graphischen Darstellung von Daten aus der thermischen Analyse.

2.4 Verwendete Geräte und Chemikalien

Tabelle 1: Verwendete Geräte

Image-Plate-Diffraction System	IPDS I	Stoe & Cie, Darmstadt, Deutschland
Bruker Apex II	Apex II	Bruker, Karlsruhe, Deutschland
Stickstoff-Handschuhbox	Unilab	Braun, Garching, Deutschland
SDTA / DTA / TG	TGA/SDTA 851 ^e	Mettler-Toledo GmbH, Schwerzenbach, Schweiz
Pulverdiffraktometer	STADI P	Stoe, Darmstadt, Detuschland
Polarisationsmikroskop	KL 1500	Schott, Deutschland

Tabelle 2: Verwendete Chemikalien

HNO ₃ 65 %	p.a.	J.T. Baker, Deventer, Niederlande
HClO ₄ 70 %	p.a.	Fluka Chemie GmbH, Buchs, Schweiz
Sc ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
La ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
CeO ₂	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Pr ₆ O ₁₁	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Nd ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Sm ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Eu ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Er ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Lu ₂ O ₃	99.9%	ChemPur GmbH, Karlsruhe, Deutschland
Orthoameisensäure- trimethylester	≥ 98.0%	Sigma-Aldrich GmbH, Steinheim, Deutschland
Tetrahydrofuran	≥ 99.5%	Carl Roth GmbH & Co., Karlsruhe, Deutschland
1,2-Dimethoxyethan	≥ 99.5%	Carl Roth GmbH & Co., Karlsruhe, Deutschland

2.4 Abkürzungsverzeichnis

THF	Tetrahydrofuran
DME	1,2-Dimethoxyethan
SE	Selten-Erd
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy, röntgeninduzierte Photoelektronen-spektroskopie
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
REM	Rasterelektronenmikroskop
MOSFET	Metal Oxide Semiconductor Field-Effect Transistor, Metall-Oxid-Halbleiter-Feldeffekttransistor
ALD	Atomic Layer Deposition, Atomlagenabscheidung
CVD	Chemical Vapour Deposition, chemische Gasphasenabscheidung
PVD	Physical Vapour Deposition, physikalische Gasphasenabscheidung
UHV	Ultrahochvakuum
DTA	Differenzthermoanalyse
TG	Thermogravimetrie

III. Spezieller Teil

1. Solvate der Selten-Erd-Nitrate

1.1 Die Orthoameisensäuretrimethylester-Solvate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu)

Wie schon in vorangegangenen Arbeiten beschrieben wurde, kann man die Selten-Erd-Nitrat-Hydrate durch Umsetzung mit Orthoameisensäuretrimethylester dehydratisieren [Niemeyer, Diplomarbeit]. Bei dieser Reaktion entstehen durch Hydrolyse des Esters mit dem Kristallwasser der Hydrate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ (SE = Sm, Eu) Methanol, Ameisensäure und $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu). Im Folgenden kann dann $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) mit weiteren Lösungsmitteln umgesetzt werden, um verschiedene Solvate zu erhalten. *Niemeyer et al.* stellten aufgrund einer Elementaranalyse die Vermutung auf, dass es sich bei diesem Zwischenprodukt der Dehydratisierung um ein Methanol-Solvat handelt [21]. Im Zuge dieser Arbeit konnte nun erstmals die genaue Zusammensetzung und Kristallstruktur für dieses Zwischenprodukt ermittelt werden. Es handelt sich dabei nicht, wie vermutet, um ein Methanol-Solvat, sondern es kommt zu einer Koordination von zwei Ester-Molekülen, so dass sich die Summenformel $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) ergibt.

1.1.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung

1 g der jeweiligen Selten-Erd-Oxide SE_2O_3 (SE = Sm, Eu) wurde in 15 ml konzentrierter Salpetersäure gelöst und anschließend bis zur Kristallisation der Hydrate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ (SE = Sm, Eu) eingeeengt. Die Selten-Erd-Nitrat-Hydrate wurden dann über Nacht im Trockenschrank getrocknet, in 15 ml Orthoameisensäuretrimethylester gelöst und das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Für $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) konnten Einkristalle isoliert und röntgendiffraktometrisch charakterisiert werden.

Die erhaltenen Ester-Solvate kristallisieren monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/n$ und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 3: Kristallographische Daten von $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ und $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$	$\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$
Molmasse	548.62 g·mol ⁻¹	550.23 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr. 14)	$P2_1/n$ (Nr. 14)
Gitterkonstanten	$a = 1042.74(4)$ pm $b = 1425.71(5)$ pm $c = 1285.82(4)$ pm $\beta = 91.944(2)^\circ$	$a = 1042.61(6)$ pm $b = 1423.78(7)$ pm $c = 1280.61(7)$ pm $\beta = 91.834(7)^\circ$
Zellvolumen	1910.5(1) Å ³	1900.1(2) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0153, 0.0414	0.0184, 0.0465

Bei den Ester-Solvaten handelt es sich um Molekülverbindungen, in denen die Moleküle näherungsweise in Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 13).

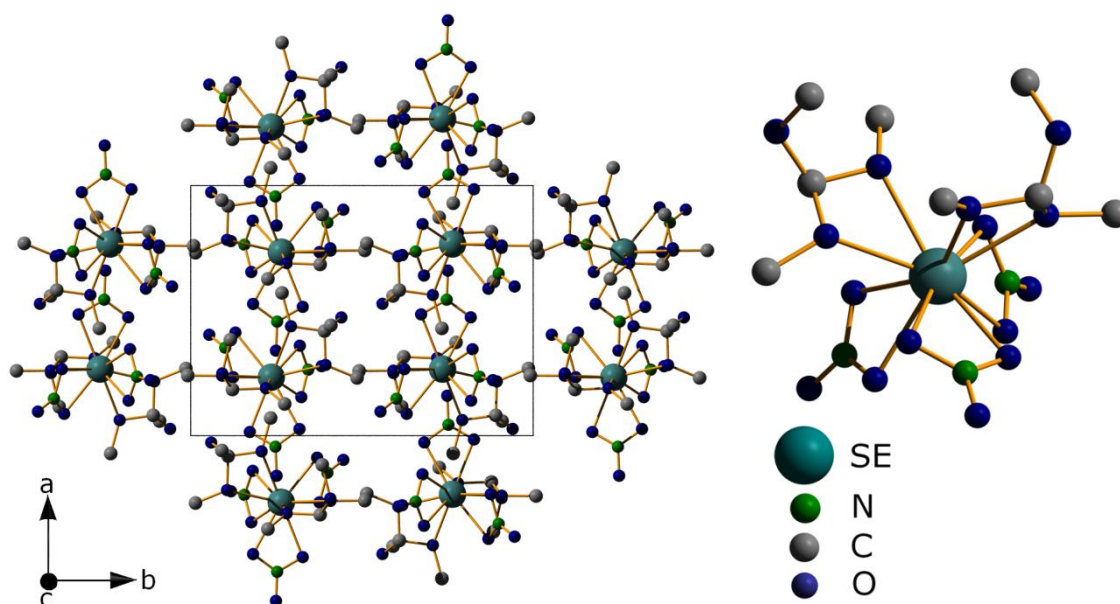


Abbildung 13: Projektion der Kristallstruktur von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) auf (001) (links); Molekülstruktur von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) (rechts)

Das SE^{3+} -Kation wird dabei von drei chelatisierend angreifenden Nitrat-Anionen und zwei zweifach angreifenden Ester-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine zehnfache Koordination durch die Sauerstoffatome der Liganden. Reduziert man die Nitrat-Liganden auf ihre zentralen Stickstoffatome, so ergibt sich eine verzerrte pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder, welche sich noch weiter auf eine verzerrte trigonale

Bipyramide reduzieren lässt, wenn man auch die Ester-Moleküle als einfach koordinierende Liganden ansieht (Abb. 14).

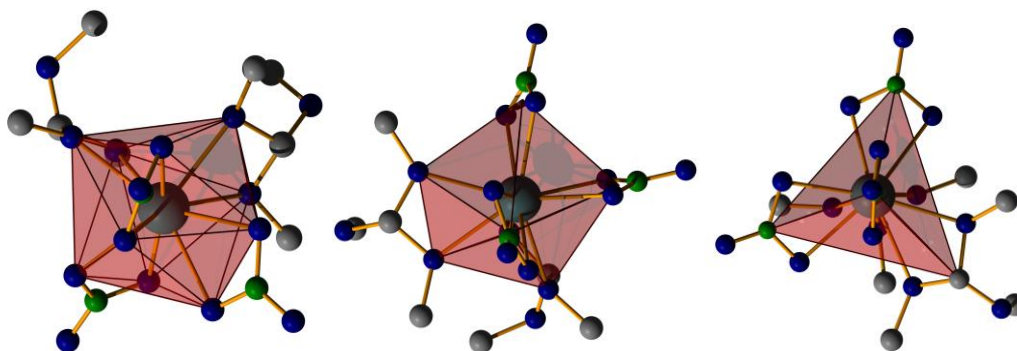


Abbildung 14: Koordination der SE^{3+} -Kationen in den Verbindungen $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu)

Die Bindungslängen zwischen den Sauerstoffatomen und den SE^{3+} -Kationen liegen dabei mit 243-252 pm im literaturbekannten Bereich. Dabei sind die Ester-Moleküle über beide Sauerstoffatome gleichmäßig an das SE^{3+} -Kation mit 250 pm (SE = Eu) und 251 pm (SE = Sm) gebunden, während sich die Bindungsabstände bei den asymmetrisch koordinierenden Nitrat-Anionen jeweils um 2-7 pm pro Sauerstoffatom einer Nitrat-Gruppe unterscheiden (Abb. 15). Ausführliche Tabellen und weitere Bilder zu $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (SE = Sm, Eu) befinden sich im Anhang A:1.1-1.5 und A:2.1-2.5.

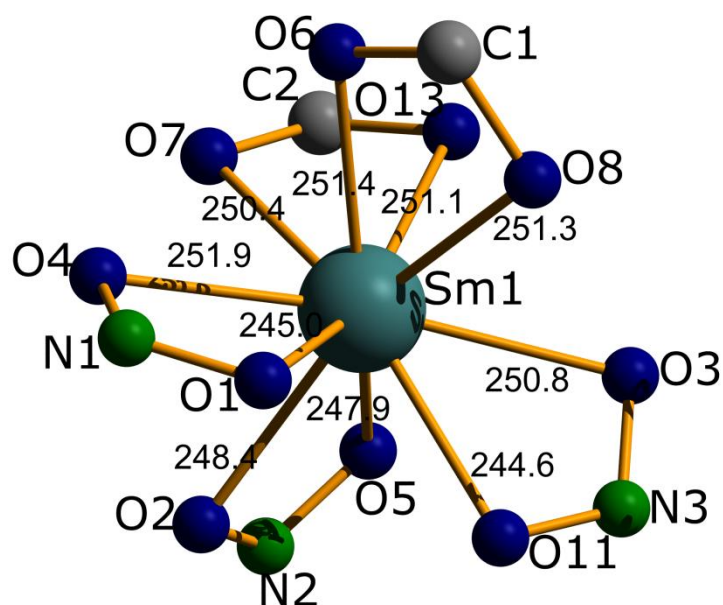


Abbildung 15: Sm-O Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$

1.1.2 Thermischer Abbau

Für die thermische Analyse wurden in der Stickstoff-Handschuhbox jeweils etwa 5-10 mg der Verbindungen in einen Korundtiegel ohne Deckel eingewogen und dann bei einem Temperaturprogramm von 25-700 °C mit einer Heizrate von 5 °C/min und einem Stickstoffstrom von 60 ml/min gemessen. Die gemessenen Daten werden in Abbildung 16 (Anhang A:1.6 und A:2.6) und Tabelle 4 und 5 dargestellt.

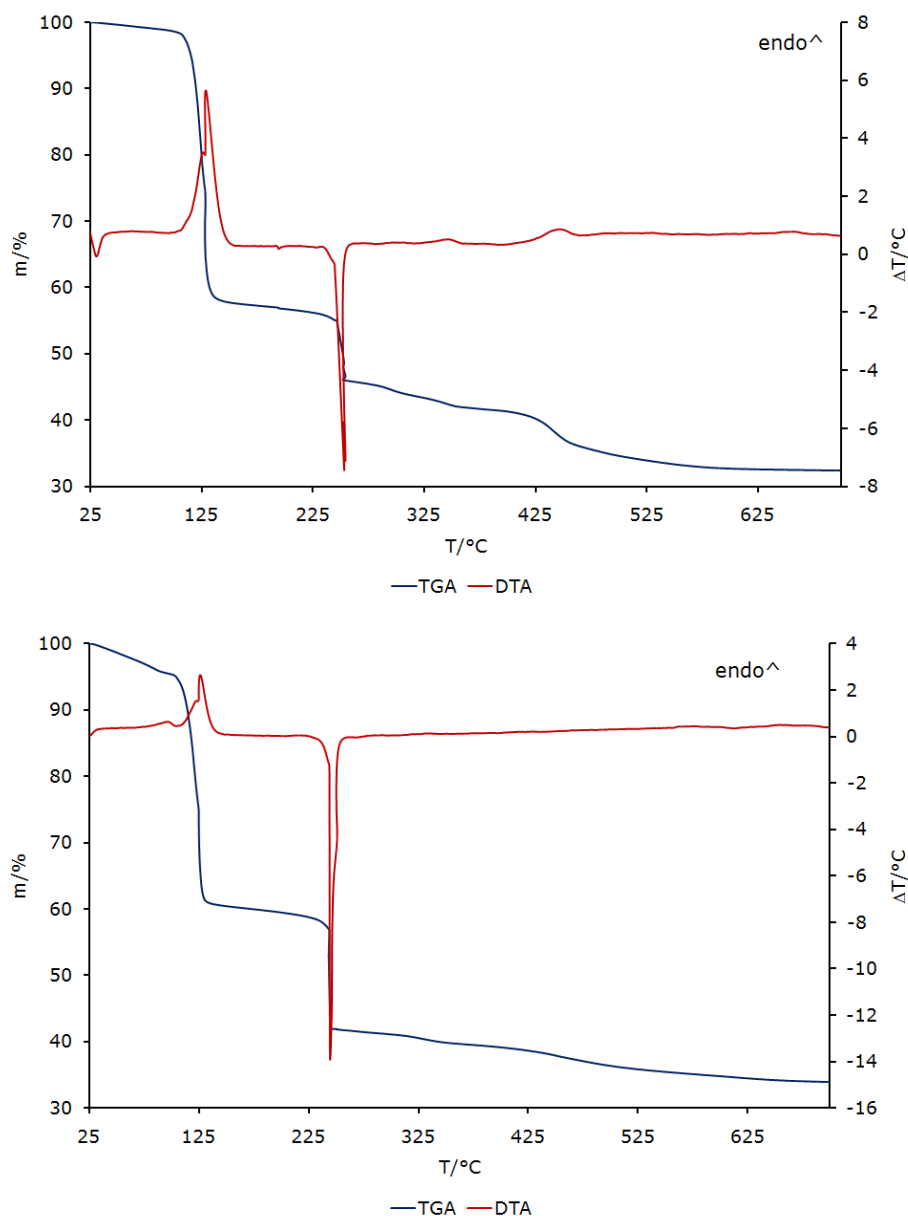


Abbildung 16: DTA/TG-Diagramme von $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (oben) und $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ (unten)

Tabelle 4: Zersetzungstemperaturen von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$

	1. Stufe [°C]		2. Stufe [°C]		3. Stufe [°C]		Ende [°C]
SE	endotherm		exotherm		endotherm		
	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	
Sm	105	135	240	245	410	445	600
Eu	110	130	240	245	-	-	660

Tabelle 5: Massenverluste bei der Zersetzung von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$

SE	Zersetzung zu SE_2O_3	
	gemessen [%]	berechnet [%]
Sm	67.56	68.18
Eu	66.04	68.02

Beide Zersetzungsprozesse werden durch einen ersten endothermen Zersetzungsschritt bei etwa 130-135 °C und einen folgenden stark exothermen Schritt bei etwa 245 °C geprägt. Bei dem exothermen Schritt handelt es sich vermutlich um eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Nitrat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen. Dies konnte bereits vorher bei anderen nitrathaltigen Selten-Erd-Solvaten beobachtet werden [6]. Der zunächst etwa dreistufige Zersetzungsprozess lässt sich anhand der vorliegenden TGA/DTA-Daten leider nicht präzise auswerten. Dies könnte allerdings durch eine simultane massenspektrometrische Analyse der Abbauprodukte während der Messung erleichtert werden. Eine definitive Aussage lässt sich jedoch über das Endprodukt der thermischen Zersetzung treffen. In beiden Fällen entsteht das jeweilige kubische Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 (SE = Sm, Eu). Für die Samarium-Verbindung ergibt sich dabei ein gemessener Massenverlust von 67.56% (ber. 68.18%) und für die Europium-Verbindung von 66.04% (ber. 68.02%). Dieses Ergebnis konnte durch nachfolgende pulverdiffraktometrische Untersuchungen der Rückstände bestätigt werden (Abb. 17 sowie im Anhang A:1.7 und A:2.7).

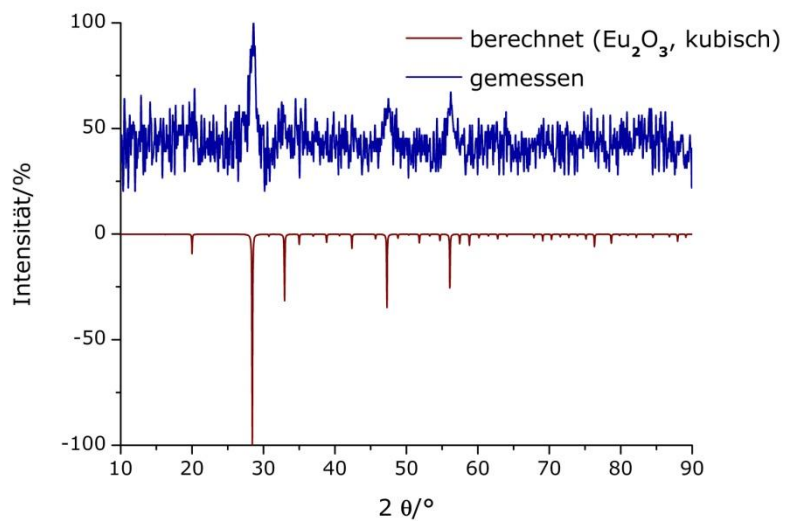


Abbildung 17: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes Eu_2O_3 von $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ [22]

1.2 Die 1,2-Dimethoxyethan-Solvate von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Nd, Sm, Eu)

Erste DME-Solvate von Selten-Erd-Nitraten wurden bereits von *Niemeyer et al.* (SE = Pr, Ho) und *Evans et al.* (SE = Nd) dargestellt und strukturell charakterisiert [21, 23, 24]. Im Zuge dieser Arbeit wurden nun weitere Vertreter dieser Verbindungsklasse dargestellt (La, Eu, Sm), wobei neben Einkristalluntersuchungen auch thermische Analysen durchgeführt wurden. Mit Hinblick auf eine mögliche Verwendung als Precursor (siehe Kapitel 1.3) wurde auch die Neodym-Verbindung in die Betrachtungen einbezogen.

1.2.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung

1 g der jeweiligen Selten-Erd-Oxide SE_2O_3 (SE = La, Sm, Eu) wurde in 15 ml konzentrierter Salpetersäure gelöst und anschließend bis zur Kristallisation der Hydrate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ (SE = La, Sm, Eu) eingeeengt. Die erhaltenen Selten-Erd-Nitrat-Hydrate wurden dann über Nacht im Trockenschrank getrocknet, in 15 ml Orthoameisensäuretrimethylester gelöst und das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der Rückstand wurde anschließend in 20 ml Dimethoxyethan gelöst und das Lösungsmittel nach einstündigem Rühren im Vakuum abdestilliert. Dieser Schritt wurde nochmals wiederholt, bevor das erhaltene DME-Solvat aus heißem Dimethoxyethan umkristallisiert wurde. Für $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Sm, Eu) konnten Einkristalle isoliert und röntgendiffraktometrisch charakterisiert werden.

Die erhaltenen DME-Solvate kristallisieren monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/n$ und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

Tabelle 6: Kristallographische Daten von $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ [24]
Molmasse	505.18 g·mol ⁻¹	510.51 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr. 14)	$P2_1/n$ (Nr. 14)
Gitterkonstanten	$a = 1049.22(9)$ pm $b = 1513.8(1)$ pm $c = 1136.91(9)$ pm $\beta = 92.423(4)^\circ$	$a = 1038.4(1)$ pm $b = 1506.7(1)$ pm $c = 1138.4(1)$ pm $\beta = 92.467(8)^\circ$
Zellvolumen	1804.1(3) Å ³	1779.6(3) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0210, 0.0586	0.0255, 0.0627

Fortsetzung von Tabelle 6: Kristallographische Daten von $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$
Molmasse	516.62 g·mol ⁻¹	518.23 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr. 14)	$P2_1/n$ (Nr. 14)
Gitterkonstanten	$a = 1032.5(1)$ pm $b = 1502.0(1)$ pm $c = 1134.6(1)$ pm $\beta = 92.53(1)^\circ$	$a = 1033.1(1)$ pm $b = 1504.3(2)$ pm $c = 1136.4(2)$ pm $\beta = 92.612(3)^\circ$
Zellvolumen	1757.9(3) Å ³	1764.4(4) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0275, 0.0467	0.0310, 0.0452

Bei den DME-Solvaten handelt es sich um Molekülverbindungen, in denen die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 18).

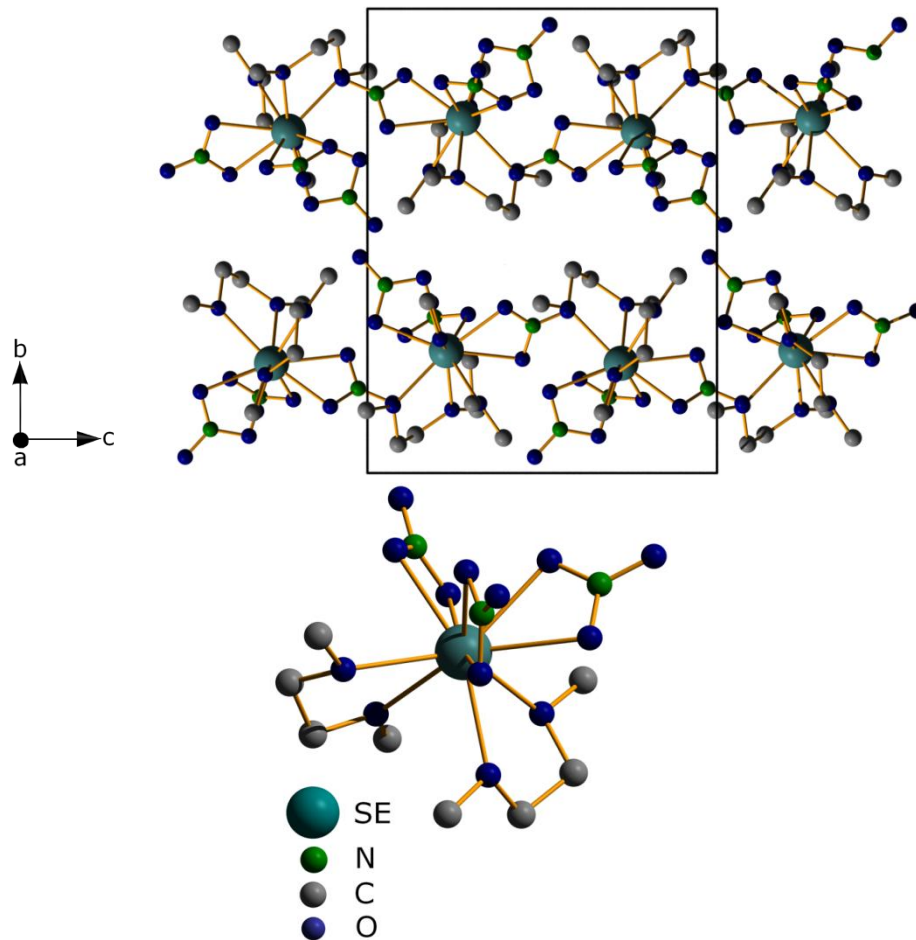


Abbildung 18: Projektion der Kristallstruktur von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Sm, Eu) auf (011) (oben); Molekülstruktur von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Sm, Eu) (unten)

Das SE^{3+} -Kation wird dabei von drei chelatisierend angreifenden Nitrat-Anionen und zwei zweifach angreifenden DME-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine zehnfache Koordination durch die Sauerstoffatome der Liganden. Reduziert man die Nitrat-Liganden auf ihre zentralen Stickstoffatome, so ergibt sich eine verzerrte pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder (Abb. 19).

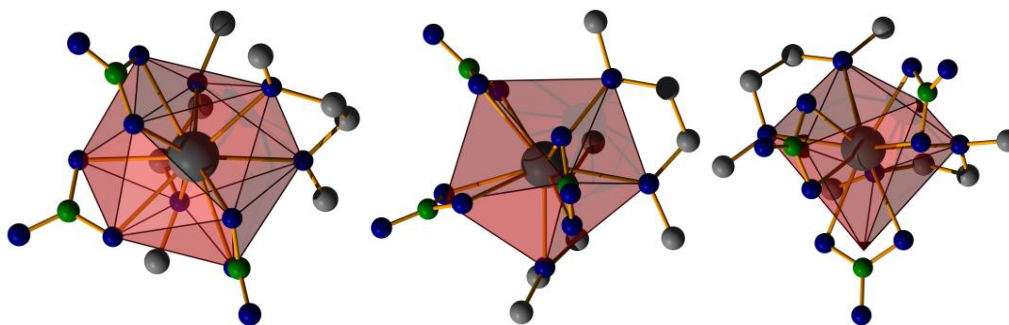


Abbildung 19: Koordination der SE^{3+} -Kationen in $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = La, Sm, Eu)

Die Bindungslängen zwischen den Sauerstoffatomen und dem SE^{3+} -Kation liegen dabei mit 246-263 pm im literaturbekannten Bereich. Bei allen Verbindungen ist ein DME-Molekül gleichmäßig mit 259 pm ($\text{SE} = \text{La}$) und 250 pm ($\text{SE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) an das SE^{3+} -Kation gebunden, während bei dem anderen eine Differenz von 8 pm in den Bindungslängen auftritt (Abb. 20). Auch die Nitrat-Anionen binden nicht gleichmäßig an das SE^{3+} -Kation. Die Differenz steigt dabei von der Lathan-Verbindung mit 5-6 pm zu der Europium-Verbindung mit 8-10 pm. Ausführliche Tabellen und weitere Bilder zu $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Sm}, \text{Eu}$) befinden sich im Anhang B:1.1-1.5, B:3.1-3.5 und B:4.1-4.5.

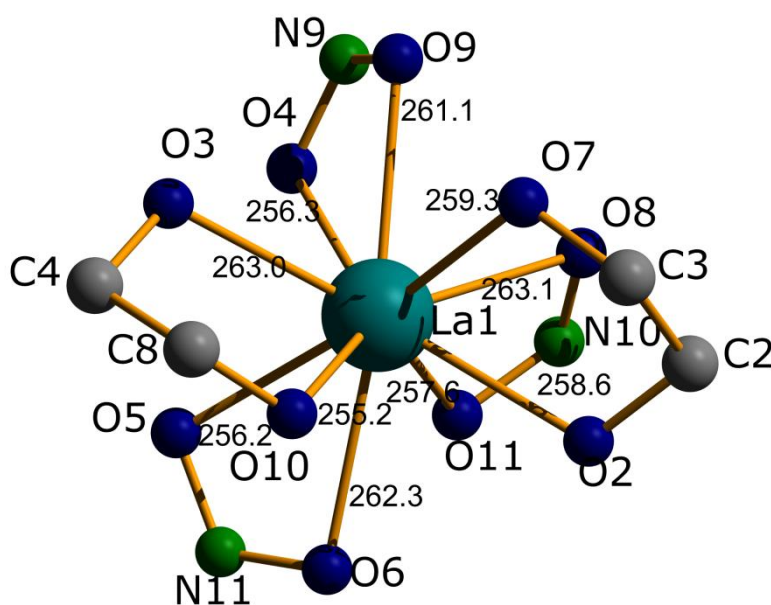


Abbildung 20: La-O Bindungslängen (in pm) für die Verbindung $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

1.2.2 Thermischer Abbau

Für die thermische Analyse wurden in der Stickstoff-Handschuhbox jeweils etwa 5 - 10 mg der Verbindungen in einen Korundtiegel ohne Deckel eingewogen und dann bei einem Temperaturprogramm von 25-700 °C mit einer Heizrate von 5 °C/min und einem Stickstoffstrom von 60 ml/min gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 21 und den Tabellen 7 und 8 sowie im Anhang B:1.6, B:2.6, B:3.6 und B:4.6 zusammengefasst.

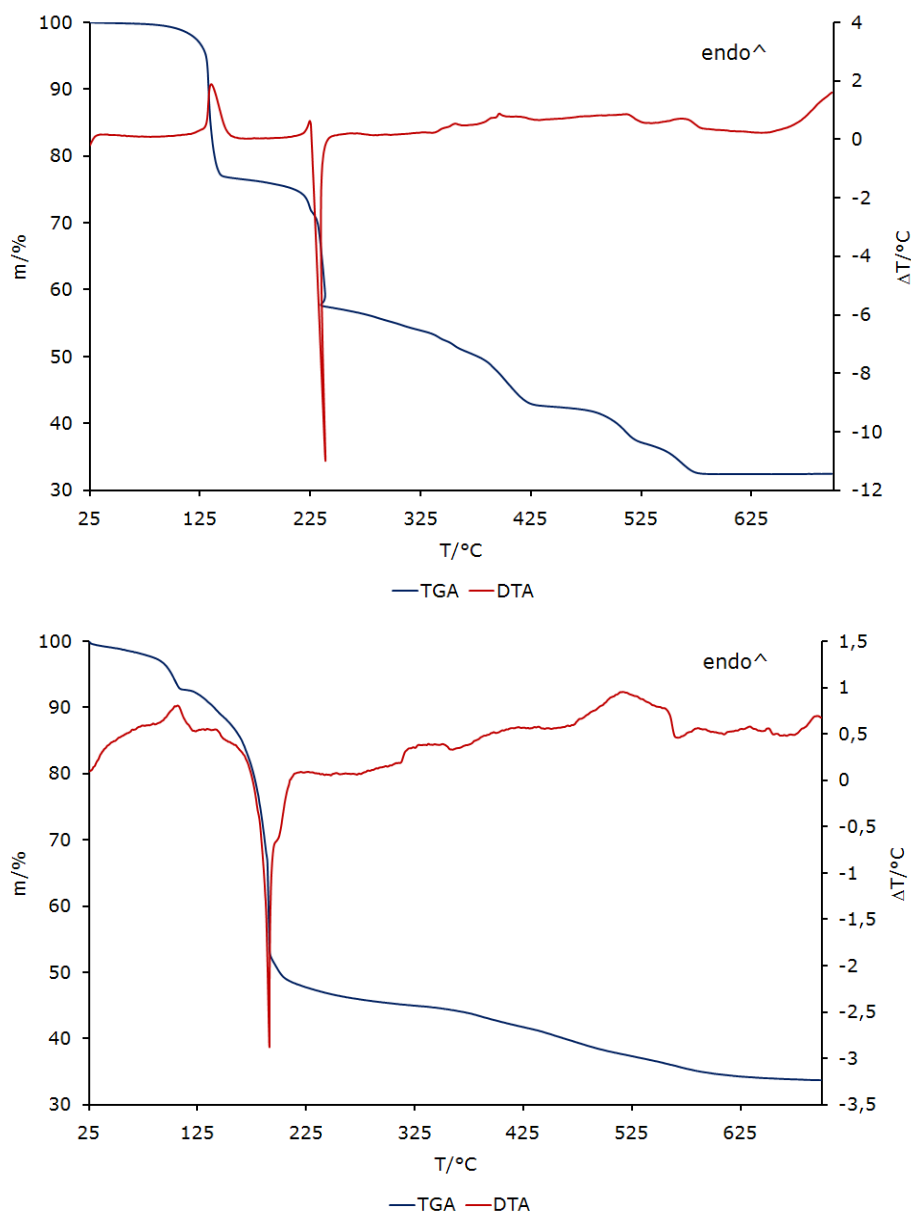


Abbildung 21: DTA/TG-Diagramme von $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (oben) und $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (unten)

Tabelle 7: Massenverluste bei der Zersetzung von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

SE	Zersetzung zu			
	SE_2O_3		SEONO_3	
	gemessen [%]	berechnet [%]	gemessen [%]	berechnet [%]
La	67.60	67.75	57.45	58.05
Nd	65.56	66.47	-	56.47
Sm	66.34	66.21	55.80	53.49
Eu	70.70	66.07	-	55.62

Tabelle 8: Zersetzungstemperaturen von $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

SE	1. Stufe [°C]		2. Stufe [°C]		Ende [°C]
	endotherm		exotherm		
	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	
La	120	135	220	225	580
Nd	120	150	190	205	670
Sm	90	110	160	190	670
Eu	80	115	160	195	650

Wie schon bei den Ester-Solvaten beginnt der thermische Abbau mit einer endothermen Stufe, gefolgt von einer stark exothermen Stufe. Diese wird auch diesmal vermutlich durch eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Nitrat-Anionen und den organischen Solvat-Molekülen verursacht. Nur auf Basis der TGA/DTA-Daten können auch bei diesen Verbindungen die einzelnen Zersetzungsreaktionen nicht genauer angegeben werden. Wahrscheinlich ist jedoch die Bildung eines Selten-Erd-Oxidnitrats als Zwischenstufe bei der Lanthan- und der Samarium-Verbindung. Bei der Europium-Verbindung kann die Abweichung im Gesamtmassenverlust mit noch anhaftenden Lösungsmittelresten erklärt werden. Als Rückstand blieben die jeweiligen Selten-Erd-Oxide zurück, die auch pulverdiffraktometrisch nachgewiesen werden konnten, wobei das hygroskopische La_2O_3 bereits zum $\text{La}(\text{OH})_3$ hydrolysiert war (Abb. 22 und 23 sowie im

Anhang B:1.7, B:2.7, B:3.7, B:4.7). Bis auf wenige Ausnahmen konnten alle Reflexe zugeordnet werden.

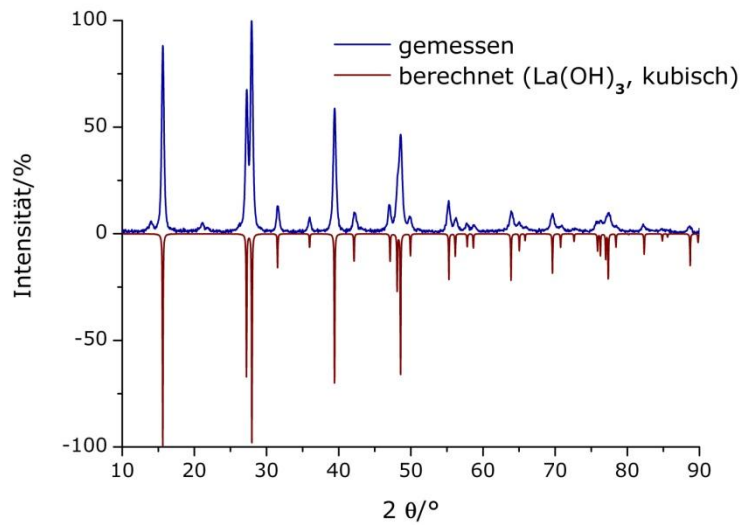


Abbildung 22: Pulverdiffraktogramm des hydrolysierten Zersetzungsrückstandes La(OH)_3 (hexagonal) von $\text{La(NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ [25]

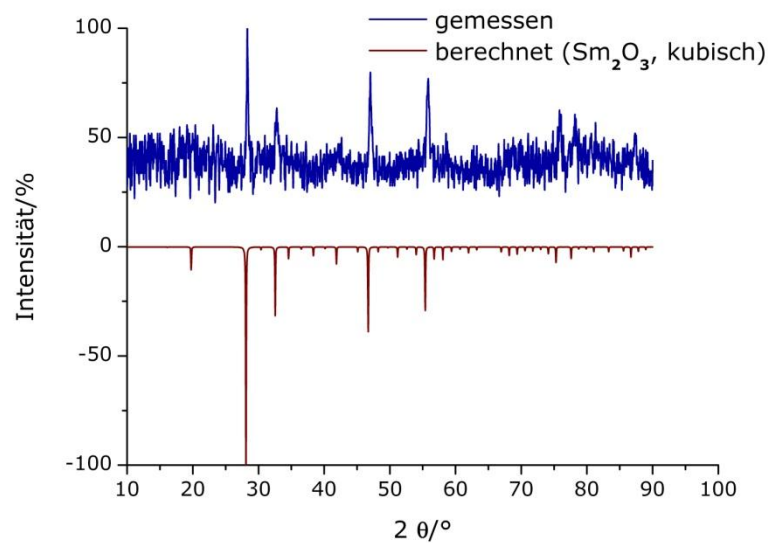


Abbildung 1: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes Sm_2O_3 (kubisch) von $\text{Sm(NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ [26]

1.3 Verwendung als Precursor

1.3.1 Motivation und Anforderungen

In jüngerer Zeit haben Verbindungen mit thermolabilen komplexen Anionen verstärkt Einsatz als Precursor-Materialien zur Darstellung von Selten-Erd-Oxiden, z.B. in Form von katalytisch wirksamen Nanopartikeln oder elektronisch nutzbaren Schichten gefunden [5]. Sie gewinnen dabei zunehmend an Bedeutung zum Ersatz von SiO_2 als Gate-Oxid in Feldeffekttransistoren (Abb. 24). Sie ermöglichen aufgrund ihrer hohen κ -Werte (Dielektrizitätskonstanten), hoher thermodynamischer Stabilität und guter Gitterübereinstimmung mit dem Si-Substrat eine weitere Miniaturisierung bei gleichzeitiger Leistungssteigerung, weil Leckströme und Abwärmeraten reduziert sowie Schaltfehler vermieden werden können.

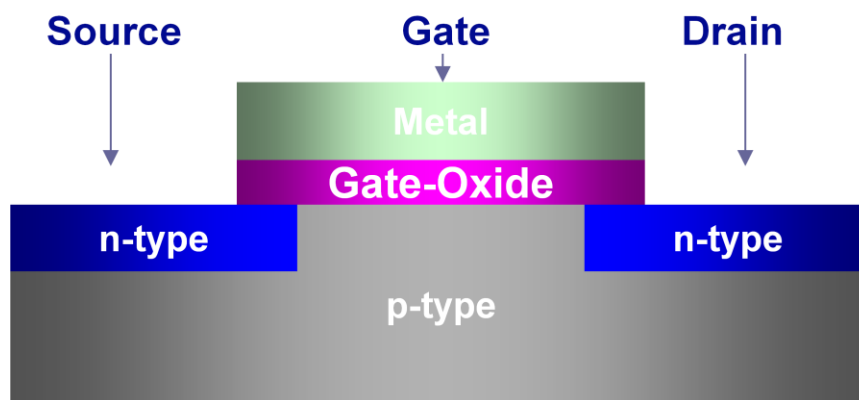


Abbildung 2: Schematischer Aufbau eines MOSFET (Metal-Oxide-Semiconductor-Field-Effect-Transistor)[27]

In der Regel enthalten die zur Zeit üblichen Precursor aufwendige und syntheseintensive organische Liganden, diese Precursor werden vor allem in den konventionellen Methoden ALD (Atomic Layer Deposition) und PVP/CVP (Physical/Chemical Vapor Deposition) verwendet. Dies führt fast unvermeidlich zu Zwischenschichten und einer Kontamination der erzeugten Oxide mit Kohlenstoff bzw. Carbiden, die nur schwer zu unterdrücken bzw. zu entfernen sind. Damit einhergehend resultiert ein Leistungsverlust der Bauteile.

In Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von *Prof. Dr. Al-Shamery* (Universität Oldenburg) wurde ein neuer Ansatz entwickelt, bei dem rein anorganische Designer-Precursor in organischen Lösungsmitteln außerhalb des UHV abgeschieden werden. Im Rahmen dieser Arbeiten wurden verschiedene Precursorsysteme auf einer Silicium-Oberfläche untersucht. Besonders geeignete Precursorkandidaten sind in der Regel

Nitrate, die sich bei milden Bedingungen unter Abgabe von N_2 und/oder Stickoxiden, die leicht entfernt werden können, zersetzen. Die Nitrate der Selten-Erd-Elemente sind in wasserfreier Form unbekannt. Die Hydrate dagegen sind recht gut untersucht [28], während Solvensaddukte vereinzelt strukturell, z.B. mit den Lösungsmitteln Tetrahydrofuran, 1,2-Dimethoxyethan und 2-Azacyclononanon, jedoch bisher nicht systematisch untersucht worden sind [21, 23, 24, 29].

In den Versuchen kamen die Hydrate $SE(NO_3)_3(H_2O)_6$ ($SE = La, Nd$) und DME-Solvate $SE(NO_3)_3(O_2C_4H_{10})_2$ ($SE = La, Nd$) zum Einsatz, welche in unterschiedlichen Lösungsmitteln, wie Butanol oder Isopropanol gelöst wurden. Auch die verwendeten Lösungsmittel müssen im UHV verwendbar sein und sollten ohne Rückstände verdampfen. Als Modellsystem wurde dabei intensiv $La(NO_3)_3(H_2O)_6$ in verschiedenen organischen Lösungsmitteln untersucht. Lanthan bietet sich vor allem aus wirtschaftlichen Gründen und als typischer Vertreter der Selten-Erd-Elemente an, da sich erhaltene Ergebnisse einfach auf andere Selten-Erd-Elemente übertragen lassen.

1.3.2 Aufbringungsprozess und Abscheidung

Mittels eines Dip-Verfahrens werden die Precursor an Luft auf die gereinigten Silicium-Oberflächen aus organischen Lösungen aufgebracht. Anschließend wird der Wafer in eine UHV-Kammer eingebracht, in der der Precursor thermisch zum Selten-Erd-Oxid zersetzt wird.

Die Reinigung der Oberfläche erfolgt dabei durch Entfernung der nativ gebildeten SiO_2 -Schicht mittels nasschemischen Ätzens der Si(111)-Substrate in Flusssäure und Ammoniumfluorid-Lösungen. Durch das Tauchverfahren wird eine passivierte, nahezu defektfreie, ebene H-terminierte Oberfläche mit hydrophoben Eigenschaften erzeugt (Abb. 25). Dieser Prozess wird in der Diplomarbeit von *Maraike Ahlf* ausführlich erläutert [30]

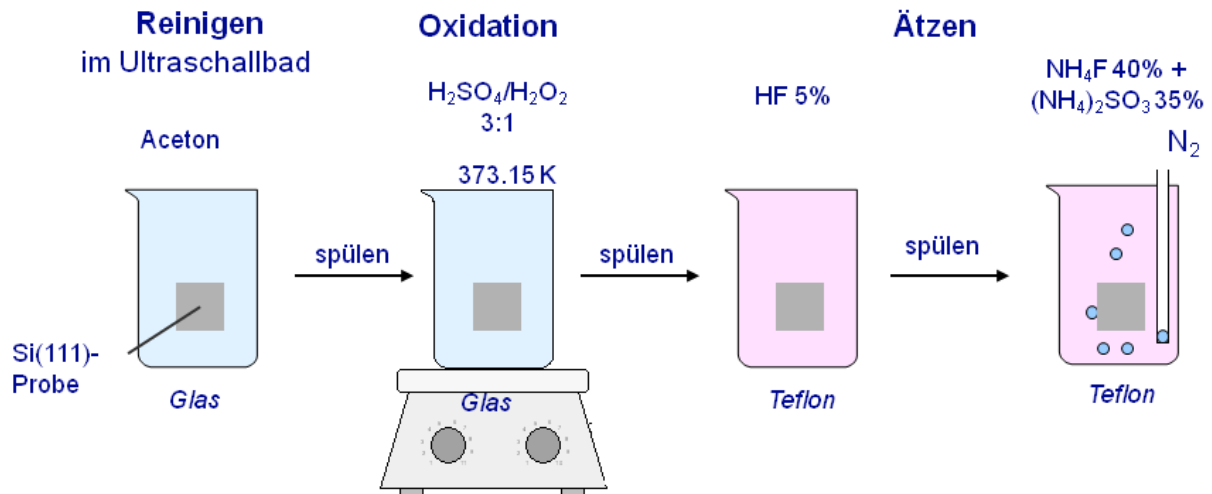


Abbildung 25: Formierung einer H-terminierten Si-Oberfläche [27]

Anschließend wird der Precursor durch definiertes Tauchen der Probe in die Precursorlösung mittels des Dip-Verfahrens auf das Substrat aufgebracht. Es wurden Versuche mit Drop-Cast und Spray-Methoden durchgeführt, allerdings zeigte die Dip-Methode die besten Benetzungseigenschaften und ist am vorteilhaftesten bei einer Übertragung auf ein automatisiertes Verfahren. Von *Marvin Zöllner* konnte gezeigt werden, dass der Einfluss des Lösungsmittels auf das Benetzungsverhaltens größer ist, als der des Aufbringungsverfahrens [31]. Um Konzentrationseffekte beurteilen zu können, wurde in einem Konzentrationsbereich von 0.001-0.1 M gearbeitet. Die Benetzung der Oberfläche ist dabei in Abbildung 26 zu sehen.

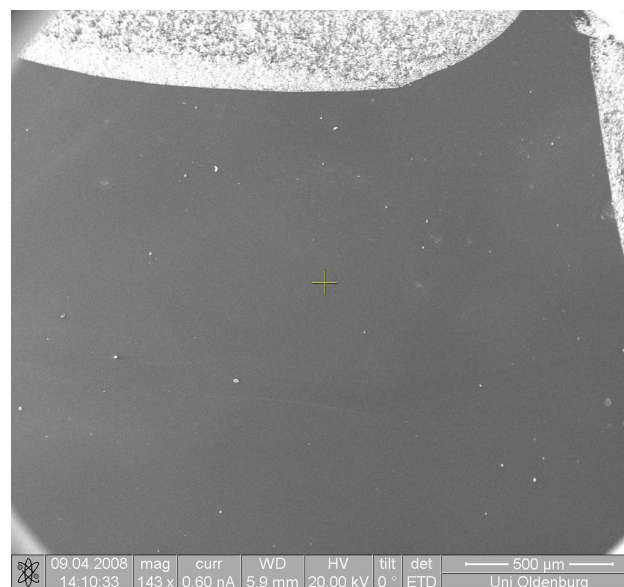


Abbildung 26: REM-Aufnahme der benetzten Oberfläche von 0.01M $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ in Isopropanol [27]

Der thermische Abbau der Hydrate wurde bereits ausführlich in vorangegangenen Arbeiten diskutiert [6, 32, 33]. Es handelt sich dabei um einen mehrstufigen endothermen Prozess, bei dem erst die enthaltenen Wassermoleküle abgespalten werden, und sich anschließend über das Seltene-Erd-Oxid-Nitrat das Seltene-Erd-Oxid als Produkt der thermischen Zersetzung bildet (Abb. 27).

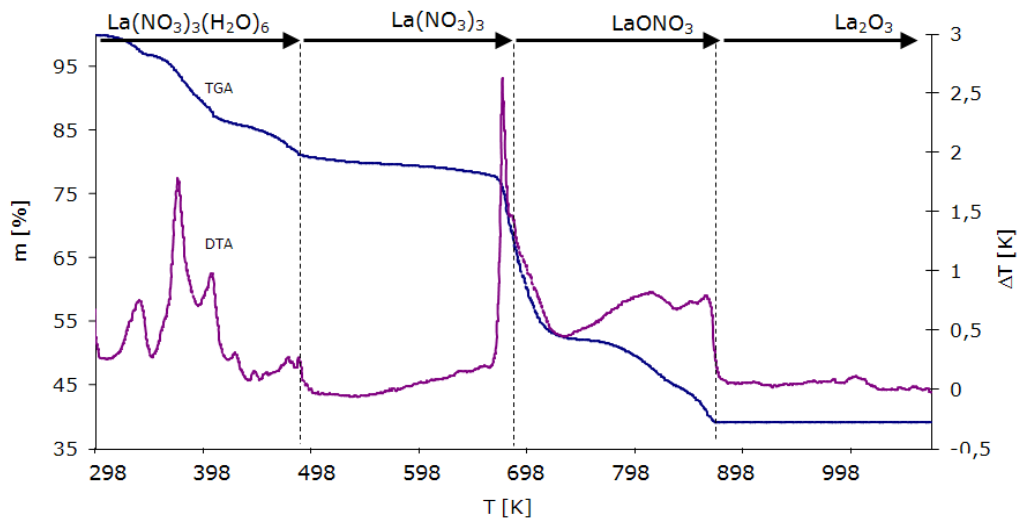


Abbildung 27: Thermische Analyse von $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_6$ [6], endotherme Signale sind nach oben aufgetragen.

Die Untersuchung der aufgebrachten Precursorverbindung wurde im UHV anhand von XPS-Messungen vor und nach dem Heizen durchgeführt (Abb. 28).

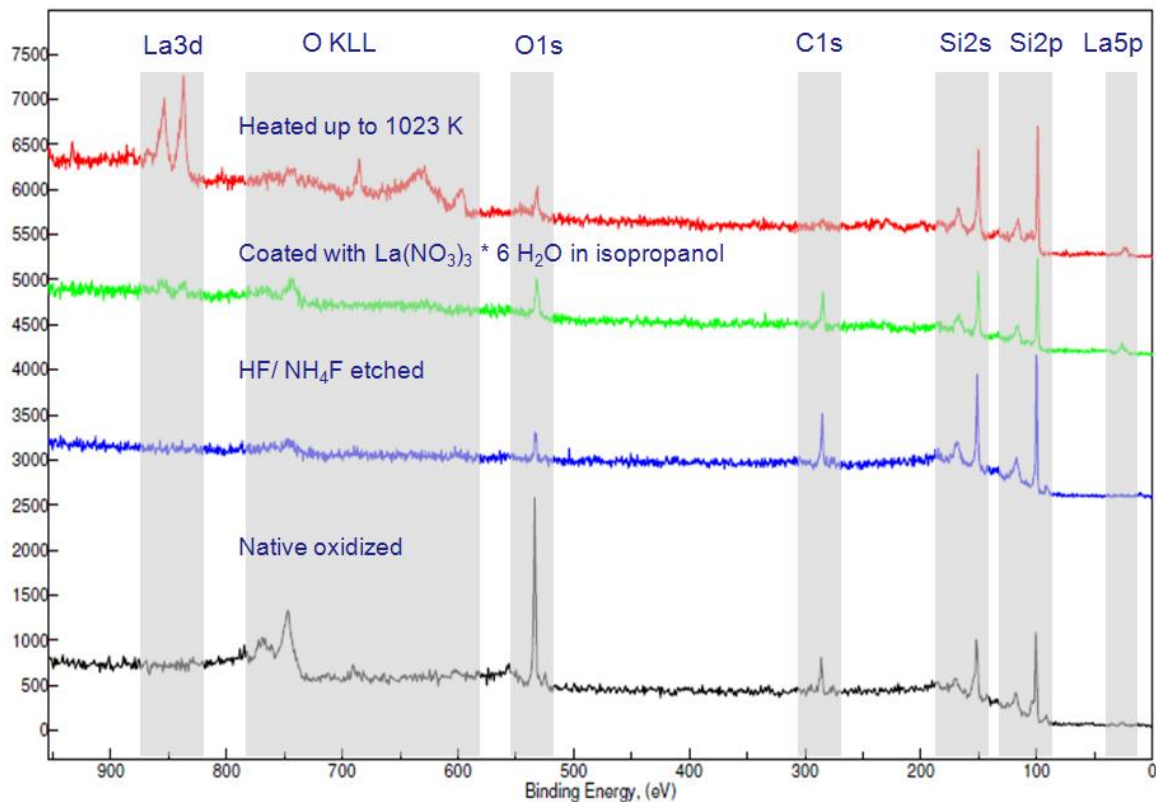


Abbildung28: XPS-Spektrum der Silicium-Oberfläche in den einzelnen Bearbeitungsschritten [27].

Die Spektren zeigen, dass sich nach der thermischen Zersetzung kohlenstofffreies La_2O_3 gebildet hat. Eine detaillierte Diskussion der Spektren wird von *Maraïke Ahlf* in ihren Arbeiten durchgeführt [27].

1.3.4 Resultate und Ausblick

Es konnte also gezeigt werden, dass durch die Verwendung einer in organischen Lösungsmitteln gelösten Selten-Erd-Nitrat-Verbindung oxidische Dünnschichten auf einer Silicium-Oberfläche mittels einer thermischen Zersetzung erhalten werden konnte. Die Dicke der aufgetragenen Schicht konnte mittels winkelaufgelöster XPS-Messungen an TEM-Bildern von Querschnittslamellen auf < 10 nm bestimmt werden (Abb. 29). Die Dicke der Schicht wird durch die Konzentration der Precursorlösung gesteuert.

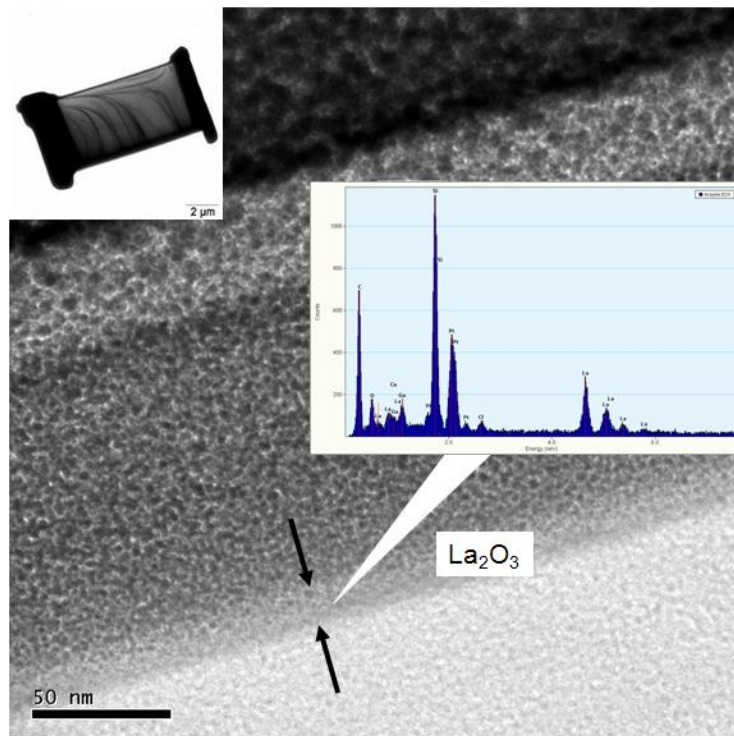


Abbildung 29: TEM-Bild der Querschnittslamelle, Analyse mittels EDX-Spektren [27]

Das Verhalten der Kristallisationsprozesse der Precursor-Lösung auf der Silicium-Oberfläche wurde von Marvin Zöllner anhand verschieden konzentrierter Neodym-Nitrat-Precursor-Lösungen untersucht [31].

Maraïke Ahlf analysiert im Rahmen ihrer Dissertation die Abscheidungsprozesse der Oxidschicht auf der Oberfläche und führt mittels XPS und anderer oberflächensensitiver UHV-Methoden detaillierte Analysen bezüglich der Zusammensetzung der Filme auf der Oberfläche, deren Struktur und des Kristallisationsprozesses durch. Desweiteren ergänzt sie die Untersuchungen über die Konzentrationsabhängigkeit anhand von Lanthan-Nitrat-Verbindungen [27]. Außerdem sollen noch Single-Source-Precursor zur Abscheidung von SmScO_3 und DyScO_3 auf der Silicium-Oberfläche dargestellt und charakterisiert werden und alle abgeschiedenen Oxid-Schichten elektronisch charakterisiert werden.

2. Solvate der Selten-Erd-Perchlorate

2.1 Die Orthoameisensäuretrimethylester-Solvate $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ und $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

In einer vorrangegangenen Arbeit wurden bereits Selten-Erd-Perchlorat-Solvate mit THF als Lösungsmittel beschrieben [6]. Auch bei dieser Synthese wurde Orthoameisensäuretrimethylester als Trocknungsmittel zur Dehydratisierung des Perchlorat-Hydrates verwendet. Nun konnte im Rahmen dieser Arbeit erstmals auch das Ester- (SE = Sm) bzw. Ester-Methanol-Intermediat (SE = Eu) dieser Synthese röntgendiffraktometrisch und thermoanalytisch charakterisiert werden.

2.1.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung

1 g der jeweiligen Selten-Erd-Oxide SE_2O_3 (SE = Sm, Eu) wurde in 15 ml Perchlorsäure (70%) gelöst und anschließend bis zur Kristallisation der Hydrate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_x$ (SE = Sm, Eu, $x = 7-9$) eingeengt. Die erhaltenen Selten-Erd-Perchlorat-Hydrate wurden dann über Nacht im Trockenschrank getrocknet, in 15 ml Orthoameisensäuretrimethylester gelöst und das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Bei der Europium-Verbindung konnten nach diesem Schritt Einkristalle für eine röntgendiffraktometrische Charakterisierung isoliert werden. Für die Samarium-Verbindung konnten die Einkristalle erst durch ein Umkristallisieren aus Orthoameisensäuretrimethylester erhalten werden. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/n$ (Nr. 14) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 9 angegeben.

Tabelle 9: Kristallographische Daten von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$
Molmasse	$767.06 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr. 14)
Gitterkonstanten	$a = 1002.69(3) \text{ pm}$ $b = 1584.17(4) \text{ pm}$ $c = 1714.54(5) \text{ pm}$ $\beta = 91.060(1)^\circ$
Zellvolumen	$2722.97(1) \text{ \AA}^3$
Zahl der Formeleinheiten	4
$R1, wR2 [I > 2\sigma(I)]$	0.0321, 0.0936

Es handelt sich hierbei um eine Molekülverbindung, in der die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 30).

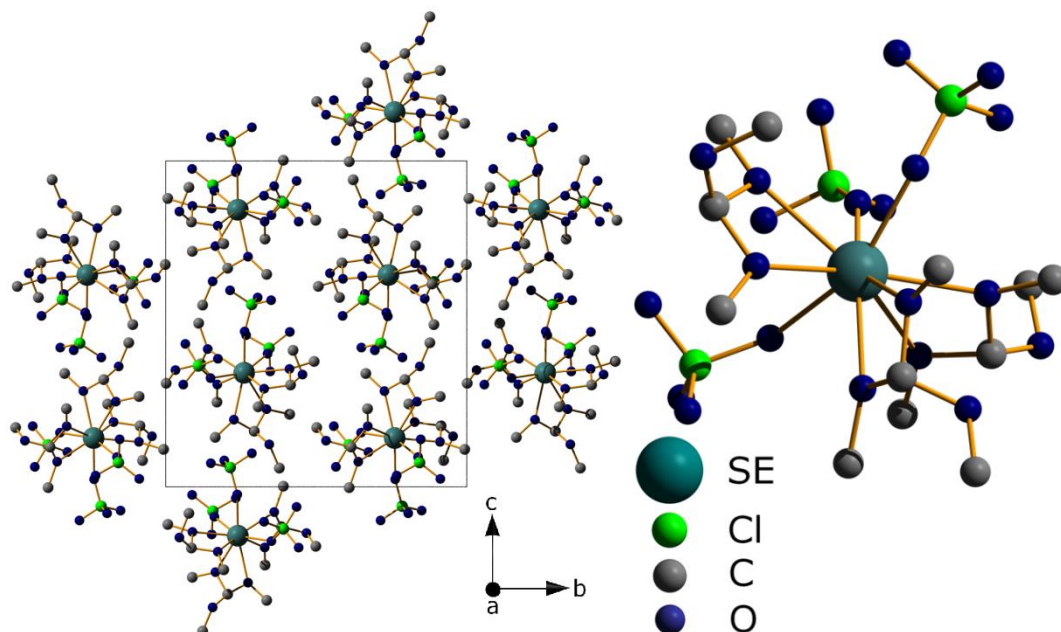


Abbildung 30: Projektion der Kristallstruktur von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ auf (011) (links); Molekülstruktur von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ (rechts)

Das SE^{3+} -Kation wird dabei von drei einfach angreifenden Perchlorat-Anionen und drei chelatisierend angreifenden Ester-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine neunfache Koordination mit den Sauerstoffatomen der Liganden. Reduziert man die Ester-Moleküle auf einen einfach angreifenden Liganden, so ergibt sich ein verzerrter Oktaeder als Koordinationspolyeder (Abb. 31).

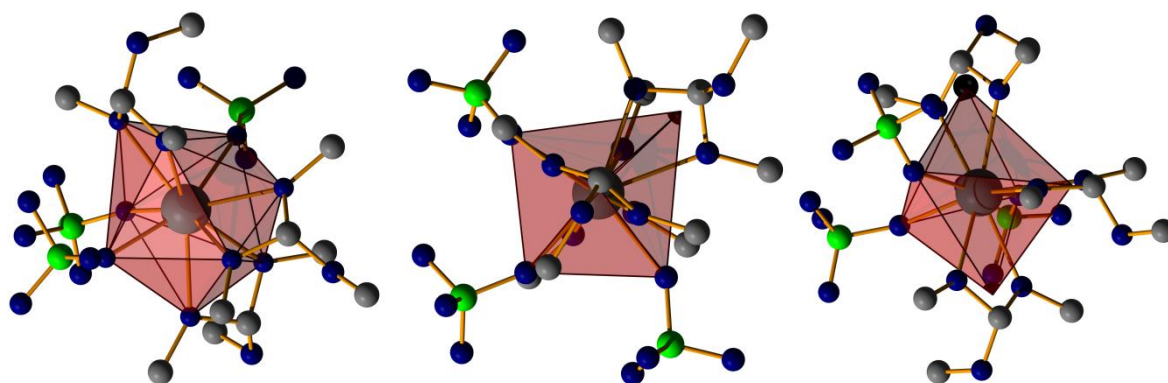


Abbildung 31: Koordination der SE^{3+} -Kationen in der Verbindung $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$

Die Bindungsabstände zwischen dem SE^{3+} -Kation und den Sauerstoffatomen der Liganden befinden sich mit 233-253 pm im literaturbekannten Bereich. Die Perchlorat-Anionen besitzen dabei eine Bindungslänge von 233-236 pm. Einer der Ester-Liganden bindet, wie bei den Nitrat-Verbindungen, gleichmäßig mit 252 pm an das SE^{3+} -Kation, die beiden anderen hingegen besitzen eine Bindungsdifferenz von 5 und 7 pm (Abb. 32). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ befinden sich im Anhang C:1.1-1.5.

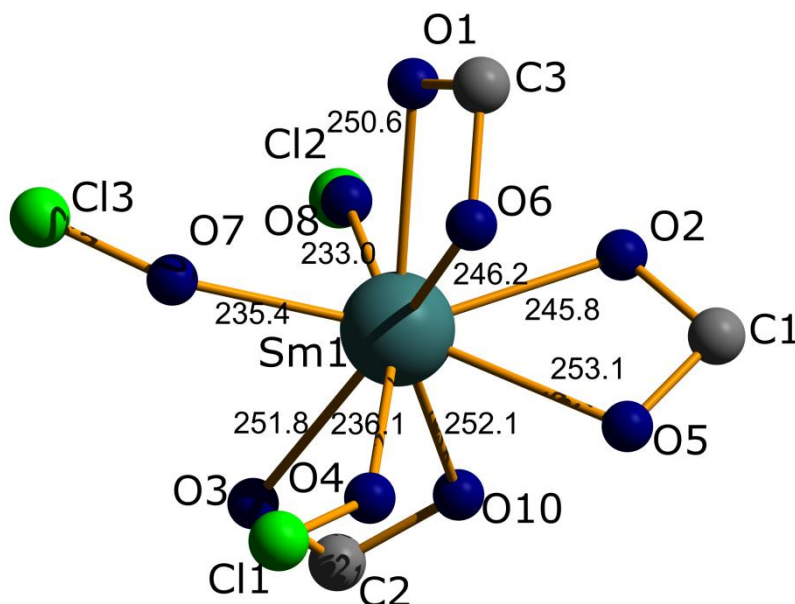


Abbildung 32: Sm-O Bindungslängen (in pm) der Verbindung $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$

$\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ kristallisiert orthorhombisch mit der Raumgruppe *Pbca* (Nr. 61) und acht Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 10 angegeben.

Tabelle 10: Kristallographische Daten von $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

Verbindung	$\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$
Molmasse	726.63 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	<i>Pbca</i> (Nr. 61)
Gitterkonstanten	$a = 1666.98(6)$ pm $b = 1466.24(6)$ pm $c = 2061.11(9)$ pm
Zellvolumen	5037.8(4) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	8
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0570, 0.0739

Es handelt sich hierbei um eine Molekülverbindung, in der die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 33).

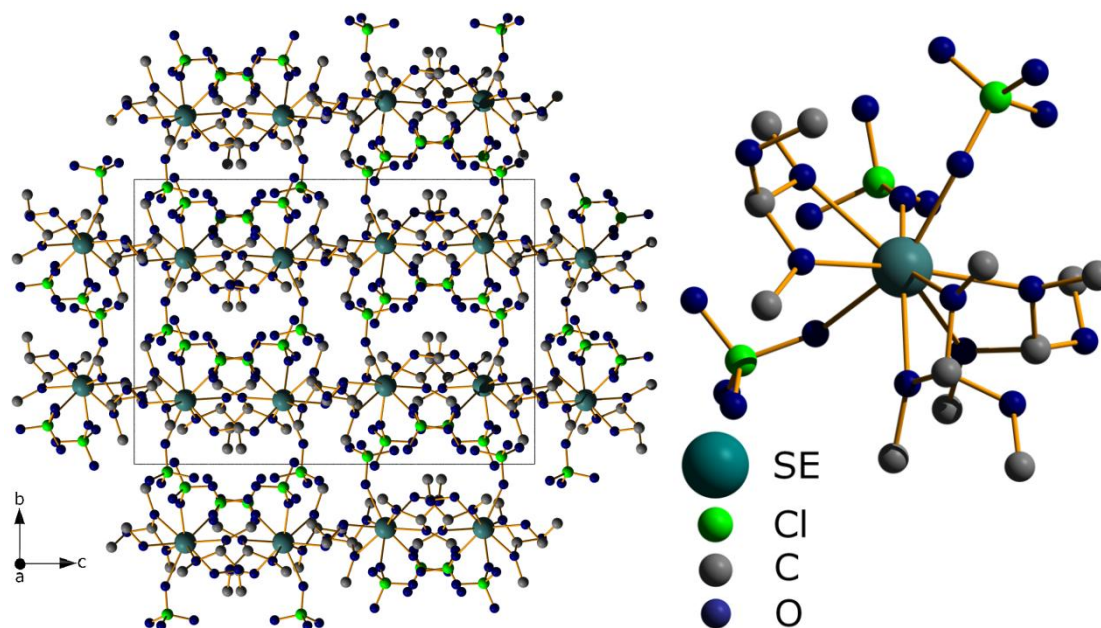


Abbildung 33: Projektion der Kristallstruktur von $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ auf (011) (links), Molekülstruktur von $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ (rechts)

Das SE^{3+} -Kation wird dabei von drei einfach angreifenden Perchlorat-Anionen, zwei chelatisierend angreifenden Ester-Molekülen und zwei Methanol-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine neunfache Koordination mit den Sauerstoffatomen der Liganden, welche ein dreifach überkapptes, verzerrt trigonales Prisma bilden. Reduziert man die Ester-Moleküle auf einen einfach angreifenden Liganden, so ergibt sich eine verzerrte pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder (Abb. 34). Einkristalle für diese Verbindung wurden direkt nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels im Vakuum erhalten. Bei der Samarium-Verbindung musste noch aus Orthoameisensäure-trimethylester umkristallisiert werden, wobei dabei aufgrund des Überschusses an Ester-Ligand das reine Ester-Solvat kristallisiert ist.

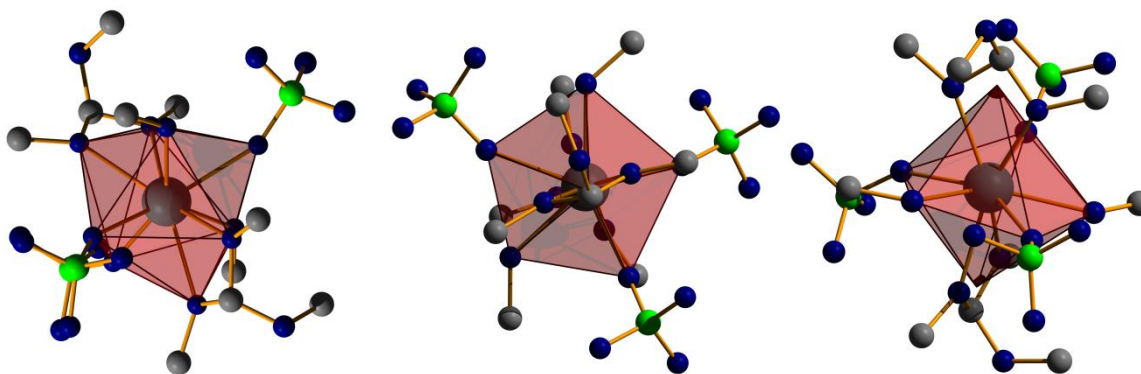


Abbildung 34: Koordination des SE^{3+} -Kations in $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

Die Bindungsabstände zwischen dem SE^{3+} -Kation und den Sauerstoffatomen der Liganden befinden sich mit 235-251 pm im literaturbekannten Bereich. Die Methanol-Liganden haben einen Bindungsabstand von 242 pm. Während ein Ester-Ligand wieder gleichmäßig mit 245-247 pm an das SE^{3+} -Kation bindet, zeigt sich bei dem anderen eine Bindungsdifferenz von 6 pm. Zwei der Perchlorat-Anionen haben eine Bindungslänge von 235 und 237 pm, während das dritte etwas schwächer mit 247 pm gebunden ist (Abb. 35). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von der Verbindung $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ befinden sich im Anhang C:2.1-2.5.

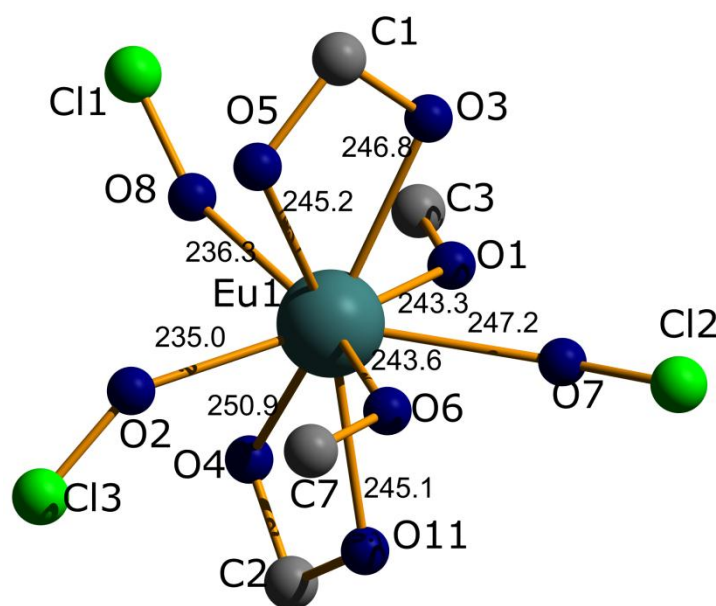


Abbildung 35: Eu-O Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

2.1.2 Thermischer Abbau

Für die thermische Analyse wurden in der Stickstoff-Handschuhbox jeweils etwa 10-15 mg der Verbindungen in einen Korundtiegel ohne Deckel eingewogen und dann bei einem Temperaturprogramm von 25-450 °C mit einer Heizrate von 5 °C/min und einem Stickstoffstrom von 60 ml/min gemessen. Die gemessenen Daten werden in Abbildung 36, Tabelle 11 und 12 sowie im Anhang C:1.6 und C:2.6 dargestellt.

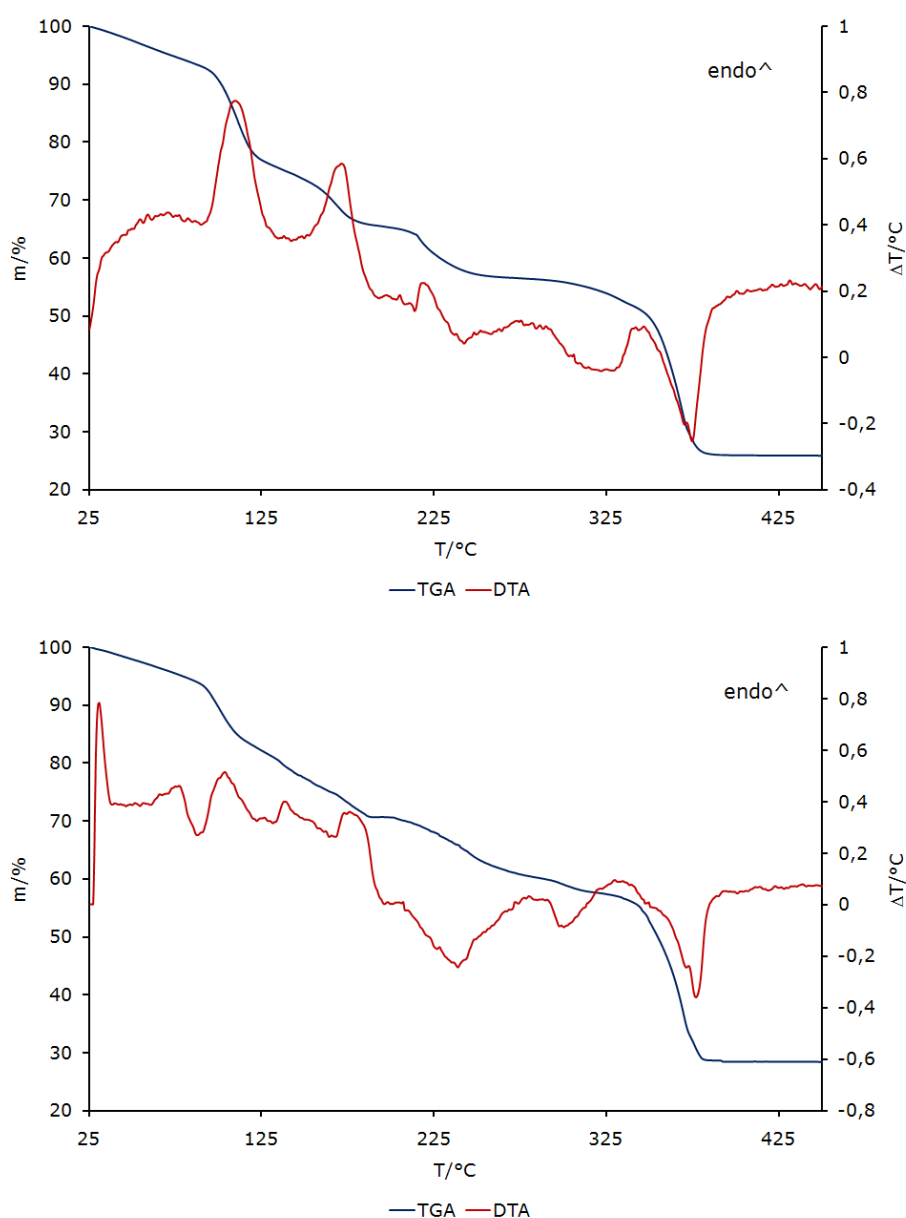


Abbildung 36: DTA/TG-Diagramme von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ (oben) und $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ (unten)

Tabelle 11: Zersetzungstemperaturen von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ und $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ Solvates

SE	1. Stufe [°C]		2. Stufe [°C]		3. Stufe [°C]		4. Stufe [°C]		Ende [°C]
	endotherm				exotherm				
	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	T _{onset}	T _{max}	
Sm	90	115	150	170	205	220	340	370	390
Eu	85	100	150	165	205	240	345	370	390

Tabelle 12: Massenverluste bei der Zersetzung von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ und $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

SE	Zersetzung zu			
	$\text{SE}(\text{ClO}_4)_3$		SEOCI	
	gemessen [%]	berechnet [%]	gemessen [%]	berechnet [%]
Sm	40.65	41.50	74.38	73.69
Eu	39.20	38.03	71.76	72.00

Beide Zersetzungsprozesse werden durch drei endotherme Zersetzungsstufen und eine folgende exotherme Stufe bei 370 °C geprägt. Dabei sind die Stufen bei $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ deutlicher ausgeprägter als bei $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$. Ein Vergleich der TGA-/DTA-Kurven zeigt einen allgemein sehr ähnlichen Verlauf - besonders in Bezug auf die letzte zweiteilige Stufe. Es lässt sich daher vermuten, dass auch die Zersetzungsreaktionen ähnlich ablaufen. Im Gegensatz zu den Nitrat-Ester-Solvaten liegt kein stark exothermer Zersetzungsschritt vor, so dass sich eine erwartete intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Perchlorat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen ausschließen lässt. Die theoretischen Massenverluste legen stattdessen nahe, dass erst in mehreren Zersetzungsschritten die Lösungsmittelmoleküle abgespalten werden, bis das solvensfreie Selten-Erd-Perchlorat vorliegt. Dieses zersetzt sich dann ab 190 °C (Sm) bzw. 270 °C (Eu) zum erwarteten Oxid-Chlorid, welches durch nachfolgende pulverdiffraktometrische Untersuchungen der Rückstände nachgewiesen werden konnte (Abb. 37 und 38 sowie im Anhang C:1.7, C:2.7) [34]. Die Analysen

stimmen mit dem bereits bekanntem Verhalten der Selten-Erd.Perchlorat-Hydrate überein [1].

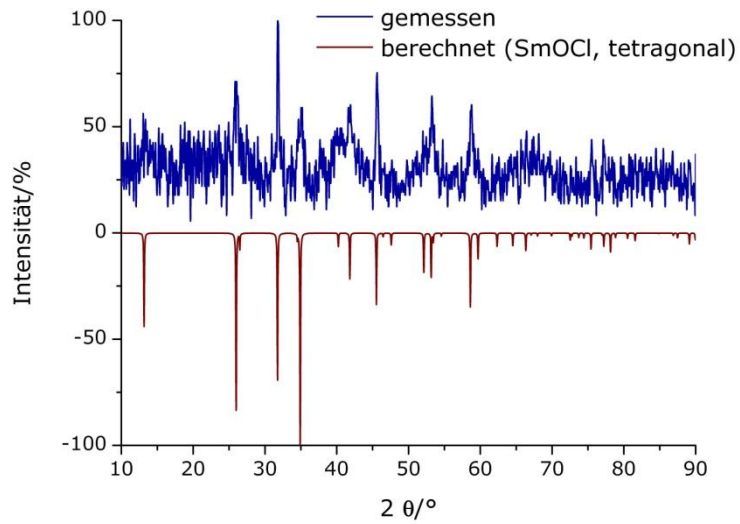


Abbildung 37: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes SmOCl (tetragonal) von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ [35]

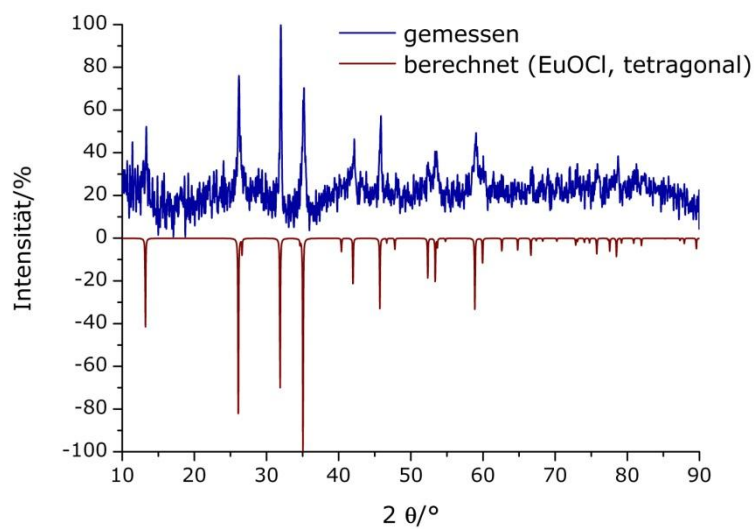


Abbildung 38: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes EuOCl (tetragonal) von $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ [36]

2.2 Die 1,2-Dimethoxyethan-Solvate von $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$,
(SE = La, Eu), $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) und
 $\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu)

Nach der Synthese und Charakterisierung der Nitrat-DME-Solvate wurden im Rahmen dieser Arbeit auch die SE-Perchlorat-DME-Solvate (SE = La, Pr, Nd, Eu, Er, Lu) dargestellt und untersucht. Es ergeben sich den Ionenradien entsprechend drei verschiedene Strukturtypen: $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ (SE = La, Eu), $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) und $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu).

2.2.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung

1 g der jeweiligen Selten-Erd-Oxide wurde in 15 ml Perchlorsäure (70%) gelöst und anschließend bis zur Kristallisation der Hydrate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_x$ (SE = La, Pr, Nd, Sm, Eu, Er, Lu) eingeeengt. Die erhaltenen Selten-Erd-Perchlorat-Hydrate wurden dann über Nacht im Trockenschrank getrocknet, in 15 ml Orthoameisensäuretrimethylester gelöst und das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der Rückstand wurde anschließend in 20 ml Dimethoxyethan gelöst und das Lösungsmittel nach einstündigem Rühren im Vakuum abdestilliert. Dieser Schritt wurde nochmals wiederholt, bevor das erhaltene DME-Solvat aus heißem Dimethoxyethan umkristallisiert wurde.

Für $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ (SE = La, Eu), $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) und $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu) konnten Einkristalle isoliert und am Einkristalldiffraktometer charakterisiert werden.

$[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ (SE = La, Eu) kristallisiert triklin mit der Raumgruppe *P*-1 (Nr. 2) und acht (SE = La), bzw. vier (SE = Eu) Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 13 zusammengefasst.

Tabelle 13: Kristallographische Daten von $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

Verbindung	$[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$	$[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$
Molmasse	707.62 g·mol ⁻¹	720.67 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	triklin	triklin
Raumgruppe	<i>P</i> -1 (Nr. 2)	<i>P</i> -1 (Nr. 2)
Gitterkonstanten	$a = 1416.48(6)$ pm $b = 1801.9(1)$ pm $c = 2144.8(1)$ pm $\alpha = 88.924(7)^\circ$ $\beta = 88.188(5)^\circ$ $\gamma = 68.532(6)^\circ$	$a = 1038.1(3)$ pm $b = 1352.7(3)$ pm $c = 2139.2(3)$ pm $\alpha = 69.15(1)^\circ$ $\beta = 84.18(2)^\circ$ $\gamma = 87.59(2)^\circ$
Zellvolumen	5091.8(5) Å ³	2793(1) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	8	4
R1, wR2 [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	0.0305, 0.0610	0.0736, 0.2106

Bei diesen Verbindungen handelt es sich im Gegensatz zu den bisher diskutierten Verbindungen um ionische Verbindungen. Neben den einfach positiv geladenen $\text{SE}[(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]^+$ -Kationen (SE = La, Eu) liegen nicht koordinierte Perchlorat-Anionen in der Struktur vor (Abb. 39 und 40).

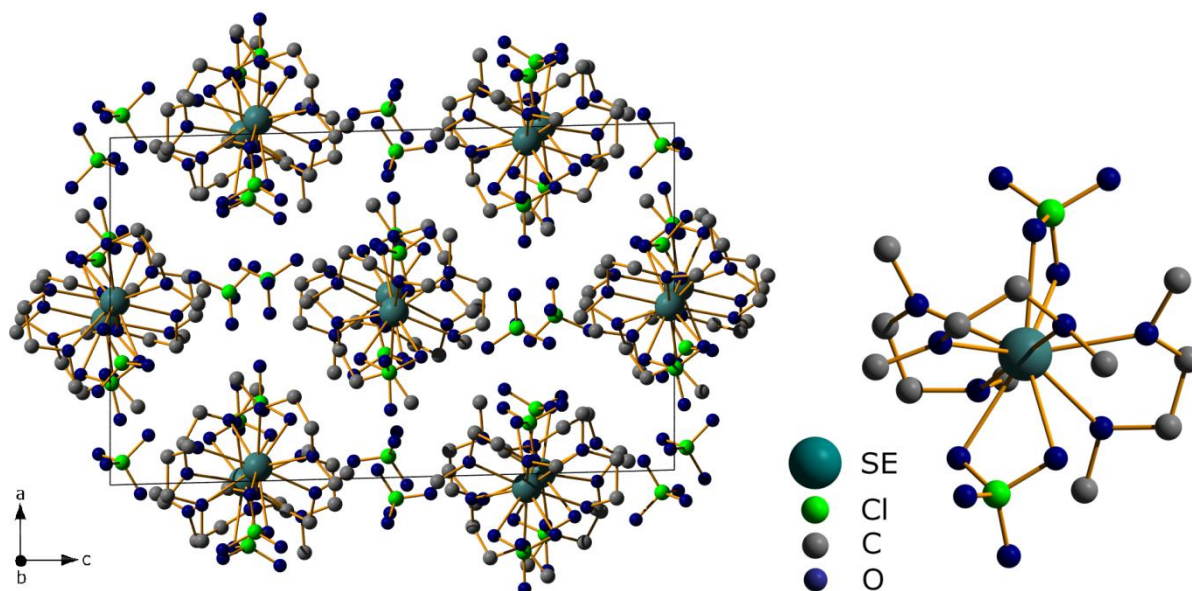


Abbildung 39: Projektion der Kristallstruktur von $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ auf (010) (links); komplexes Kation in $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ (rechts)

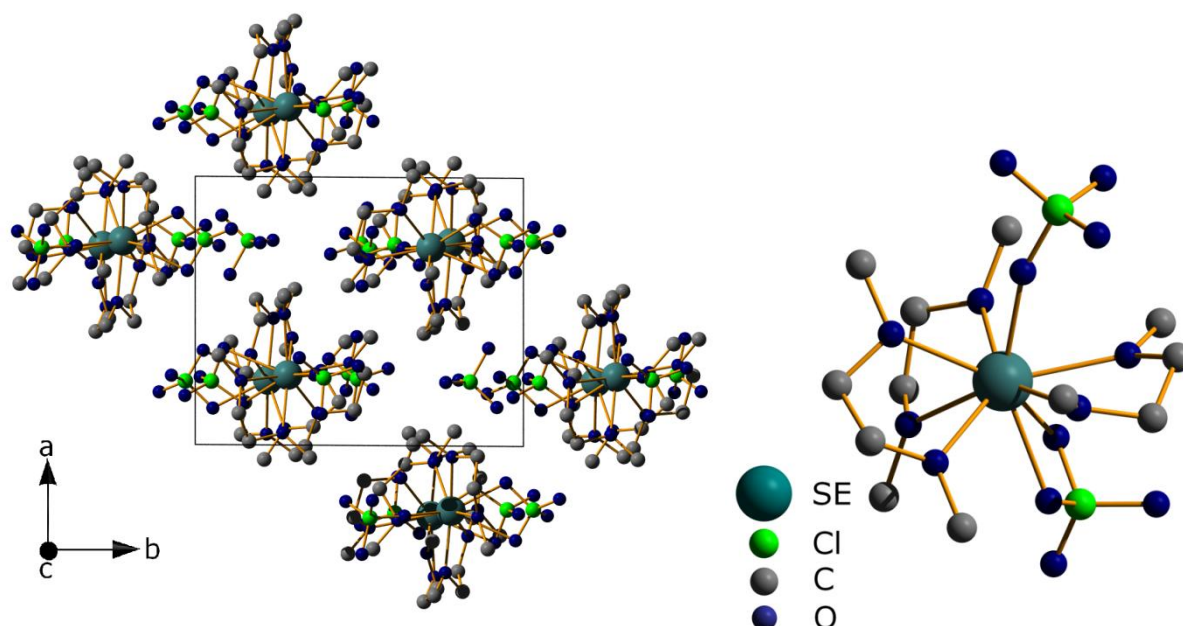


Abbildung 40: Projektion der Kristallstruktur von $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ auf (001) (links); komplexes Kation in $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ (rechts)

Bei der Lanthan-Verbindung ist das SE^{3+} -Kation von zwei chelatisierend angreifenden Perchlorat-Anionen und drei chelatisierend angreifenden DME-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine zehnfache Koordination des SE^{3+} -Kations mit den Sauerstoffatomen der Liganden. Reduziert man die Perchlorat-Anionen auf einfach angreifende Liganden, so wird eine verzerrte hexagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder geformt (Abb. 41). Hierbei sind die Perchlorat-Anionen axial und die DME-Moleküle äquatorial angeordnet. Die Bindungslängen SE-O von 259-267 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Auch bei dieser Verbindung koordiniert ein DME-Ligand gleichmäßig mit 261-261 pm an das SE^{3+} -Kation, während die anderen Liganden asymmetrisch koordinieren (Abb. 42).

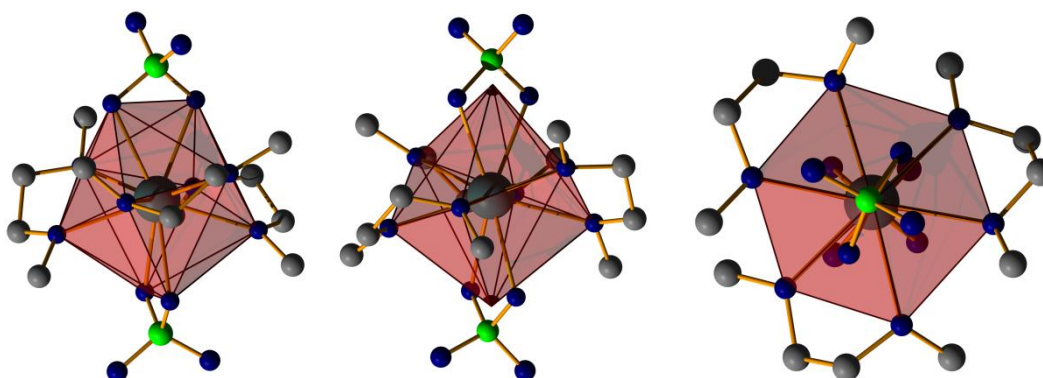


Abbildung 41: Zehnfache Koordination und verzerrte hexagonale Bipyramide in der Verbindung $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

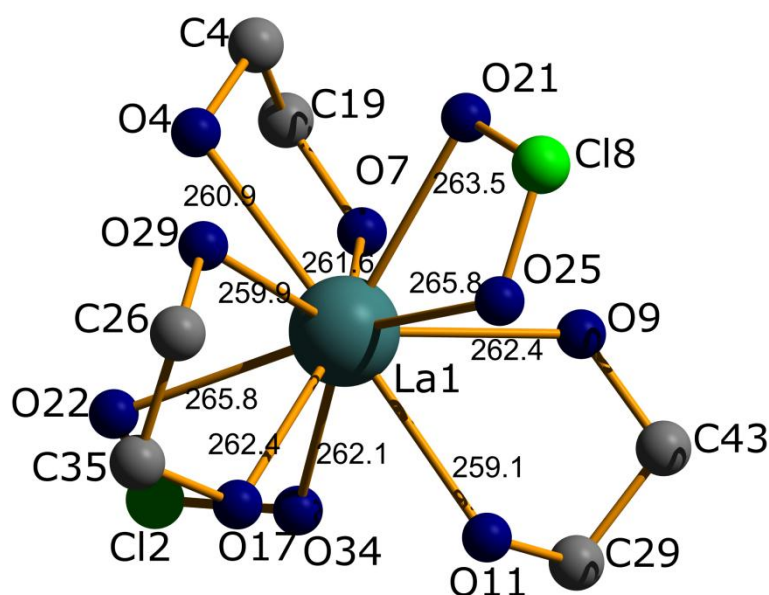


Abbildung 42: La-O Bindungslängen in der Verbindung $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

Bei der Europium-Verbindung ist das SE^{3+} -Kation von einem einfach und einem zweifach angreifenden Perchlorat-Anionen, sowie drei chelatisierend angreifenden DME-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine neunfache Koordination des SE^{3+} -Kations mit den Sauerstoffatomen der Liganden (Abb. 43). Die Bindungslängen SE-O von 233-250 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Im Gegensatz zu den bisherigen Verbindungen koordinieren alle chelatisierenden Liganden asymmetrisch an das SE^{3+} -Kation, während der kürzeste Bindungsabstand zu dem einfach angreifenden Perchlorat-Anion mit 233-234 pm besteht (Abb. 44). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2(\text{ClO}_4)$ (SE = La, Eu) befinden sich im Anhang D:1.1-1.5 und D:4.1-4.5.

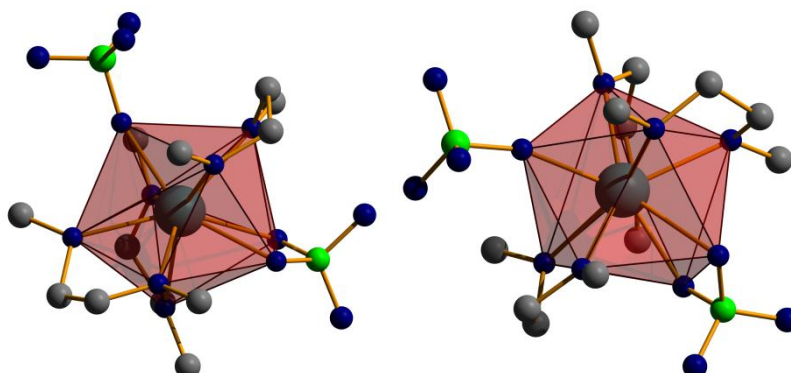


Abbildung 43: Neunfache Koordination der Eu^{3+} -Kationen in der Verbindung $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

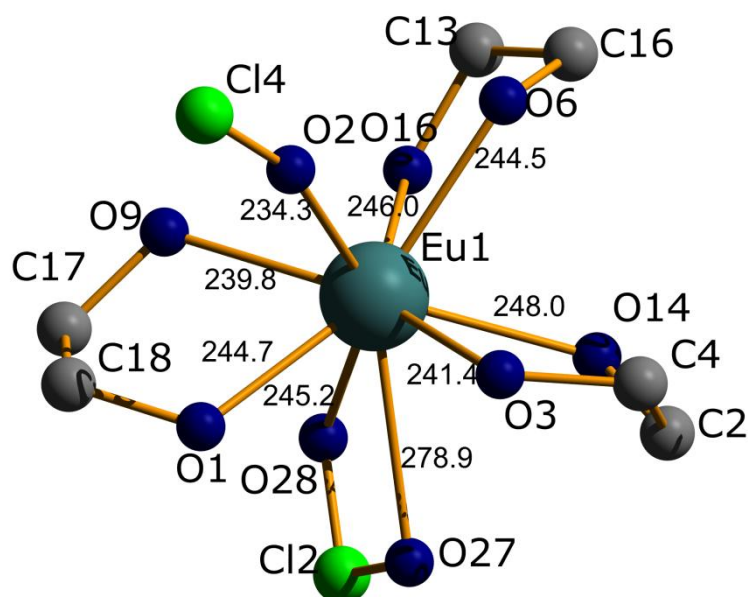


Abbildung 44: ausgewählte Eu-O Bindungslängen in der Verbindung $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

$\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $C2/c$ (Nr. 15) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 14 zusammengefasst.

Tabelle 14: Kristallographische Daten von $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$
Molmasse	619.50 g·mol ⁻¹	622.83 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$C2/c$ (Nr. 15)	$C2/c$ (Nr. 15)
Gitterkonstanten	$a = 895.91(7)$ pm $b = 1451.44(6)$ pm $c = 1587.5(1)$ pm $\beta = 98.898(8)^\circ$	$a = 889.51(3)$ pm $b = 1447.5(6)$ pm $c = 1688.34(5)$ pm $\beta = 111.862(1)^\circ$
Zellvolumen	2039.5(2) Å ³	2017,6(1) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.0243, 0.0610	0.0287, 0.0724

Bei diesen Selten-Erd-Perchlorat-DME-Solvaten handelt es sich um Molekülverbindungen, in denen die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 45).

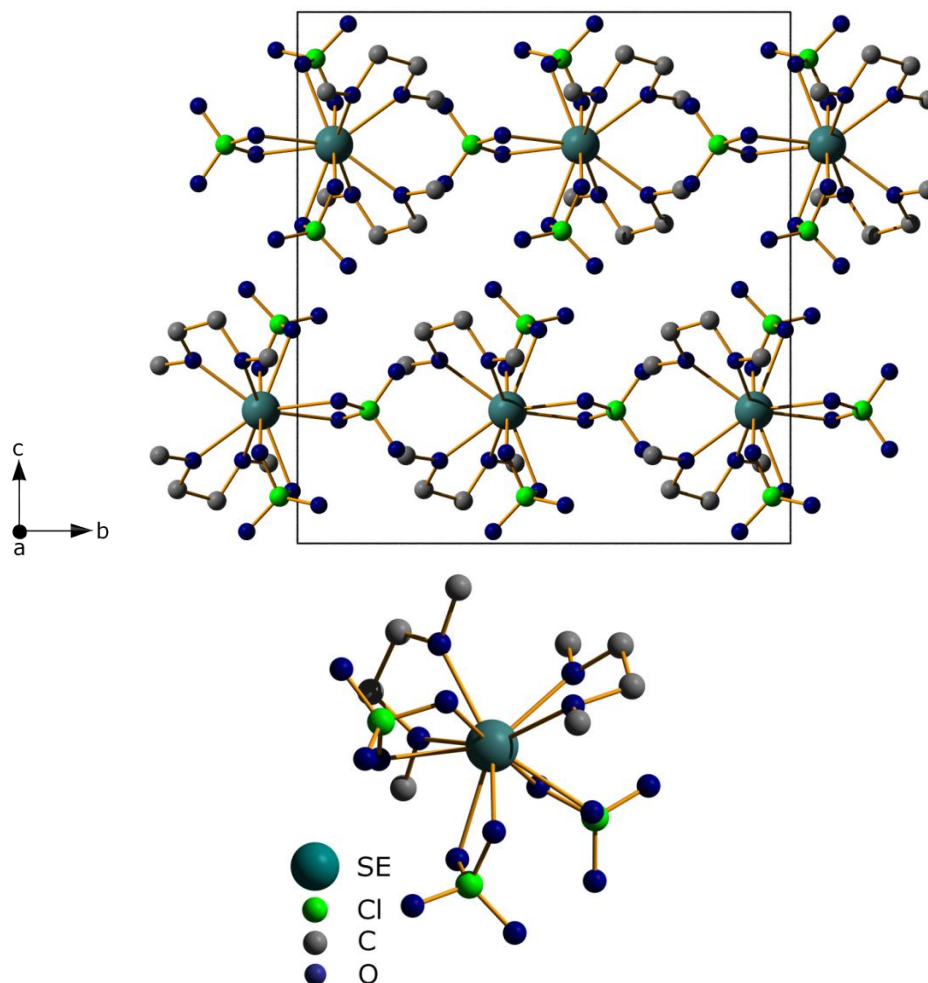


Abbildung 45: Projektion der Kristallstruktur von $SE(ClO_4)_3(O_2C_4H_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) auf (011) (oben); Molekülstruktur von $SE(ClO_4)_3(O_2C_4H_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) (unten)

Das SE^{3+} -Kation ist von drei zweifach angreifenden Perchlorat-Anionen, sowie zwei chelatisierend angreifenden DME-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine zehnfache Koordination des SE^{3+} -Kations mit den Sauerstoffatomen der Liganden. Werden die Perchlorat-Anionen zu einfach angreifenden Liganden reduziert, so wird eine verzerrte pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder gebildet, bei der die Perchlorat-Anionen äquatorial angeordnet sind (Abb. 46).

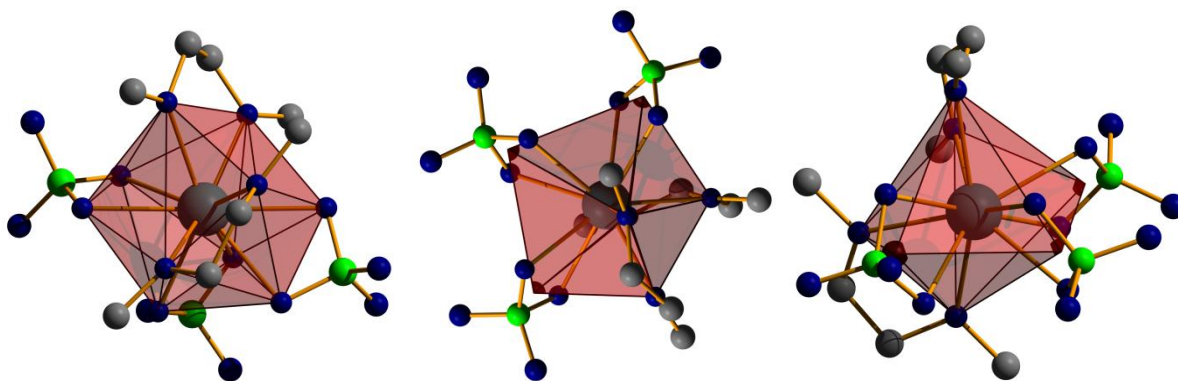


Abbildung 46: Zehnfache Koordination und verzerrt pentagonale Bipyramide um die SE^{3+} -Kationen in $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd)

Die Bindungslängen SE-O von 248-259 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Das SE^{3+} -Kation und ein Chlor-Atom liegen in dieser Struktur speziell auf einer zweizähligen Drehachse (Abb. 47). Die DME-Liganden koordinierenden dabei asymmetrisch an das SE^{3+} -Kation mit einer Differenz von 5 pm in den Bindungslängen. Die Perchlorat-Anionen koordinieren symmetrisch mit Bindungslängen von 255-259 pm (Abb. 48). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd) befinden sich im Anhang D:2.1-2-5 und D:3.1-3.5.

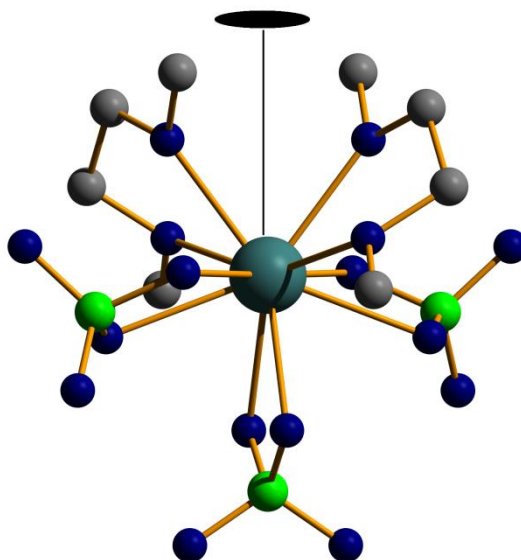


Abbildung 47: Die spezielle Lage auf der zweizähligen Drehachse in der Verbindung $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ (SE = Pr, Nd)

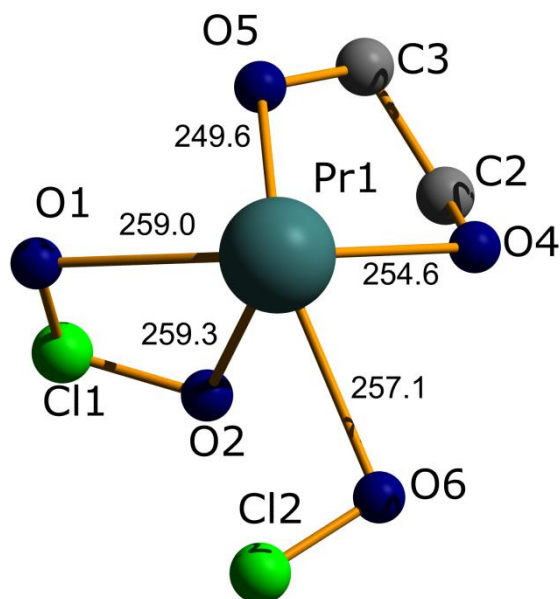


Abbildung 48: Pr-O Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

$[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ (SE = Er, Lu) kristallisiert triklin mit der Raumgruppe $P-1$ (Nr. 2) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 15 zusammengefasst.

Tabelle 15: Kristallographische Daten von $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ und $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$

Verbindung	$[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$	$[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$
Molmasse	780.86 g·mol ⁻¹	788.74 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	triklin	triklin
Raumgruppe	$P-1$ (Nr. 2)	$P-1$ (Nr. 2)
Gitterkonstanten	$a = 1049.28(4)$ pm $b = 1351.82(6)$ pm $c = 2096.7(1)$ pm $\alpha = 107.325(6)^\circ$ $\beta = 94.768(6)^\circ$ $\gamma = 92.269(5)^\circ$	$a = 1044.13(5)$ pm $b = 1347.67(6)$ pm $c = 2088.1(1)$ pm $\alpha = 107.202(7)^\circ$ $\beta = 94.991(7)^\circ$ $\gamma = 92.097(6)^\circ$
Zellvolumen	2822.8(2) Å ³	2790.2(3) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
Flack-x-Parameter	0.27	0.36
R1, wR2	0.0305, 0.0626	0.0276, 0.0539
[I > 2sigma(I)]		

Bei diesen Verbindungen handelt es sich wie bei $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Eu}$) um ionische Verbindungen, die neben nicht koordinierenden Perchlorat-Anionen auch nicht koordinierende DME-Moleküle in die Struktur eingelagert haben (Abb. 49).

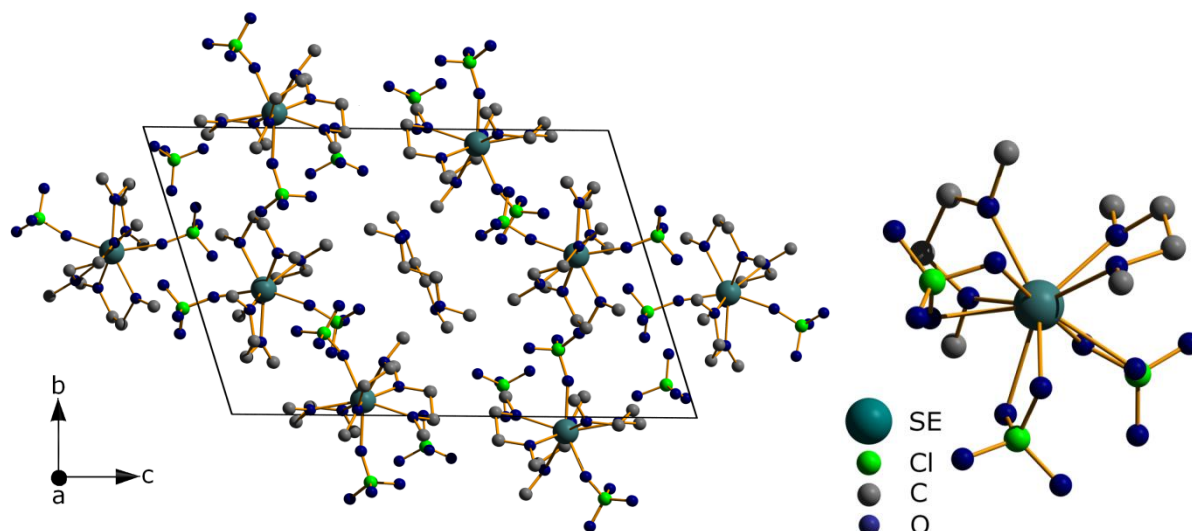


Abbildung 49: Projektion der Kristallstruktur von $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ ($\text{SE} = \text{Er}, \text{Lu}$) auf (011) (links); komplexes Kation in $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ ($\text{SE} = \text{Er}, \text{Lu}$) (rechts)

Das SE^{3+} -Kation ist von zwei einfach angreifenden Perchlorat-Anionen und drei chelatisierend angreifenden DME-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine achtfache Koordination des SE^{3+} -Kations mit den Sauerstoffatomen der Liganden. Bei dem Koordinationspolyeder handelt es sich um ein verzerrtes quadratisches Antiprisma (Abb. 50).

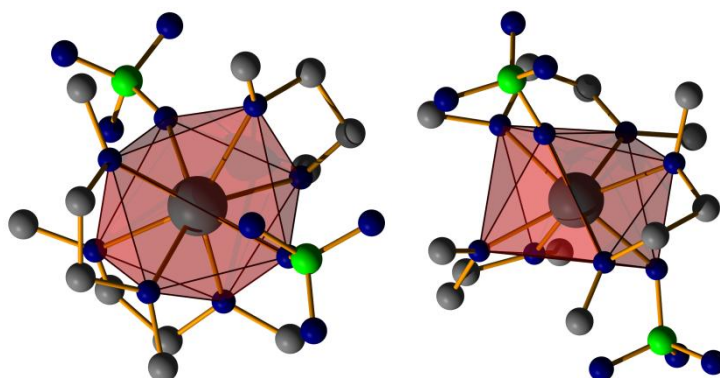


Abbildung 50: Koordination der SE^{3+} -Kationen in $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ ($\text{SE} = \text{Er}, \text{Lu}$)

Die Bindungslängen SE-O von 226-244 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich (Abb. 51). Die Koordination mit den einzelnen Liganden ist dabei asymmetrisch und lässt sich nicht allgemein vergleichend diskutieren.

Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ (SE = Er, Lu) befinden sich im Anhang D:5.1-5.5 und D:6.1-6.5.

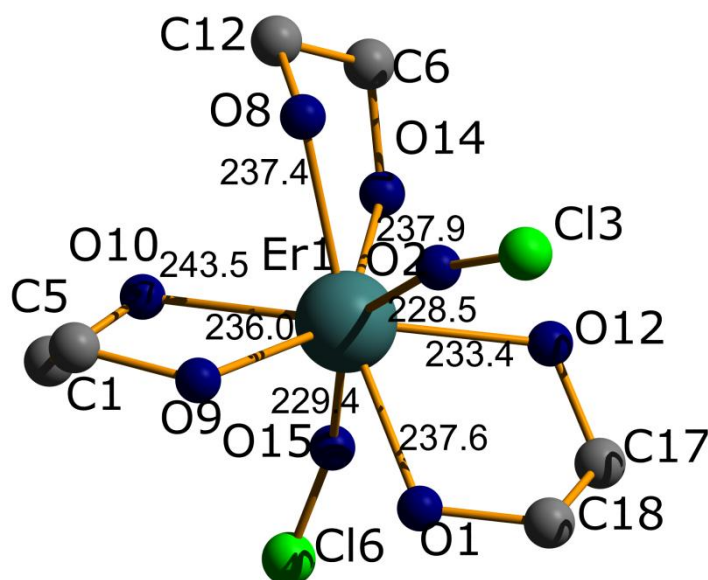


Abbildung 51: ausgewählte Er-O Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$

2.2.2 Thermischer Abbau

Für die thermische Analyse wurden in der Stickstoff-Handschuhbox jeweils etwa 5 - 10 mg der Verbindungen in einen Korundtiegel ohne Deckel eingewogen und dann bei einem Temperaturprogramm von 25-450 °C mit einer Heizrate von 5 °C/min und einem Stickstoffstrom von 60 ml/min gemessen. Die gemessenen Daten werden beispielhaft in Abbildung 52 und Tabelle 16 dargestellt und sind vollständig im Anhang D:1.6, D:2.6, D:3.6, D:4.6, D:5.6 und D:6.6 zu finden.

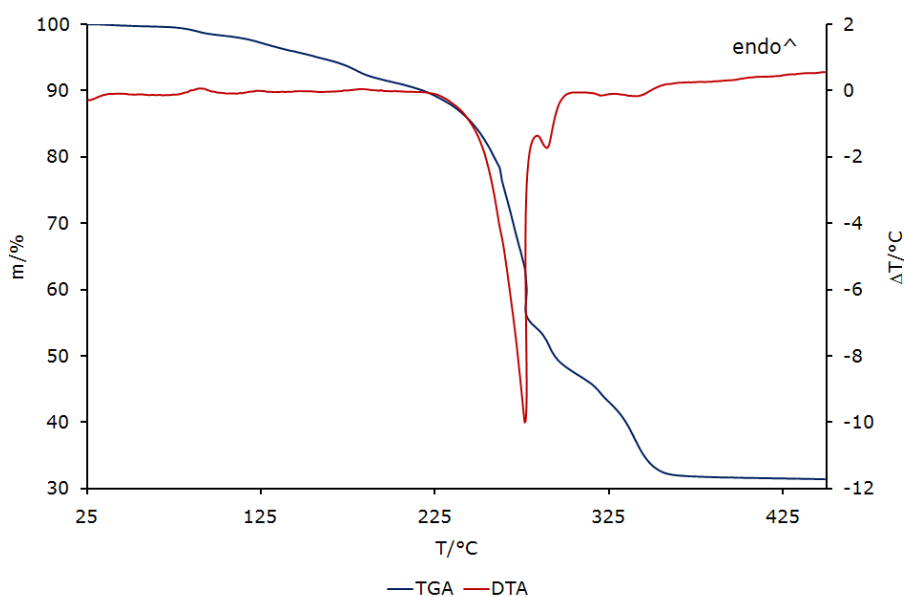


Abbildung 52: DTA/TG-Diagramm von $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3]\text{ClO}_4(\text{dme})_{0.5}$

Tabelle 16: Zersetzungstemperaturen der SE-Perchlorat-DME-Solvate

SE	Beginn [°C]	Exotherme Stufe [°C]		Ende [°C]
		T_{onset}	T_{max}	
La	150	220	265	450
Pr	140	210	255	450
Nd	140	215	260	450
Eu	70	230	265	375
Er	75	230	265	370
Lu	30	230	270	370

Die Zersetzungsprozesse werden durch einen stark exothermen Zersetzungsschritt bei etwa 255-270 °C dominiert. Bei dem exothermen Schritt handelt es sich vermutlich um eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Perchlorat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen. Dies konnte bereits bei anderen perchlorathaltigen Selten-Erd-Solvaten beobachtet werden [6]. Der Zersetzungsprozess lässt sich anhand der vorliegenden TGA/DTA-Daten leider nicht präzise auswerten. Dies könnte allerdings durch eine simultane massenspektrometrische Analyse der Abbauprodukte während der Messung erleichtert werden. Eine definitive Aussage lässt sich jedoch über die Endprodukte der thermischen Zersetzung treffen. Es entsteht entweder das jeweilige Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 (SE = Nd, Er, Lu) oder das Selten-Erd-Oxid Chlorid SEOCl (SE = La, Pr, Eu) (Tab. 17).

Tabelle 17: Massenverluste der Zersetzung der Perchlorat-DME-Solvate

	SE	La	Pr	Nd	Eu	Er	Lu
SEOCl	gemessen [%]	68.79	70.09		67.67		
	berechnet [%]	73.10	68.95	68.58	71.77	71.99	71.29
SE_2O_3	gemessen [%]			73.46		68.6	72.78
Pr_6O_{11}	berechnet [%]	76.98	72.50	72.99	75.58	75.50	74.77

Diese Ergebnisse konnten durch nachfolgende pulverdiffraktometrische Untersuchungen der Rückstände bestätigt werden, wobei alle Reflexe bis auf wenige Ausnahmen zugeordnet werden konnten (Abb. 53 sowie im Anhang D:1.7, D:2.7, D:3.7, D:4.7, D:5.7, D:6.7).

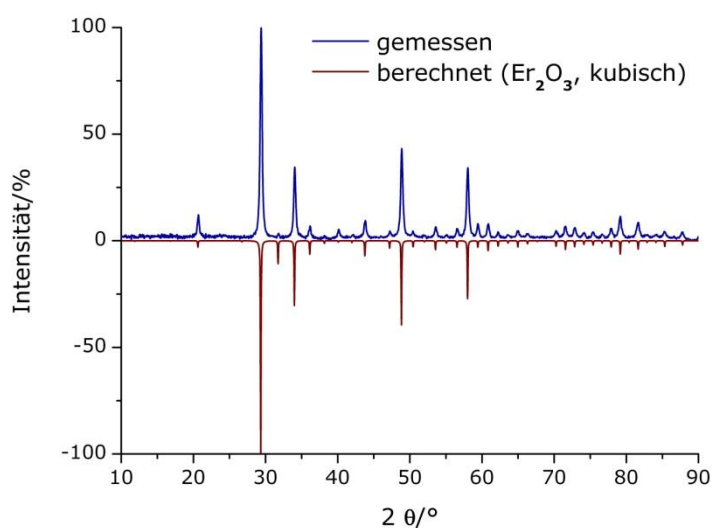


Abbildung 53: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes Er_2O_3 (kubisch) von $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ [37]

2.3 Die Tetrahydrofuran-Solvate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm, Er, Lu) und $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$

Vorangegangene Arbeiten haben sich bereits mit der strukturellen und thermischen Charakterisierung der monoklinen Selten-Erd-Perchlorat-THF-Solvate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = La, Pr, Nd) befasst [6]. Dieser Strukturtyp konnte im Rahmen dieser Arbeit um die Vertreter der Elemente Cer und Samarium ergänzt werden. Desweiteren konnten mit der Erbium- und Lutetium-Verbindung die orthorhombische Modifikation für die schwereren Selten-Erd-Elemente und mit $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ ein völlig neuer Strukturtyp strukturell und thermisch charakterisiert werden.

2.3.1 Synthese und strukturelle Charakterisierung

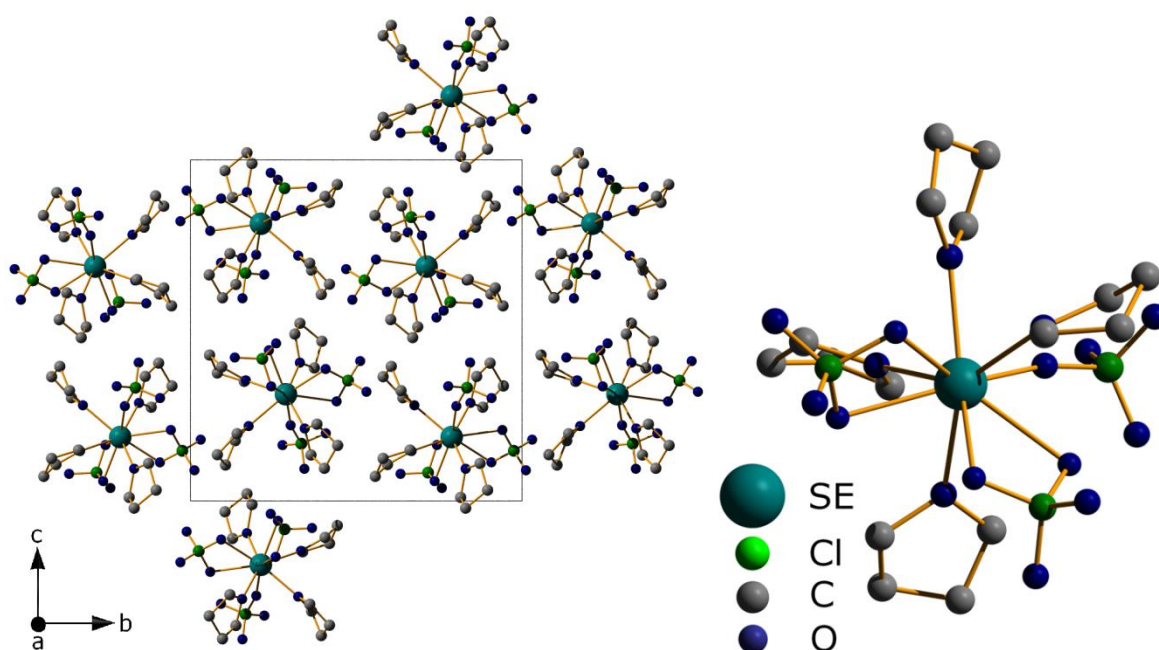
1 g der jeweiligen Selten-Erd-Oxide wurde in 15 ml Perchlorsäure (70%) gelöst und anschließend bis zur Kristallisation der Hydrate $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_x$ (SE = Ce, Sm, Er, Lu, Sc) eingeeengt. Die erhaltenen Selten-Erd-Perchlorat-Hydrate wurden dann über Nacht im Trockenschrank getrocknet, in 15 ml Orthoameisensäuretrimethylester gelöst und das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der Rückstand wurde anschließend in 20 ml Tetrahydrofuran gelöst und das Lösungsmittel nach einstündigem Rühren im Vakuum abdestilliert. Dieser Schritt wurde nochmals wiederholt, bevor das erhaltene THF-Solvat aus heißem Tetrahydrofuran umkristallisiert wurde. Für $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm, Er, Lu) und $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ konnten Einkristalle isoliert und röntgendiffraktometrisch charakterisiert werden.

$\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm) kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 18 zusammengefasst.

Tabelle 18: Kristallographische Daten von $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ und $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

Verbindung	$\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$	$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$
Molmasse	726.89 g·mol ⁻¹	737.12 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/c$ (Nr. 14)	$P2_1/c$ (Nr. 14)
Gitterkonstanten	$a = 939.03(5)$ pm $b = 1675.80(5)$ pm $c = 1762.20(8)$ pm $\beta = 101.930(6)^\circ$	$a = 957.3(2)$ pm $b = 1686.1(3)$ pm $c = 1782.9(3)$ pm $\beta = 105.006(9)^\circ$
Zellvolumen	2713.1(2) Å ³	2779.5(9) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [I > 2σ(I)]	0.0259, 0.0628	0.0564, 0.1412

Bei den THF-Solvaten handelt es sich um Molekülverbindungen, in denen die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 54).

**Abbildung 54:** Projektion der Kristallstruktur von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm) auf (011) (links); Molekülstruktur von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm) (rechts)

Das SE^{3+} -Kation ist von zwei zweifach angreifenden und einem einfach angreifenden Perchlorat-Anion, sowie von vier THF-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine neunfache Koordination des SE^{3+} -Kations durch die Sauerstoffatome der Liganden, welche ein verzerrtes, dreifach überkapptes, trigonales Prisma bilden. Werden die Perchlorat-Anionen zu einfach angreifenden Liganden reduziert, so wird eine verzerrte

pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder gebildet, bei der die THF-Liganden äquatorial angeordnet sind (Abb. 55).

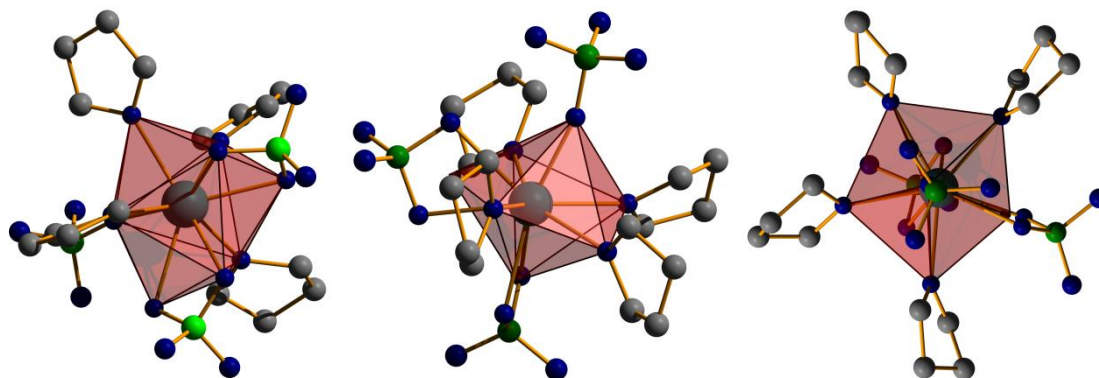


Abbildung 55: Neunfache Koordination und verzerrt pentagonale Bipyramide um die SE^{3+} -Kationen in $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ ($\text{SE} = \text{Ce}, \text{Sm}$)

Die Bindungslängen $\text{SE}-\text{O}$ von 232-264 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Bei der Cer-Verbindung besitzt das einfach angreifende Perchlorat-Anion mit 238 pm den kürzesten Bindungsabstand, während die chelatisierend koordinierenden Anionen einmal gleichmäßig mit 260 pm und einmal asymmetrisch mit 259 und 264 pm an das SE^{3+} -Kation koordinieren. Die THF-Liganden besitzen Bindungslängen im Bereich von 250-255 pm (Abb. 56). Auch bei der Samarium-Verbindung besitzt das einfach angreifende Perchlorat-Anion mit 232 pm den kürzesten Bindungsabstand, während die asymmetrisch chelatisierend koordinierenden Anionen eine Differenz von 5 und 10 pm in den Bindungslängen aufweisen. Die THF-Liganden besitzen Bindungslängen im Bereich von 245-250 pm. Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen zu $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ ($\text{SE} = \text{Ce}, \text{Sm}$) befinden sich im Anhang E:1.1-1.5 und E:2.1-2.5.

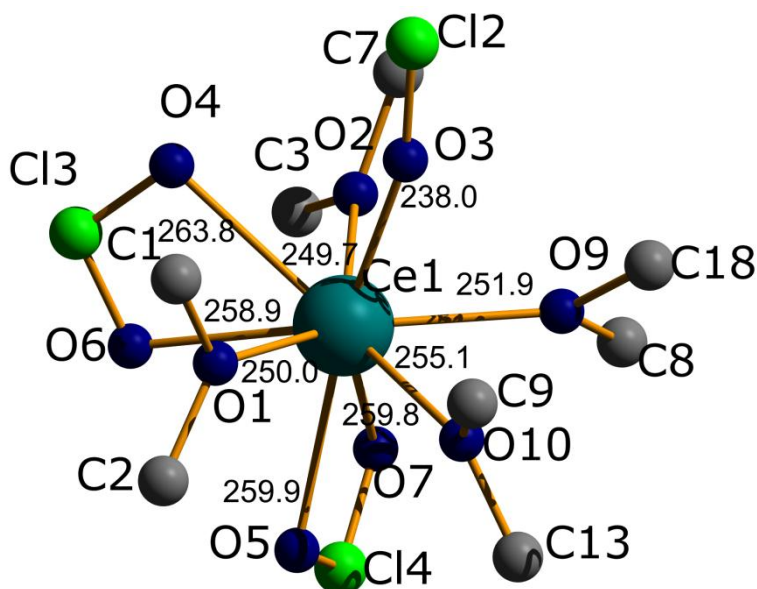


Abbildung 56: $\text{Ce}-\text{O}$ Bindungslängen (in pm) für die Verbindung $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

$\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Er, Lu) kristallisiert orthorhombisch mit der Raumgruppe $Pna2_1$ (Nr. 33) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 19 zusammengefasst.

Tabelle 19: Kristallographische Daten von $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ und $\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

Verbindung	$\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$	$\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$
Molmasse	754.03 g·mol ⁻¹	761.74 g·mol ⁻¹
Kristallsystem	orthorhombisch	orthorhombisch
Raumgruppe	$Pna2_1$ (Nr. 33)	$Pna2_1$ (Nr. 33)
Gitterkonstanten	$a = 1746.11(7)$ pm $b = 1276.20(5)$ pm $c = 1227.97(6)$ pm	$a = 1739.27(6)$ pm $b = 1274.08(5)$ pm $c = 1224.52(8)$ pm
Zellvolumen	2736.4(2) Å ³	2713.5(2) Å ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.0197, 0.0430	0.0227, 0.0471

Bei diesen THF-Solvaten handelt es sich um Molekülverbindungen, in denen die Moleküle näherungsweise im Sinne einer dichtesten Kugelpackung angeordnet sind (Abb. 57).

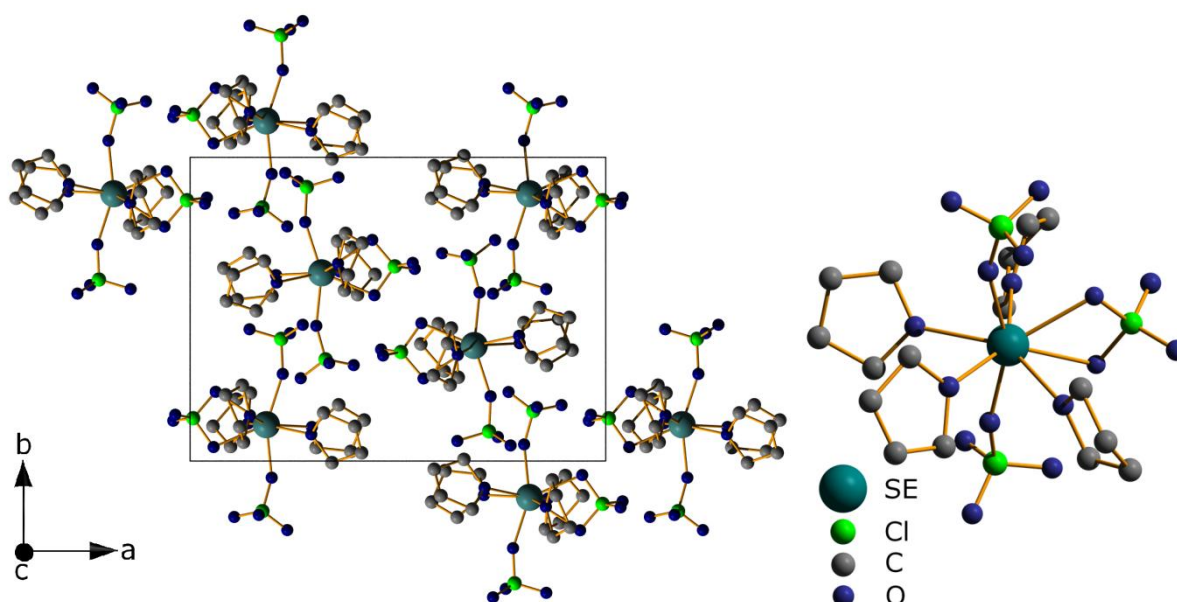


Abbildung 57: Projektion der Kristallstruktur von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Er, Lu) auf (001) (links); Molekülstruktur von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Er, Lu) (rechts)

Das SE^{3+} -Kation ist von einem chelatisierenden und zwei einfach angreifenden Perchlorat-Anionen, sowie von vier THF-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine achtfache Koordination des SE^{3+} -Kations durch die Sauerstoffatome der Liganden. Die kleinere Koordinationszahl, verglichen mit $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm), lässt sich

mit den abnehmenden Ionenradien innerhalb der Lanthanoiden erklären. Wird das Perchlorat-Anion zu einem einfach angreifenden Liganden reduziert, so wird eine verzerrt pentagonale Bipyramide als Koordinationspolyeder gebildet, bei der die THF-Liganden äquatorial angeordnet sind (Abb. 58).

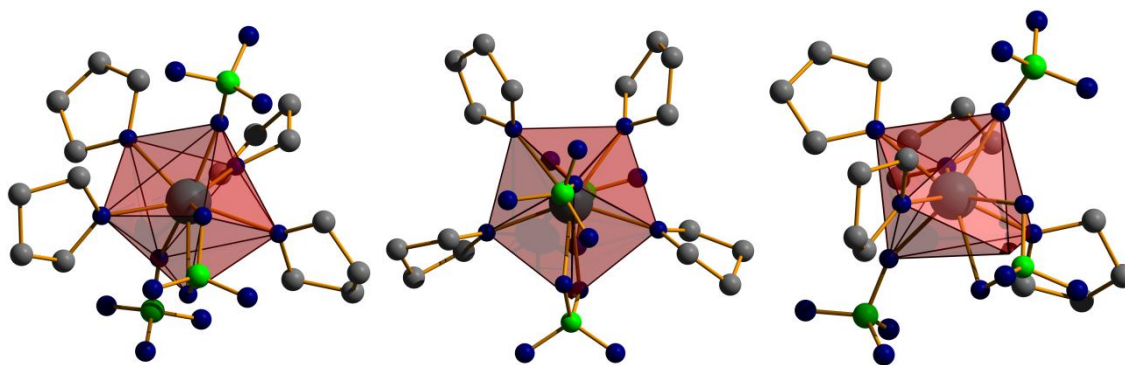


Abbildung 58: Achtfache Koordination und verzerrt pentagonale Bipyramide um die SE^{3+} -Kationen in $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Er, Lu)

Die Bindungslängen SE-O von 220-254 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Die einfach angreifenden Perchlorat-Anionen besitzen mit 220 und 222 pm (SE = Er), sowie 224 und 225 pm (SE = Lu) die kürzesten Bindungsabstände. Die beiden chelatisierenden Perchlorat-Anionen koordinieren stark asymmetrisch mit Bindungslängen von 242 und 254 pm (SE = Er), sowie 238 und 254 pm (SE = Lu). Die Bindungslängen der THF-Liganden variieren dabei in einem Bereich von 235-240 pm (SE = Er) und 232-237 pm (SE = Lu) (Abb. 59). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen von $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Er, Lu) befinden sich im Anhang E:3.1-3.5 und E:4.1-4.5.

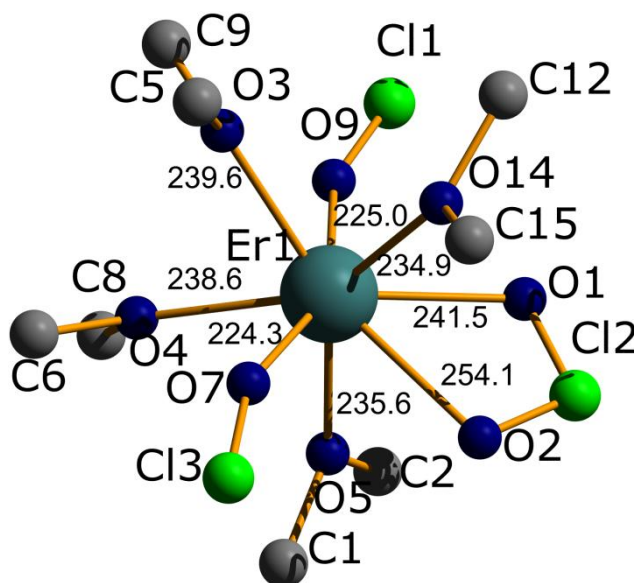


Abbildung 59: Er-O Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

Das THF-Solvat $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $I2/a$ (Nr. 15) und acht Formeleinheiten in der Elementarzelle. Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 20 zusammengefasst.

Tabelle 20: Kristallographische Daten von $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$

Verbindung	$[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$
Molmasse	$560.29 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	$I2/a$ (Nr. 15)
Gitterkonstanten	$a = 2190.3(2) \text{ pm}$ $b = 1168.43(7) \text{ pm}$ $c = 2331.3(2) \text{ pm}$ $\beta = 91.67(1)^\circ$
Zellvolumen	$5963.6(8) \text{ \AA}^3$
Zahl der Formeleinheiten	8
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.2251, 0.5952

Im Gegensatz zu den bisher diskutierten THF-Solvaten wurde bei dieser Verbindung ein Perchlorat-Anion durch einen Methanolat-Liganden ersetzt. Der Einbau eines Methanolat-Anions lässt sich jedoch einfach über den Syntheseweg erklären, bei dem durch die Spaltung des Orthoameisensäuretrimethylesters Methanol *in situ* entsteht. Desweiteren handelt es sich bei $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ um eine ionische Komplexverbindung, bei der sich nicht koordinierte Perchlorat-Anionen in der Struktur befinden (Abb. 60).

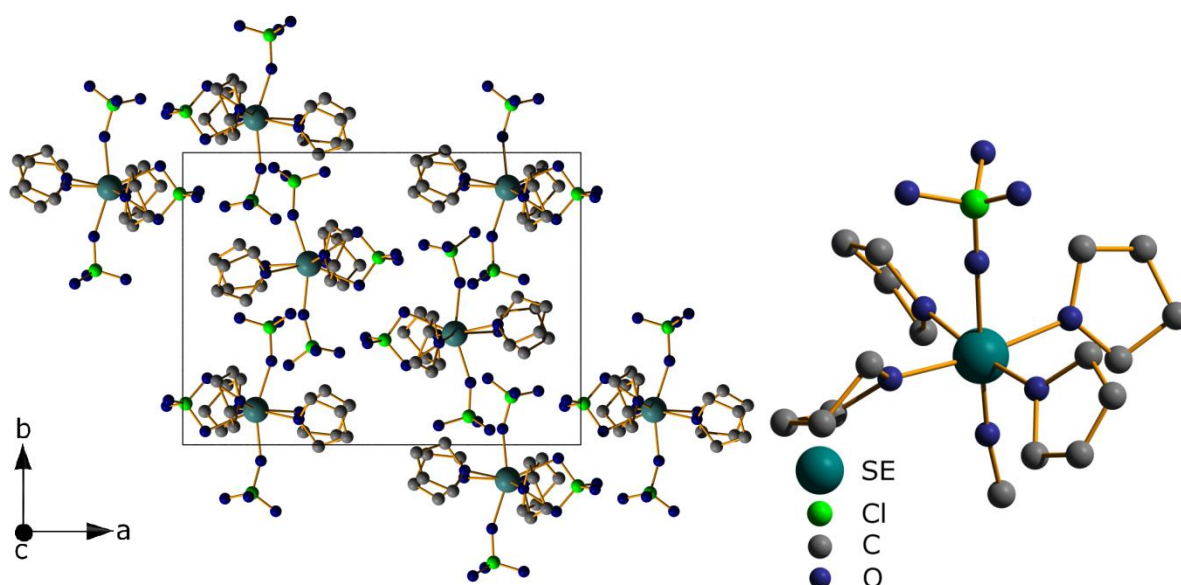


Abbildung 60: Projektion der Kristallstruktur von $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ auf (010) (links); komplexes Kation von $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ (rechts)

Das Sc^{3+} -Kation ist von einem einfach angreifenden Perchlorat-Anion, einem Methanolat-Liganden, sowie von vier THF-Molekülen koordiniert. Es ergibt sich also eine sechsfache Koordination des Sc^{3+} -Kations mit den Sauerstoffatomen der Liganden. Es wird ein Oktaeder als Koordinationspolyeder gebildet, bei dem die THF-Moleküle äquatorial angeordnet sind (Abb. 61).

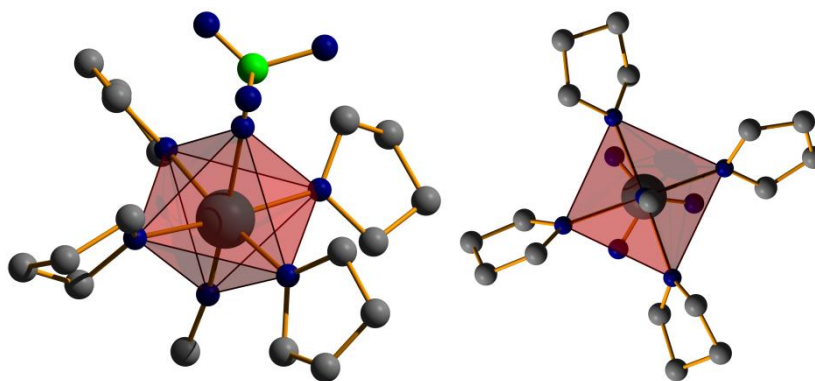


Abbildung 61: oktaedrische Koordination der Sc^{3+} -Kationen in $\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$

Die Bindungslängen $\text{Sc}-\text{O}$ von 182-219 pm liegen dabei im literaturbekanntem Bereich. Die THF-Liganden koordinieren mit Bindungslängen von 213-215 pm. Den kürzesten Bindungsabstand besitzt das sterisch recht anspruchslose Methanolat-Anion mit 182 pm und den längsten das Perchlorat-Anion mit 219 pm (Abb. 62). Ausführliche Tabellen und weitere Abbildungen zu der Verbindung befinden sich im Anhang E:5.1-5.5.

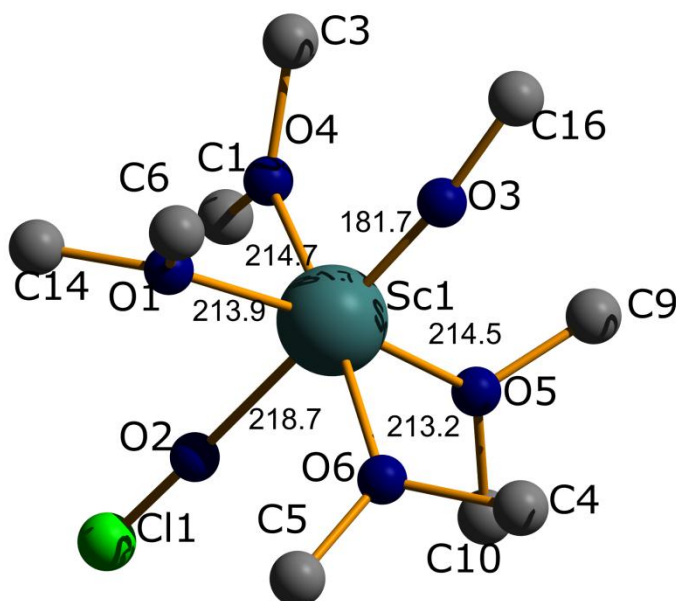


Abbildung 62: $\text{Sc}-\text{O}$ Bindungslängen (in pm) in der Verbindung $\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$

2.3.2 Thermischer Abbau

Für die thermische Analyse wurden in der Stickstoff-Handschuhbox jeweils etwa 2.5-5 mg der Verbindungen in einen Korundtiegel ohne Deckel eingewogen und dann bei einem Temperaturprogramm von 25-100 °C mit einer Heizrate von 5 °C/min und einem Stickstoffstrom von 60 ml/min gemessen. Die gemessenen Daten werden beispielhaft in Abbildung 63 und 64 sowie in Tabelle 21 dargestellt und sind vollständig im Anhang E:1.6, E:2.6, E:3.6, E:4.6 und E:5.6 zu finden.

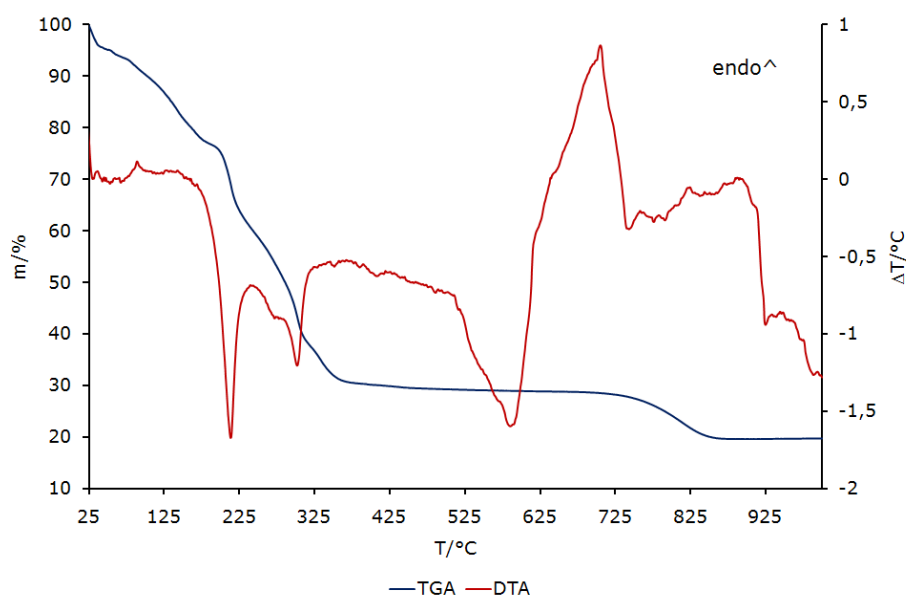


Abbildung 63: DTA/TG-Diagramm von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

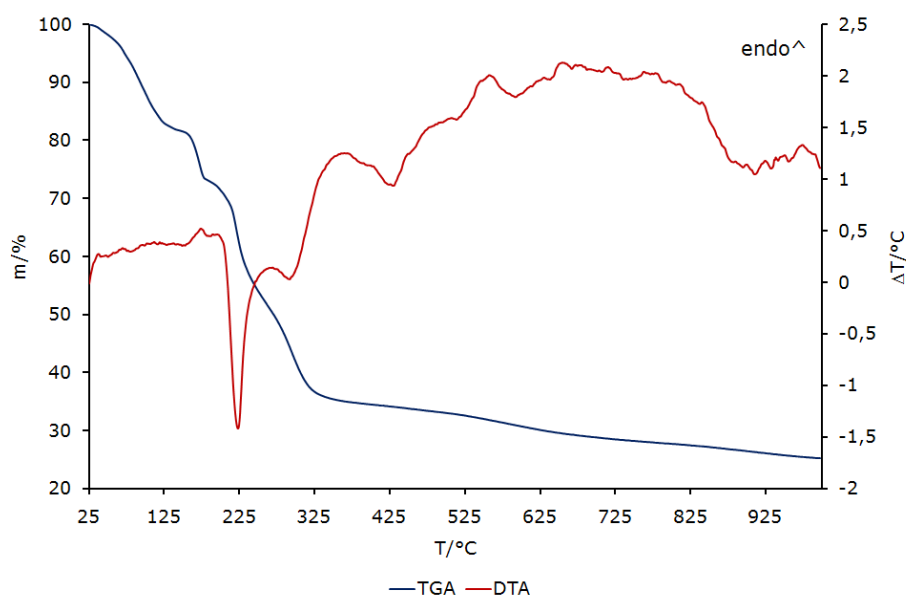


Abbildung 64: DTA/TG-Diagramm von $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

Tabelle 21: Zersetzungstemperaturen der Perchlorat-THF-Solvate

SE	Beginn [°C]	Exotherme Stufe [°C]		Ende [°C]
		T_{onset}	T_{max}	
Ce	70	180	200	1000
Sm	50	190	215	860
Er	40	190	220	1000
Lu	60	200	220	1000
Sc	30	180	210	800

Die Zersetzungsprozesse werden durch einen stark exothermen Zersetzungsschritt bei etwa 200-220 °C dominiert. Bei dem exothermen Schritt handelt es sich vermutlich wieder um eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Perchlorat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen. Der Zersetzungsprozess lässt sich anhand der vorliegenden TGA/DTA-Daten leider nicht präzise auswerten. Dies könnte allerdings durch eine simultane massenspektrometrische Analyse der Abbauprodukte während der Messung erleichtert werden. Eine definitive Aussage lässt sich jedoch über das Endprodukt der thermischen Zersetzung treffen. Als Rückstand bleibt im Gegensatz zu den Perchlorat-DME-Solvaten das jeweilige Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 (SE = Er, Lu, Sc) oder CeO_2 , bzw. das Oxidchlorid SmOCl (Tab. 22).

Tabelle 22: Massenverluste der Zersetzung der Perchlorat-THF-Solvate

	SE	Ce	Sm	Er	Lu	Sc
SE_2O_3,	gemessen [%]	80.90	78.98	74.80	69.96	83.68
CeO_2	berechnet [%]	76.34	73.00	74.64	73.88	77.69
SmOCl						

Diese Ergebnisse konnten durch nachfolgende pulverdiffraktometrische Untersuchungen der Rückstände bestätigt werden, wobei mit wenigen Ausnahmen alle Reflexe zugeordnet werden konnten (Abb. 65 und 66 sowie im Anhang E:1.7, E:2.7, E:3.7, E:4.7, E.5.7).

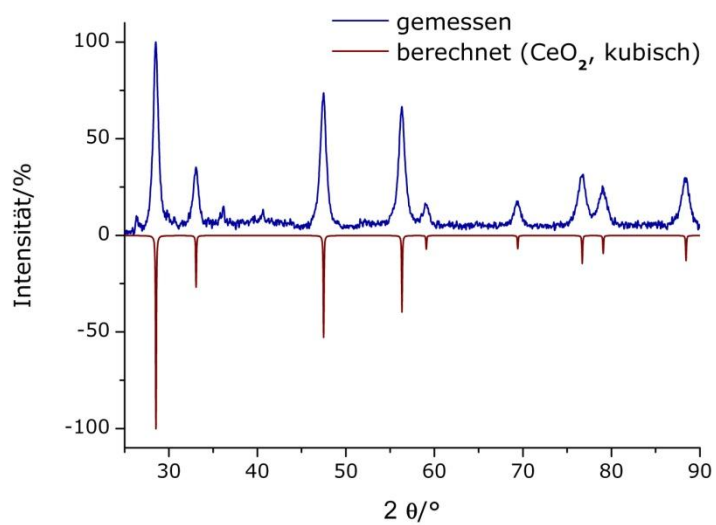


Abbildung 65: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes CeO_2 (kubisch) von $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ [38]

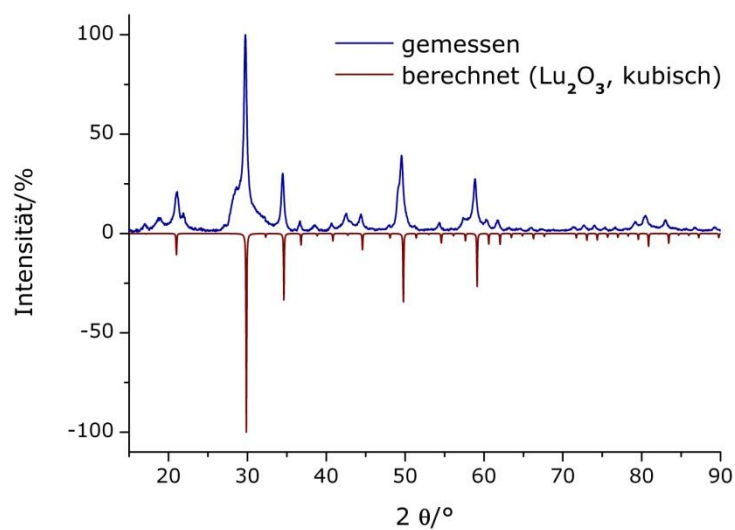


Abbildung 66: Pulverdiffraktogramm des Zersetzungsrückstandes Lu_2O_3 (kubisch) von $\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ [39]

3. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Solvate von –Nitraten und –Perchloraten dargestellt und umfassend charakterisiert. Neben der Strukturbestimmung umfasste letztere vor allem thermoanalytische Untersuchungen, um das Precursorpotential der Verbindungen zu ermitteln. Der thermische Abbau fast aller Verbindungen zeigte dabei eine charakteristische stark exotherme Zersetzungsstufe, bei der es sich vermutlich um eine intramolekulare Redoxreaktion zwischen den Nitrat- bzw. Perchlorat-Anionen und den organischen Lösungsmittelmolekülen handelt.

Die Nitrat-Solvate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ ($\text{SE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) konnten erstmals als Intermediat der Entwässerungsreaktion mit Orthoameisensäuretrimethylester isoliert und charakterisiert werden (Tab. 23). Es kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/n$ (Nr. 14) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle, wobei die Moleküleinheiten dichtest gepackt sind. Der thermische Abbau liefert das jeweilige Selten-Erd-Oxid und zeigt die typische stark exotherme Stufe.

Tabelle 23: Gitterparameter von $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ und $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$	$\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$
Gitterkonstanten	$a = 1042.74(4) \text{ pm}$	$a = 1042.61(6) \text{ pm}$
	$b = 1425.71(5) \text{ pm}$	$b = 1423.78(7) \text{ pm}$
	$c = 1285.82(4) \text{ pm}$	$c = 1280.61(7) \text{ pm}$
	$\beta = 91.944(2)^\circ$	$\beta = 91.834(7)^\circ$
Zellvolumen	$1910.5(1) \text{ \AA}^3$	$1900.1(2) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.0153, 0.0414	0.0184, 0.0465

Mit Dimethoxyethan wurden die Solvate $\text{SE}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Sm}, \text{Eu}$) erhalten und so konnte die bereits bekannte Verbindungsklasse der Nitrat-DME-Solvate ergänzt (Tab. 24). Die Verbindungen kristallisieren monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle, wobei die Moleküleinheiten dichtest gepackt sind. Der thermische Abbau liefert das jeweilige Selten-Erd-Oxid und zeigt die typische stark exotherme Stufe.

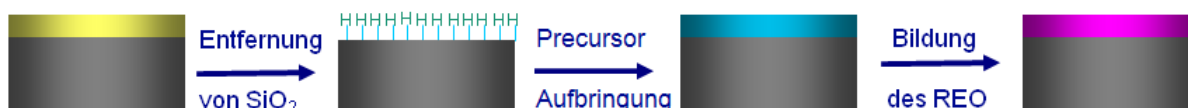
Tabelle 24: Gitterparameter von $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ [24]
Gitterkonstanten		
	$a = 1049.22(9) \text{ pm}$	$a = 1038.4(1) \text{ pm}$
	$b = 1513.8(1) \text{ pm}$	$b = 1506.7(1) \text{ pm}$
	$c = 1136.91(9) \text{ pm}$	$c = 1138.4(1) \text{ pm}$
	$\beta = 92.423(4)^\circ$	$\beta = 92.467(8)^\circ$
Zellvolumen	$1804.1(3) \text{ \AA}^3$	$1779.6(3) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.0210, 0.0586	0.0255, 0.0627

Fortsetzung von Tabelle 24: Gitterparameter von $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$
Gitterkonstanten		
	$a = 1032.5(1) \text{ pm}$	$a = 1033.1(1) \text{ pm}$
	$b = 1502.0(1) \text{ pm}$	$b = 1504.3(2) \text{ pm}$
	$c = 1134.6(1) \text{ pm}$	$c = 1136.4(2) \text{ pm}$
	$\beta = 92.53(1)^\circ$	$\beta = 92.612(3)^\circ$
Zellvolumen	$1757.9(3) \text{ \AA}^3$	$1764.4(4) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [$I > 2\sigma(I)$]	0.0275, 0.0467	0.0310, 0.0452

In Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von *Prof. Dr. Al-Shamery* (Universität Oldenburg) wurden verschiedene Precursorsysteme für Selten-Erd-Oxid-Dünnschichten auf einer Silicium-Oberfläche auf Basis von Selten-Erd-Nitrat-Verbindungen entwickelt und untersucht. Durch Aufbringung des in organischen Lösungsmitteln gelösten Precursor konnten Ultradünnschichten auf der H-Si(111)-Oberfläche erhalten werden (Abb. 67). Eine SE_2O_3 -Schicht konnte nach dem Aufheizen der Probe detektiert werden. Die Filmdicke konnte dabei auf $< 10 \text{ nm}$ bestimmt werden, wobei die Dicke des Films durch die Konzentration der Precursorlösung gesteuert werden kann.

**Abbildung 67:** Prozessschritte zur Herstellung der Oxid-Dünnschicht

Für die Perchlorate der Selten-Erd-Elemente konnte mit $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ ebenfalls erstmals ein Intermediat der Entwässerungsreaktion mit Orthoameisensäure-trimethylester isoliert und charakterisiert werden (Tab. 25). Es kristallisiert nach dem Umkristallisieren aus dem Ester monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/n$ (Nr. 14) und vier

Formeleinheiten in der Elementarzelle, wobei die Moleküle dichtest gepackt sind. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ wurde analog aber ohne anschließende Umkristallisation erhalten, wobei die bei der Ester-Hydrolyse entstandenen Methanol-Moleküle offenbar nicht vollkommen durch Ester-Moleküle ersetzt wurden (Tab. 25). Die Verbindung kristallisiert orthorhombisch mit der Raumgruppe *Pbca* (Nr. 61) und acht Formeleinheiten in der Elementarzelle, wobei die Moleküle in der Struktur ebenfalls dichtest gepackt sind. Der thermische Abbau liefert das jeweilige Selten-Erd-Oxidchlorid SEOCl ($\text{SE} = \text{Sm}, \text{Eu}$) und lässt sich in etwa drei endotherme und eine nachfolgende exotherme Stufe zerlegen, wobei vermutlich erst in mehreren Schritten das Lösungsmittel abgespalten wird und sich anschließend das solvensfreie $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3$ zersetzt.

Tabelle 25: Gitterparameter von $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ und $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$

Verbindung	$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$	$\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$
Gitterkonstanten	$a = 1002.69(3) \text{ pm}$ $b = 1584.17(4) \text{ pm}$ $c = 1714.54(5) \text{ pm}$ $\beta = 91.060(1)^\circ$	$a = 1666.98(6) \text{ pm}$ $b = 1466.24(6) \text{ pm}$ $c = 2061.11(9) \text{ pm}$
Zellvolumen	$2722.97(1) \text{ \AA}^3$	$5037.8(4) \text{ \AA}^3$
$R1, wR2 [I > 2\sigma(I)]$	0.0321, 0.0936	0.0570, 0.0739

Für die SE-Perchlorat-DME-Solvate ergaben sich den Ionenradien entsprechend drei verschiedene Strukturtypen. Die Perchlorate $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ ($\text{SE} = \text{La}, \text{Eu}$) kristallisierten triklin mit der Raumgruppe *P*-1 (Nr.2) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle (Tab. 26). Neben dem komplexen Kation $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]^+$ liegen auch nicht koordinierende Perchlorat-Anionen in der Struktur vor. Die Verbindungen $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ ($\text{SE} = \text{Pr}, \text{Nd}$) sind dagegen molekular aufgebaut und kristallisierten monoklin mit der Raumgruppe *C2/c* (Nr.15) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle (Tab. 27). Die Moleküle dieser Verbindung liegen dichtest gepackt in der Struktur vor. Die Verbindungen der dritten Familie $[\text{SE}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ ($\text{SE} = \text{Er}, \text{Lu}$) kristallisierten triklin mit der Raumgruppe *P*-1 (Nr. 2) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle (Tab. 28). Im Vergleich zu dem ersten Strukturtyp der leichteren Lanthanoide liegen noch unkoordinierte DME-Moleküle in der Struktur vor. Der thermische Abbau wird auch bei dieser Verbindungsklasse durch die typische stark exotherme Zersetzungsstufe dominiert. Nach dem thermischen Abbau bleibt das jeweilige Selten-Erd-Oxid Chlorid SEOCl ($\text{SE} = \text{La}, \text{Pr}, \text{Eu}, \text{Er}, \text{Lu}$), bzw. das Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 ($\text{SE} = \text{Nd}$) zurück.

Tabelle 26: Gitterparameter von $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$ und $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$

Verbindung	$[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$	$[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3](\text{ClO}_4)$
Gitterkonstanten	$a = 1416.48(6) \text{ pm}$ $b = 1801.9(1) \text{ pm}$ $c = 2144.8(1) \text{ pm}$ $\alpha = 88.924(7)^\circ$ $\beta = 88.188(5)^\circ$ $\gamma = 68.532(6)^\circ$	$a = 1038.1(3) \text{ pm}$ $b = 1352.7(3) \text{ pm}$ $c = 2139.2(3) \text{ pm}$ $\alpha = 69.15(1)^\circ$ $\beta = 84.18(2)^\circ$ $\gamma = 87.59(2)^\circ$
Zellvolumen	$5091.8(5) \text{ \AA}^3$	$2793(1) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0305, 0.0610	0.0736, 0.2106

Tabelle 27: Gitterparameter von $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ und $\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$

Verbindung	$\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	$\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$
Gitterkonstanten	$a = 895.91(7) \text{ pm}$ $b = 1451.44(6) \text{ pm}$ $c = 1587.5(1) \text{ pm}$ $\beta = 98.898(8)^\circ$	$a = 889.51(3) \text{ pm}$ $b = 1447.5(6) \text{ pm}$ $c = 1688.34(5) \text{ pm}$ $\beta = 111.862(1)^\circ$
Zellvolumen	$2039.5(2) \text{ \AA}^3$	$2017,6(1) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0243, 0.0610	0.0287, 0.0724

Tabelle 28: Gitterparameter von $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ und $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$

Verbindung	$[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$	$[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$
Gitterkonstanten	$a = 1049.28(4) \text{ pm}$ $b = 1351.82(6) \text{ pm}$ $c = 2096.7(1) \text{ pm}$ $\alpha = 107.325(6)^\circ$ $\beta = 94.768(6)^\circ$ $\gamma = 92.269(5)^\circ$	$a = 1044.13(5) \text{ pm}$ $b = 1347.67(6) \text{ pm}$ $c = 2088.1(1) \text{ pm}$ $\alpha = 107.202(7)^\circ$ $\beta = 94.991(7)^\circ$ $\gamma = 92.097(6)^\circ$
Zellvolumen	$2822.8(2) \text{ \AA}^3$	$2790.2(3) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0305, 0.0626	0.0276, 0.0539

Mit $\text{SE}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ (SE = Ce, Sm) konnte der bereits bekannte Strukturtyp der Perchlorat-THF-Solvate ergänzt werden. Die Verbindungen kristallisierten monoklin mit der Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle (Tab. 29). Desweiteren konnten mit der Erbium- und Lutetium-Verbindung die orthorhombische Modifikation für die schwereren Selten-Erd-Elemente erhalten werden. Sie kristallisierten mit der Raumgruppe $Pna2_1$ (Nr. 33) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle (Tab. 30). In beiden Typen liegen die Moleküleinheiten dichtest gepackt in der Struktur vor. Für $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$ konnte desweiteren ein völlig neuer Strukturtyp strukturell und thermisch charakterisiert werden (Tab. 31). Die Verbindung kristallisiert monoklin mit der Raumgruppe $I2/a$ (Nr. 15) und vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Der thermische Abbau wird auch bei diesen Verbindungen durch einen stark exothermen Zersetzungsschritt geprägt. Nach dem Abbau bleibt analog zu den DME-Solvaten das jeweilige Selten-Erd-Oxid SE_2O_3 (SE = Er, Lu, Sc) und CeO_2 sowie das Oxidchlorid SmOCl zurück.

Tabelle 29: Gitterparameter von $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ und $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$

Verbindung	$\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$	$\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$
Gitterkonstanten	$a = 939.03(5) \text{ pm}$	$a = 957.3(2) \text{ pm}$
	$b = 1675.80(5) \text{ pm}$	$b = 1686.1(3) \text{ pm}$
	$c = 1762.20(8) \text{ pm}$	$c = 1782.9(3) \text{ pm}$
	$\beta = 101.930(6)^\circ$	$\beta = 105.006(9)^\circ$
Zellvolumen	$2713.1(2) \text{ \AA}^3$	$2779.5(9) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.0259, 0.0628	0.0564, 0.1412

Tabelle 30: Gitterparameter von $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$ und $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$

Verbindung	$[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$	$[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{dme})_3](\text{ClO}_4)(\text{dme})_{0.5}$
Gitterkonstanten	$a = 1049.28(4) \text{ pm}$	$a = 1044.13(5) \text{ pm}$
	$b = 1351.82(6) \text{ pm}$	$b = 1347.67(6) \text{ pm}$
	$c = 2096.7(1) \text{ pm}$	$c = 2088.1(1) \text{ pm}$
	$\alpha = 107.325(6)^\circ$	$\alpha = 107.202(7)^\circ$
	$\beta = 94.768(6)^\circ$	$\beta = 94.991(7)^\circ$
	$\gamma = 92.269(5)^\circ$	$\gamma = 92.097(6)^\circ$
Zellvolumen	$2822.8(2) \text{ \AA}^3$	$2790.2(3) \text{ \AA}^3$
R1, wR2	0.0305, 0.0626	0.0276, 0.0539
[I>2sigma(I)]		

Tabelle 31: Gitterparameter von $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$

Verbindung	$[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4](\text{ClO}_4)$
Gitterkonstanten	$a = 2190.3(2) \text{ pm}$ $b = 1168.43(7) \text{ pm}$ $c = 2331.3(2) \text{ pm}$ $\beta = 91.67(1)^\circ$
Zellvolumen	$5963.6(8) \text{ \AA}^3$
R1, wR2 [I>2sigma(I)]	0.2251, 0.5952

4. Ausblick

Die bisher gewonnenen Ergebnisse im Bereich der Selten-Erd-Solvate mit komplexen Anionen haben gezeigt, dass sich im Rahmen dieses Themenkomplexes interessante Strukturen und Eigenschaften charakterisieren lassen. Es gibt jedoch noch viele weitere Fragestellungen, die in folgenden Arbeiten untersucht werden sollten.

So wären Verbindungen mit Selten-Erd-Elementen in ungewöhnlichen Oxidationsstufen wie +2 (SE = Sm, Eu, Tm, Yb) oder +4 (SE = Ce, Pr, Tb) besonders im Hinblick auf ihre mögliche Lumineszenz oder magnetischen Eigenschaften interessant.

Als komplexe Anionen bieten sich auch Chlorate, Nitrite und übergangsmetallhaltige komplexe Anionen wie MnO_4^- , CrO_4^- und ReO_4^- an. Diese Verbindungen könnten dabei zur Abscheidung von ternären Oxiden genutzt werden. Darüber hinaus sollen auch die etwas beständigeren Sulfate und ihre Derivate (Methansulfonate, Amidosulfate) berücksichtigt werden.

Bei den Lösungsmitteln wären neben den bereits erfolgreich verwendeten Tetrahydrofuran, 1,2-Dimethoxyethan und Orthoameisensäuretrimethylester auch die Alkohol-Addukte mit Methanol, Ethanol, Butanol und Isopropanol besonders mit Hinblick auf einen eventuellen Einsatz als Designer-Precursor von Interesse.

IV. Anhang – Inhaltsverzeichnis

A: Selten-Erd-Nitrat Ester-Solvate	6
1. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – SmNAM	6
1.1 Diamond Bilder	6
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	8
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	9
1.4 Bindungslängen und –winkel	10
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	14
1.6 Thermische Analyse	15
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	15
2. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – EuNAM	16
2.1 Diamond Bilder	16
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	18
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	19
2.4 Bindungslängen und –winkel	20
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	24
2.6 Thermische Analyse	25
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	25
B: Selten-Erd-Nitrat DME-Solvate	26
1. $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - LaNDME	26
1.1 Diamond Bilder	26
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	28
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	29
1.4 Bindungslängen und –winkel	30
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	34
1.6 Thermische Analyse	35
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	35
2. $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	36
2.1 Thermische Analyse	36
2.2 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	36

3. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - SmNDME	37
3.1 Diamond Bilder	37
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	39
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	40
3.4 Bindungslängen und -winkel	41
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	45
3.6 Thermische Analyse	46
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	46
4. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ -EuNDME	47
4.1 Diamond Bilder	47
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	49
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	50
4.4 Bindungslängen und -winkel	51
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	55
4.6 Thermische Analyse	56
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	56
C: Selten-Erd-Perchlorat Ester-Solvate	57
1. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ - SmCIAM	57
1.1 Diamond Bilder	57
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	59
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	60
1.4 Bindungslängen und -winkel	61
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	64
1.6 Thermische Analyse	66
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	66
2. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ - EuCIAM	67
2.1 Diamond Bilder	67
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	69
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	70
2.4 Bindungslängen und -winkel	71
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	75
2.6 Thermische Analyse	76
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	76

D: Selten-Erd-Perchlorat DME-Solvate	77
1. $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4$ - LaCIDME	77
1.1 Diamond Bilder	77
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	79
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	80
1.4 Bindungslängen und -winkel	84
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	101
1.6 Thermische Analyse	105
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	105
2. $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - PrCIDME	106
2.1 Diamond Bilder	106
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	108
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	109
2.4 Bindungslängen und -winkel	109
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	113
2.6 Thermische Analyse	114
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	114
3. $\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - NdCIDME	115
3.1 Diamond Bilder	115
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	117
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	118
3.4 Bindungslängen und -winkel	118
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	122
3.6 Thermische Analyse	123
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	123
4. $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2]\text{ClO}_4$ - EuCIDME	124
4.1 Diamond Bilder	124
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	126
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	127
4.4 Bindungslängen und -winkel	129
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	137
4.6 Thermische Analyse	139
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	139

5. $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - ErCIDME	140
5.1 Diamond Bilder	140
5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	142
5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	143
5.4 Bindungslängen und -winkel	145
5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	152
5.6 Thermische Analyse	154
5.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	154
6. $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - LuCIDME	155
6.1 Diamond Bilder	155
6.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	157
6.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	158
6.4 Bindungslängen und -winkel	160
6.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	166
6.6 Thermische Analyse	169
6.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	169
E: Selten-Erd-Perchlorat THF-Solvate	170
1. $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - CeCITHF	170
1.1 Diamond Bilder	170
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	172
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	173
1.4 Bindungslängen und -winkel	174
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	178
1.6 Thermische Analyse	180
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	180
2. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - SmCITHF	181
2.1 Diamond Bilder	181
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	183
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	184
2.4 Bindungslängen und -winkel	185
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	189
2.6 Thermische Analyse	191
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	191

3. $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - ErCITHF	192
3.1 Diamond Bilder	192
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	194
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	195
3.4 Bindungslängen und -winkel	196
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	200
3.6 Thermische Analyse	201
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	201
4. $\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - LuCITHF	202
4.1 Diamond Bilder	202
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	204
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	205
4.4 Bindungslängen und -winkel	206
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	210
4.6 Thermische Analyse	211
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	211
5. $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4]\text{ClO}_4$ - ScCITHF	212
5.1 Diamond Bilder	212
5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	214
5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	215
5.4 Bindungslängen und -winkel	216
5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	218
5.6 Thermische Analyse	220
5.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	220

V. Literaturverzeichnis

- [1] M. Wickleder, *Chem. Rev.* **2002**, 102, 2011.
- [2] W. Prandtl, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1938**, 238, 321.
- [3] R. Bock, *Angew. Chem.* **1950**, 62, 375.
- [4] Boatner, L. A., G. W. Beall, M. M. Abraham, C. B. Finch, P. G. Huray, M. Rappaz, 1980, Scientific Basis for Nuclear Waste Management (ed. *Chem.* **1980**, 19, 1207 C. J. Northrup), Vol. 2, Plenum: New York 1980, p. 289; Milinski, N.; Ribar, B.; Sataric, M. *Cryst. Struc. Comm.* **1980**, 9, 473; Rogers, D. J.; Taylor, N. J.; Toogood, G. E. *Acta Crystallogr.* **1983**, C39, 939, Shi, B.; Wang, J. *Xiamen Daxue Xuebao* **1991**, 30, 55, Stumpf, Th.; Bolte, M. *Acta Crystallogr.* **2001**, E57, 10 Moret, E.; Bünzli, J.-C. G.; Schenk, K. J. *Inorg. Chim. Acta* **1990**, 178, 83; Ribar, B.; Milinski, N.; Budovalcev, Z.; Krstanovic, I. *Cryst. Struc. Comm.* **1980**, 9, 203; Ribar, B.; Kapor, A.; Argay, G.; Kalman, A. *Acta Crystallogr.* **1986**, B42, 1450; Stockhause, S.; Meyer, G. Z. *Kristallogr. NCS* **1997**, 212, 315; Eriksson, B. *Acta Chem. Scand.* **1982**, A36, 186; Junk, P. C.; Kepert, D. L.; Skelton, B. W.; White, A. H. *Aust. J. Chem.* **1999**, 52, 497; Gobichon, A. E.; Louër, M.; Auffredic, J. P.; Louër, D. J. *Solid State Chem.* **1996**, 126, 127; Milinski, N.; Radivojevic, P.; Ribar, B.; Djuric, S. *Cryst. Struc. Comm.* **1982**, 11, 1241; Radivojevic, P.; Milinski, N.; Ribar, B.; Lazar, D. *Croatica Chim. Acta* **1984**, 57, 451.
- [5] Brezeanu, M., L. Patron, O. Carp, I. Mindru, N. L. Petre, 199, RUXXA3 RO 114416 B1 19990430 (Patent) Application: RO 97-9701140 19970619.
- [6] Ahlers, M., *Diplomarbeit*, Oldenburg, **2007**.
- [7] W. Kleber, H.-J. Bautsch, J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*, 18. Aufl. Verlag Technik, Berlin, **1998**.
- [8] A. R. West, *Grundlagen der Festkörperchemie*, 1. Aufl VCH, Weinheim, New York, Cambridge, Basel, **1992**.
- [9] W. Massa, *Kristallstrukturbestimmung*, 3. Aufl. B. G. Teubner, Stuttgart, Leipzig, Wiesbaden, **2002**.
- [10] H. Krischner, *Einführung in die Röntgenfeinstrukturanalyse*, 3. Aufl. Vieweg, Braunschweig, Wiesbaden, **1987**.
- [11] L. Smart, E. Moore, *Einführung in die Festkörperchemie*, 1. Aufl. Vieweg, Braunschweig, Wiesbaden, **1997**.
- [12] A. L. Spek, *Platon 1.12*, Glasgow, **2007**.
- [13] M. I. Pope, M. D. Judd, *Differential Thermal Analysis*, 1. Ed. Heyden, London, Bellmawr, Rheine, **1977**.
- [14] Stoe & Cie, *X-RED 1.22*, Darmstadt, **2001**.
- [15] G. Sheldrick, *SHELXS-86/-97 u. SHELXL-93/-97*, Göttingen, **1997**.
- [16] Stoe & Cie, *X-STEP32 1.06f*, Darmstadt, **2000**.

- [17] Stoe & Cie, *X-SHAPE 1.06*, Darmstadt, **1999**.
- [18] Stoe & Cie, *WIN X-POW 2.20*, Darmstadt, **2006**.
- [19] K. Brandenburg, *Diamond 3.1e*, Bonn, **2007**.
- [20] Mettler-Toledo GmbH, *STAR^e Software 8.1*, Schwerzenbach, **2004**.
- [21] M. Niemeyer, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2006**, 632, 1449.
- [22] Heiba, Z.K.;Akin, Y.;Sigmund, W.;Hascicek, Y.S., *J. Appl. Crystallogr.*, **2003**, 36, 1411.
- [23] M. Niemeyer, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, 625, 848.
- [24] W. J. Evans, D. G. Giarikos, P. S. Workman, J. W. Ziller, *Inorg. Chem.* **2004**, 43, 5754.
- [25] Beall, G.W., Milligan, W.O., Wolcott, H.A., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **1977**, 39, 65.
- [26] Hirotsaki, N.;Ogata, S.;Kocer, C., *J. Alloy Compd.*, **2003**, 351, 31.
- [27] Ahlf, M., *laufende Arbeiten zur Dissertation*
- [28] B. Eriksson, L. O. Larsson, L. Niinisto, J. Valkonen, *Inorg. Chem.* **1980**, 19, 1207.
- [29] H. K. S. de Souza, M. M. A. Melo, J. D. Gomes Fernandes, K. Zinner, L. B. Zinner, J. Zukerman-Schpector, G. Vicentini, *J. Alloys Compd.*, **2000**, 303-304, 168; H. K. S. de Souza, V. R. de Silveira, F. M. M. Borges, D. M. A. Melo, H. Scatena Jr., O. A. de Oliveira, A. G. Souza, *J. Therm. Anal. Cal.*, **2007**, 87, 433.
- [30] Ahlf, M., *Diplomarbeit*, Oldenburg, **2008**.
- [31] Zöllner, M., *Diplomarbeit*, Oldenburg, **2009**.
- [32] W. W. Wendlandt, *Anal. Chim. Acta* **1956**, 15, 435.
- [33] W. W. Wendlandt, J. L. Bear, *J. Inorg. Nucl. Chem.* **1960**, 12, 276.
- [34] M. Steinberg, I. Shidlovsky, *Bull. Res. Counc. Isr. A* **1962**, 3, 11.
- [35] Templeton, D.H.;Dauben, C.H., *J. Am. Chem. Soc.*, **1953**, 75, 6069.
- [36] Aitasalo, T.;Holsa, J.;Lastusaari, M.;Legendziewicz, J.;Lehto, L.;Linden, J.;Marysko, M., *J. Alloy Compd.*, **2004**, 380, 296.
- [37] Zachariasen, W.H., *Skrifter utgitt av det Norske Videnskaps-Akademii Oslo 1: Matematisk-Naturvidenskapelig Klasse*, **1928**, 1, 165.
- [38] Varez, A.;Garcia-Gonzalez, E.;Jolly, J.;Sanz, J., *J. Eur. Ceram. Soc.*, **2007**, 27, 3677.
- [39] Marsella, L.;Fiorentini, V., *Phys. Rev. B - Condensed Matter*, **2004**, 69, 172103-1.
- [40] Hoelsae, J.;Lastusaari, M.;Valkonen, J., *J. Alloy Compd.*, **1997**, 262, 299.
- [41] Zachariasen, W.H., *Acta Cryst.*, **1949**, 2, 388.
- [42] Schleid, T.;Meyer, G., *J. Less-Common Met.*, **1989**, 149, 73.

VI. Danksagung

An erster Stelle möchte *Herrn Prof. Dr. M. S. Wickleder* für das interessante Thema meiner Doktorarbeit und die freundliche Betreuung während der Arbeit danken sowie für die schöne Zeit, die ich in seinem Arbeitskreis hatte.

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

Frau Prof. Dr. K. Al-Shamery danke ich für die freundliche Übernahme des Amtes der Drittprüferin.

Für die Messungen am Einkristalldiffraktometer danke ich *Herrn Wolfgang Saak* und *Herrn Detlev Haase*.

Für die Messungen an dem Pulverdiffraktometer danke ich *Stefan Schwarzer*, *Frauke Gerlach*, *Christian Logemann* und *Steffen Gagelmann*.

Maraïke Ahlf und dem AK Al-Shamery danke ich für die gute Kooperation und die interessante gemeinsame Forschung an SEO-Oberflächen.

Stefan Schwarzer danke ich für seine Fotos und das geduldige Fotografieren meiner Kristalle.

Ulf Betke danke ich für die Hilfe bei der Lösung und Verfeinerung der Kristallstrukturen, das Korrekturlesen meiner Doktorarbeit sowie für eine geniale gemeinsame Zeit vom ersten Semester an.

Christian Logemann danke ich für die Hilfe bei computertechnischen Fragen, für das Korrekturlesen der Arbeit und die amüsante Mitbetreuung beim A-Praktikum.

Frauke Gerlach danke ich für die Hilfe bei organisatorischen Fragen und für ihre liebenswürdige Art gegenüber Kollegen.

Des Weiteren möchte ich mich bei dem gesamten AK *Wickleder* und der AC für die freundliche Zusammenarbeit und die äußerst angenehme Arbeitsatmosphäre bedanken.

Beim *DAAD* möchte ich mich für das bewilligte Kurzzeitstipendium für Doktoranden bedanken.

Ich bedanke mich bei *Prof. Dr. Lightfoot*, der *Lightfood* group und dem *Chemistry Department* für die drei wunderbaren Monate an der St. Andrews University in Schottland.

Sandra Reisinger möchte ich für die freundliche Aufnahme und die schöne gemeinsame Zeit in St. Andrews danken.

Karen Johnston möchte ich für das Korrekturlesen meines Abstracts sowie für ihre herzliche Art und die organisatorische Hilfe bei meinem Auslandsaufenthalt danken.

Dr. Donna Arnold danke ich für die fantastische gemeinsame Zeit im Stables Cottage und einen unvergesslichen Aufenthalt in St. Andrews.

Zuletzt möchte ich mich natürlich auch bei *meiner Familie*, besonders bei *meinen Eltern* und *meinem Bruder Michael* für die Unterstützung während meines gesamten Studiums und meiner Promotion ganz herzlich bedanken.

VII. Erklärung

Hiermit versichere ich, dass die von mir vorgelegte Dissertation selbständig verfasst, die benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben und die Stellen der Arbeit, einschließlich Tabellen, Daten und Abbildungen, die anderen Werken im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen sind, in jedem Einzelfall als Entlehnung kenntlich gemacht wurden. Aus dieser Dissertation sind die auf den folgenden Seiten genannten Veröffentlichungen hervorgegangen. Die Dissertation hat weder zu Teilen noch in Gänze einer anderen wissenschaftlichen Hochschule zur Begutachtung in einem Promotionsverfahren vorgelegen.

Mareike Ahlers, Oldenburg 22. Januar 2009

Aus der vorliegenden Dissertation sind die folgenden Veröffentlichungen hervorgegangen:

Veröffentlichungen und Patente:

Schnars, Hanno; Al-Shamery, Katharina; Wickleder, Mathias; Ahlers, Mareike; Ahlf, Maraike. *Method for production of rare-earth metal oxide films for field-effect transistors*. Ger. Offen. (**2009**), 11pp. CODEN: GWXXBX DE 102008029385 A1 20091224 CAN 152:87885 AN 2009:1597012

Schnars, Hanno; Al-Shamery, Katharina; Wickleder, Mathias; Ahlers, Mareike. *Method for production of rare-earth metal oxide films for field-effect transistors*. PCT Int. Appl. (**2009**), 21pp. CODEN: PIXXD2 WO 2009156415 A2 20091230 CAN 152:87911 AN 2009:1618953

Tagungsbeiträge:

„THF-Solvate von Selten-Erd-Perchloraten: Synthese, Kristallstruktur und thermischer Abbau“ (Tage der Seltenen-Erden, Bonn-Röttgen **2007** und Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie, Erlangen **2008**)

„THF-Solvate von Perchloraten der schweren Lanthanide und Scandium“ (Fachgruppentagung Festkörperchemie, Bayreuth **2008**)

„La(NO₃)₃-basierte Designerprecusoren zur Abscheidung von La₂O₃-Ultradünnschichten auf Halbleiteroberflächen“ (Tage der Seltenen-Erden, Bochum **2008** und Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie, Hannover **2009**)

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Mareike Ahlers
Geburtsdatum: 08.07.1983
Geburtsort: Bremen
Familienstand: ledig

Schulbildung

1990-1994 Grundschule Habbrügge
1994-1996 Orientierungsstufe Ganderkesee
1996-2003 Gymnasium Ganderkesee
06/2003 Abitur

Akademische Laufbahn

10/2003 Immatrikulation an der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg im Fach Diplom Chemie
10/2007 Diplom (Note: sehr gut)
Fachrichtung Anorganische Chemie
Thema der Diplomarbeit: *Solvate der Nitrate und Perchlorate von Lanthan, Praseodym und Neodym: Synthese, Struktur und thermischer Abbau*
11/2007 Beginn der Promotion
Fachrichtung Anorganische Chemie
(Abschluss voraussichtlich Anfang 2010)
08-10/2009 University of St. Andrews, Schottland
Forschungsaufenthalt

Berufliche Tätigkeiten

seit 11/2007 Wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Reine und Angewandte Chemie der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg (AG Wickleder)

Stipendium

08-10/2009 Kurzstipendium für Doktoranden, Deutscher Akademischer Austausch Dienst

Ehrenamtliche Tätigkeiten

1999-2002	Vorstandsmitglied der Landjugend Ganderkesee (Presse- und Schriftwart)
seit 1999	Mitglied der Speelkoppel Immer (ab 2002 Kassenwart)
10/2003-10/2007	Mitglied der Fachschaft Chemie der Carl von Ossietzky Universität Oldenburg

Auslandsaufenthalte

07/2000	Sprachferien in Paris, Frankreich (2 Wochen)
07/2001	Sprachferien in Calgary, Kanada (3 Wochen)
07/2002	Sprachferien in Victoria, Kanada (4 Wochen)
07-09/2003	Aupair-Aufenthalt in Irland (3 Monate)
08-10/2009	University of St. Andrews, Schottland Forschungsaufenthalt (3 Monate)

IV. Anhang – Inhaltsverzeichnis

A: Selten-Erd-Nitrat Ester-Solvate	6
1. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – SmNAM	6
1.1 Diamond Bilder	6
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	8
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	9
1.4 Bindungslängen und –winkel	10
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	14
1.6 Thermische Analyse	15
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	15
2. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – EuNAM	16
2.1 Diamond Bilder	16
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	18
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	19
2.4 Bindungslängen und –winkel	20
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	24
2.6 Thermische Analyse	25
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	25
B: Selten-Erd-Nitrat DME-Solvate	26
1. $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ – LaNDME	26
1.1 Diamond Bilder	26
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	28
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	29
1.4 Bindungslängen und –winkel	30
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	34
1.6 Thermische Analyse	35
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	35
2. $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	36
2.1 Thermische Analyse	36
2.2 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	36

3. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - SmNDME	37
3.1 Diamond Bilder	37
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	39
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	40
3.4 Bindungslängen und -winkel	41
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	45
3.6 Thermische Analyse	46
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	46
4. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ -EuNDME	47
4.1 Diamond Bilder	47
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	49
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	50
4.4 Bindungslängen und -winkel	51
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	55
4.6 Thermische Analyse	56
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	56
C: Selten-Erd-Perchlorat Ester-Solvate	57
1. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3$ - SmCIAM	57
1.1 Diamond Bilder	57
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	59
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	60
1.4 Bindungslängen und -winkel	61
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	64
1.6 Thermische Analyse	66
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	66
2. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ - EuCIAM	67
2.1 Diamond Bilder	67
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	69
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	70
2.4 Bindungslängen und -winkel	71
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	75
2.6 Thermische Analyse	76
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	76

D: Selten-Erd-Perchlorat DME-Solvate	77
1. $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4$ - LaCIDME	77
1.1 Diamond Bilder	77
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	79
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	80
1.4 Bindungslängen und -winkel	84
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	101
1.6 Thermische Analyse	105
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	105
2. $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - PrCIDME	106
2.1 Diamond Bilder	106
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	108
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	109
2.4 Bindungslängen und -winkel	109
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	113
2.6 Thermische Analyse	114
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	114
3. $\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - NdCIDME	115
3.1 Diamond Bilder	115
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	117
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	118
3.4 Bindungslängen und -winkel	118
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	122
3.6 Thermische Analyse	123
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	123
4. $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2]\text{ClO}_4$ - EuCIDME	124
4.1 Diamond Bilder	124
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	126
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	127
4.4 Bindungslängen und -winkel	129
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	137
4.6 Thermische Analyse	139
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	139

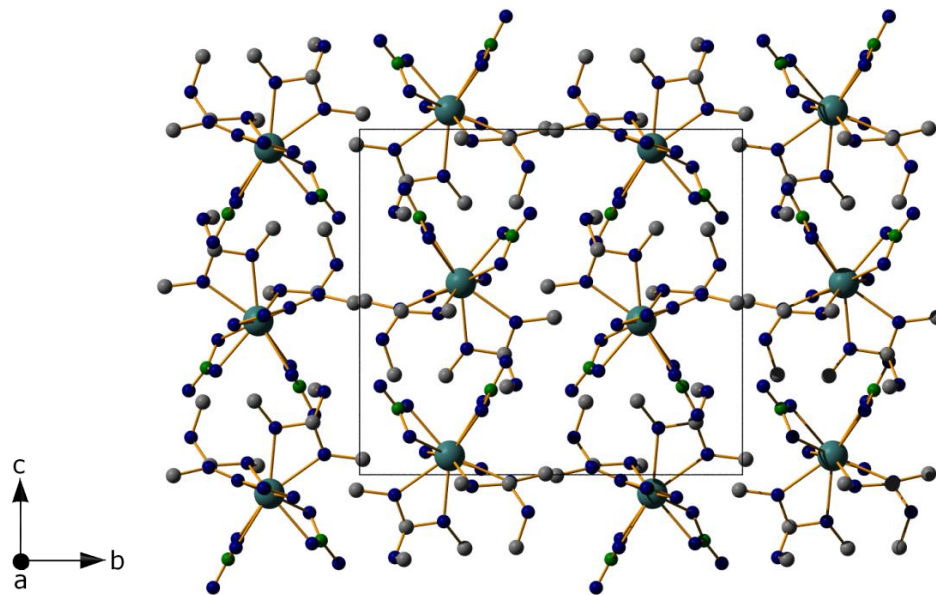
5. $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - ErCIDME	140
5.1 Diamond Bilder	140
5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	142
5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	143
5.4 Bindungslängen und -winkel	145
5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	152
5.6 Thermische Analyse	154
5.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	154
6. $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - LuCIDME	155
6.1 Diamond Bilder	155
6.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	157
6.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	158
6.4 Bindungslängen und -winkel	160
6.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	166
6.6 Thermische Analyse	169
6.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	169
E: Selten-Erd-Perchlorat THF-Solvate	170
1. $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - CeCITHF	170
1.1 Diamond Bilder	170
1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	172
1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	173
1.4 Bindungslängen und -winkel	174
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	178
1.6 Thermische Analyse	180
1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	180
2. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - SmCITHF	181
2.1 Diamond Bilder	181
2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	183
2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	184
2.4 Bindungslängen und -winkel	185
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	189
2.6 Thermische Analyse	191
2.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	191

3. $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - ErCITHF	192
3.1 Diamond Bilder	192
3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	194
3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	195
3.4 Bindungslängen und -winkel	196
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	200
3.6 Thermische Analyse	201
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	201
4. $\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - LuCITHF	202
4.1 Diamond Bilder	202
4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	204
4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	205
4.4 Bindungslängen und -winkel	206
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	210
4.6 Thermische Analyse	211
4.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	211
5. $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4]\text{ClO}_4$ - ScCITHF	212
5.1 Diamond Bilder	212
5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter	214
5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter	215
5.4 Bindungslängen und -winkel	216
5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter	218
5.6 Thermische Analyse	220
5.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes	220

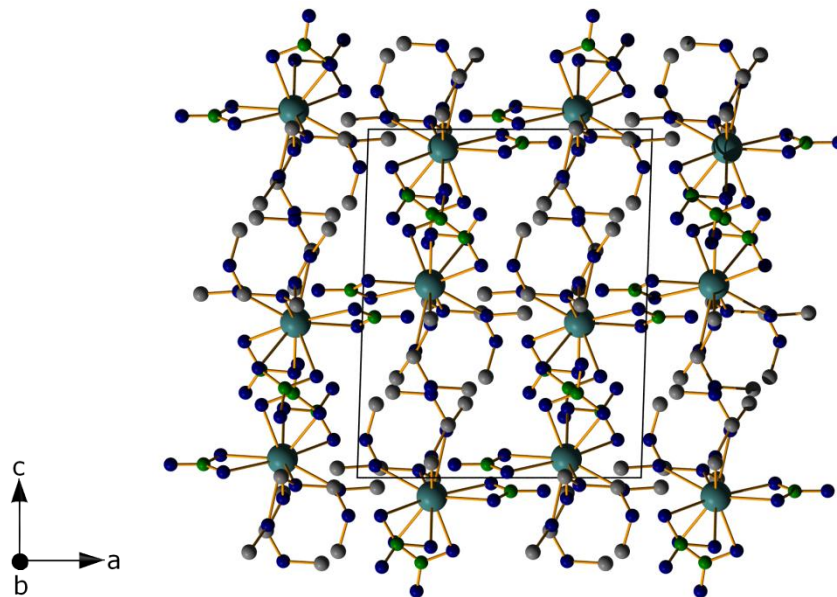
A: Selten-Erd-Nitrat Ester-Solvate

1. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – SmNAM

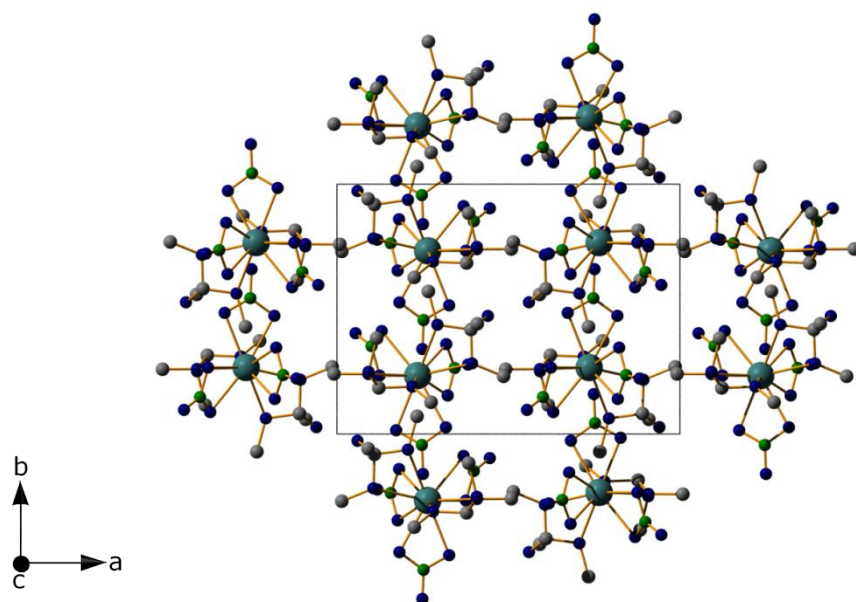
1.1 Diamond Bilder



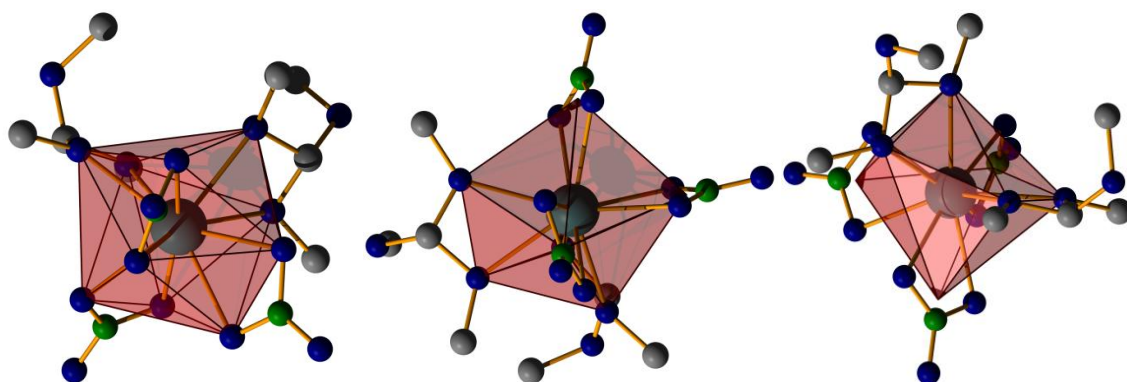
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



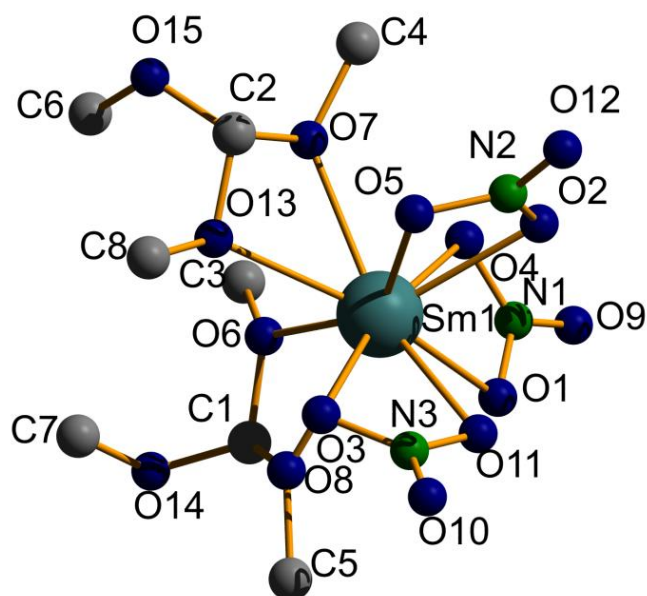
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Koordinationspolyeder zehnfach und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 1.2 Crystal data and structure refinement for SmNAM:

Empirical formula	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$	
Formula weight	548.62	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	$P2_1/n$ (No.14)	
Unit cell dimensions	$a = 1042.74(4)$ pm	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 1425.71(5)$ pm	$\beta = 91.944(2)^\circ$
	$c = 1285.82(4)$ pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	$1.91046(12)$ nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.907 mg/m ³	
Absorption coefficient	3.151 mm ⁻¹	
F(000)	1084	
Theta range for data collection	3.17 to 32.52°.	
Index ranges	$-15 \leq h \leq 15$, $-21 \leq k \leq 19$, $-19 \leq l \leq 19$	
Reflections collected	58088	
Independent reflections	6924 [R(int) = 0.0316]	
Completeness to theta = 32.52°	99.8 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	6924 / 0 / 244	
Goodness-of-fit on F ²	1.044	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0153, wR2 = 0.0414	
R indices (all data)	R1 = 0.0186, wR2 = 0.0422	
Largest diff. peak and hole	0.666 and -0.573 e.Å ⁻³	

1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 1.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuNAM: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Eu(1)	7655(1)	2643(1)	5539(1)	15(1)
O(1)	8092(2)	2797(1)	3641(1)	20(1)
O(2)	7666(2)	3752(1)	6984(2)	30(1)
O(3)	6395(2)	1816(1)	6852(2)	25(1)
N(1)	6481(2)	3985(2)	6902(2)	25(1)
O(4)	5875(2)	3691(1)	6091(2)	28(1)
O(5)	5623(2)	2078(1)	4653(1)	18(1)
O(6)	7167(2)	1066(1)	4788(1)	19(1)
O(7)	7591(2)	4076(1)	4410(2)	25(1)
O(8)	9835(2)	3275(2)	5650(2)	30(1)
O(9)	9724(2)	1823(1)	5162(2)	28(1)
O(10)	7510(2)	4078(1)	2605(2)	26(1)
O(11)	5267(2)	601(1)	3913(1)	23(1)
O(12)	8450(2)	1766(2)	7091(2)	31(1)
N(2)	427(2)	2526(2)	5387(2)	29(1)
N(3)	7351(2)	1567(2)	7430(2)	27(1)
O(13)	1586(2)	2495(2)	5380(2)	50(1)
O(14)	5969(2)	4452(2)	7560(2)	42(1)
C(1)	5807(2)	1096(2)	4729(2)	18(1)
O(15)	7220(2)	1171(2)	8255(2)	47(1)
C(2)	4285(2)	2345(2)	4727(2)	28(1)
C(3)	8145(2)	3776(2)	3481(2)	22(1)
C(4)	5585(3)	904(2)	2890(2)	26(1)
C(5)	6157(3)	3845(2)	2541(2)	29(1)
C(6)	7681(3)	140(2)	5034(3)	31(1)
C(7)	8725(3)	2249(2)	2866(2)	32(1)
C(8)	7595(4)	5081(2)	4566(3)	47(1)

1.4 Bindungslängen und -winkel

Table 1.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for SmNAM:

Sm(1)-O(11)	244.59(12)
Sm(1)-O(1)	244.95(11)
Sm(1)-O(5)	247.94(11)
Sm(1)-O(2)	248.40(11)
Sm(1)-O(7)	250.38(10)
Sm(1)-O(3)	250.75(11)
Sm(1)-O(13)	251.10(10)
Sm(1)-O(8)	251.35(11)
Sm(1)-O(6)	251.45(10)
Sm(1)-O(4)	251.89(11)
Sm(1)-N(3)	290.18(13)
Sm(1)-N(1)	291.19(13)
O(1)-N(1)	127.9(2)
O(2)-N(2)	126.96(18)
O(3)-N(3)	127.31(17)
O(4)-N(1)	127.16(19)
O(5)-N(2)	127.88(17)
O(6)-C(1)	140.89(19)
O(6)-C(3)	144.38(19)
O(7)-C(2)	141.53(16)
O(7)-C(4)	144.80(19)
O(8)-C(1)	140.99(19)
O(8)-C(5)	144.1(2)
O(9)-N(1)	121.36(18)
O(10)-N(3)	121.07(17)
O(11)-N(3)	127.66(17)
N(2)-O(12)	120.98(17)
C(1)-O(14)	136.31(17)
C(2)-O(15)	136.73(17)
C(2)-O(13)	141.19(18)
O(13)-C(8)	144.84(17)
O(14)-C(7)	144.49(19)
O(15)-C(6)	143.80(18)
O(11)-Sm(1)-O(1)	75.15(4)
O(11)-Sm(1)-O(5)	77.23(4)

O(1)-Sm(1)-O(5)	130.49(4)
O(11)-Sm(1)-O(2)	73.73(4)
O(1)-Sm(1)-O(2)	81.47(4)
O(5)-Sm(1)-O(2)	51.51(4)
O(11)-Sm(1)-O(7)	151.14(4)
O(1)-Sm(1)-O(7)	121.89(4)
O(5)-Sm(1)-O(7)	74.18(4)
O(2)-Sm(1)-O(7)	85.40(4)
O(11)-Sm(1)-O(3)	51.60(4)
O(1)-Sm(1)-O(3)	117.76(4)
O(5)-Sm(1)-O(3)	71.13(4)
O(2)-Sm(1)-O(3)	107.50(4)
O(7)-Sm(1)-O(3)	120.20(4)
O(11)-Sm(1)-O(13)	122.24(4)
O(1)-Sm(1)-O(13)	156.47(4)
O(5)-Sm(1)-O(13)	72.07(3)
O(2)-Sm(1)-O(13)	117.10(4)
O(7)-Sm(1)-O(13)	51.09(3)
O(3)-Sm(1)-O(13)	72.39(4)
O(11)-Sm(1)-O(8)	84.95(4)
O(1)-Sm(1)-O(8)	75.03(4)
O(5)-Sm(1)-O(8)	141.53(4)
O(2)-Sm(1)-O(8)	151.64(4)
O(7)-Sm(1)-O(8)	120.50(3)
O(3)-Sm(1)-O(8)	71.06(4)
O(13)-Sm(1)-O(8)	89.96(4)
O(11)-Sm(1)-O(6)	133.38(4)
O(1)-Sm(1)-O(6)	79.85(4)
O(5)-Sm(1)-O(6)	145.54(4)
O(2)-Sm(1)-O(6)	139.92(4)
O(7)-Sm(1)-O(6)	75.13(3)
O(3)-Sm(1)-O(6)	112.58(4)
O(13)-Sm(1)-O(6)	76.62(3)
O(8)-Sm(1)-O(6)	50.52(4)
O(11)-Sm(1)-O(4)	118.20(4)
O(1)-Sm(1)-O(4)	51.58(4)
O(5)-Sm(1)-O(4)	112.73(4)

O(2)-Sm(1)-O(4)	70.02(4)
O(7)-Sm(1)-O(4)	70.69(4)
O(3)-Sm(1)-O(4)	168.96(4)
O(13)-Sm(1)-O(4)	118.50(4)
O(8)-Sm(1)-O(4)	105.75(4)
O(6)-Sm(1)-O(4)	70.55(4)
O(11)-Sm(1)-N(3)	25.86(4)
O(1)-Sm(1)-N(3)	97.93(4)
O(5)-Sm(1)-N(3)	70.08(4)
O(2)-Sm(1)-N(3)	88.89(4)
O(7)-Sm(1)-N(3)	138.23(4)
O(3)-Sm(1)-N(3)	25.93(4)
O(13)-Sm(1)-N(3)	96.82(4)
O(8)-Sm(1)-N(3)	79.01(4)
O(6)-Sm(1)-N(3)	128.61(4)
O(4)-Sm(1)-N(3)	144.06(4)
O(11)-Sm(1)-N(1)	96.58(4)
O(1)-Sm(1)-N(1)	25.79(4)
O(5)-Sm(1)-N(1)	124.58(4)
O(2)-Sm(1)-N(1)	73.65(4)
O(7)-Sm(1)-N(1)	96.37(4)
O(3)-Sm(1)-N(1)	143.42(4)
O(13)-Sm(1)-N(1)	141.07(4)
O(8)-Sm(1)-N(1)	90.87(4)
O(6)-Sm(1)-N(1)	74.14(4)
O(4)-Sm(1)-N(1)	25.80(4)
N(3)-Sm(1)-N(1)	121.51(4)
N(1)-O(1)-Sm(1)	97.74(9)
N(2)-O(2)-Sm(1)	96.35(8)
N(3)-O(3)-Sm(1)	94.60(8)
N(1)-O(4)-Sm(1)	94.63(9)
N(2)-O(5)-Sm(1)	96.31(8)
C(1)-O(6)-C(3)	114.40(12)
C(1)-O(6)-Sm(1)	103.89(8)
C(3)-O(6)-Sm(1)	136.70(10)
C(2)-O(7)-C(4)	113.61(12)
C(2)-O(7)-Sm(1)	100.56(8)

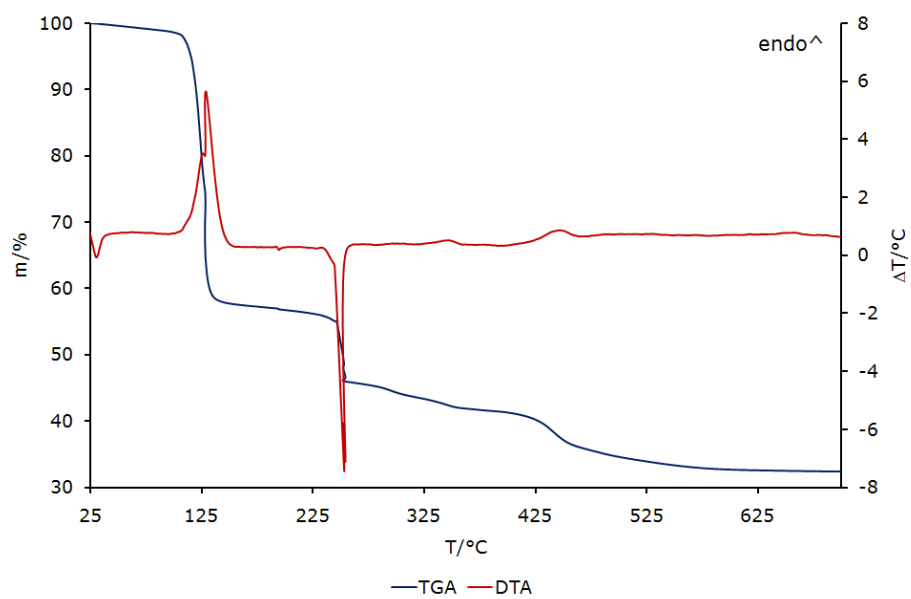
C(4)-O(7)-Sm(1)	131.86(9)
C(1)-O(8)-C(5)	114.46(13)
C(1)-O(8)-Sm(1)	103.90(9)
C(5)-O(8)-Sm(1)	137.30(10)
O(9)-N(1)-O(4)	122.42(17)
O(9)-N(1)-O(1)	121.58(16)
O(4)-N(1)-O(1)	115.99(13)
O(9)-N(1)-Sm(1)	176.67(14)
O(4)-N(1)-Sm(1)	59.57(7)
O(1)-N(1)-Sm(1)	56.47(7)
N(3)-O(11)-Sm(1)	97.44(9)
O(12)-N(2)-O(2)	122.67(15)
O(12)-N(2)-O(5)	121.72(15)
O(2)-N(2)-O(5)	115.61(12)
O(12)-N(2)-Sm(1)	175.57(13)
O(2)-N(2)-Sm(1)	57.97(7)
O(5)-N(2)-Sm(1)	57.81(7)
O(14)-C(1)-O(6)	114.19(12)
O(14)-C(1)-O(8)	113.85(13)
O(6)-C(1)-O(8)	99.14(11)
O(10)-N(3)-O(3)	122.26(14)
O(10)-N(3)-O(11)	122.23(15)
O(3)-N(3)-O(11)	115.51(12)
O(10)-N(3)-Sm(1)	171.63(12)
O(3)-N(3)-Sm(1)	59.47(7)
O(11)-N(3)-Sm(1)	56.70(7)
O(15)-C(2)-O(13)	113.92(11)
O(15)-C(2)-O(7)	114.23(12)
O(13)-C(2)-O(7)	99.80(10)
C(2)-O(13)-C(8)	112.63(11)
C(2)-O(13)-Sm(1)	100.33(7)
C(8)-O(13)-Sm(1)	133.25(9)
C(1)-O(14)-C(7)	114.86(12)
C(2)-O(15)-C(6)	116.34(11)

1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 1.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmNAM: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Sm(1)	13(1)	20(1)	16(1)	-1(1)	0(1)	1(1)
O(1)	21(1)	43(1)	34(1)	6(1)	2(1)	8(1)
O(2)	25(1)	44(1)	30(1)	-10(1)	-1(1)	-7(1)
O(3)	25(1)	31(1)	32(1)	4(1)	-3(1)	-5(1)
O(4)	20(1)	39(1)	31(1)	0(1)	0(1)	-5(1)
O(5)	24(1)	36(1)	23(1)	-5(1)	3(1)	1(1)
O(6)	23(1)	24(1)	20(1)	-2(1)	5(1)	1(1)
O(7)	18(1)	18(1)	27(1)	-2(1)	-1(1)	-2(1)
O(8)	42(1)	19(1)	21(1)	0(1)	0(1)	6(1)
O(9)	13(1)	85(1)	62(1)	-10(1)	4(1)	0(1)
N(1)	15(1)	53(1)	25(1)	-5(1)	1(1)	1(1)
O(10)	46(1)	41(1)	47(1)	18(1)	12(1)	-7(1)
O(11)	25(1)	37(1)	36(1)	12(1)	-3(1)	-1(1)
N(2)	35(1)	29(1)	20(1)	-5(1)	3(1)	-4(1)
C(1)	24(1)	27(1)	21(1)	-5(1)	-1(1)	9(1)
N(3)	29(1)	22(1)	32(1)	4(1)	6(1)	-1(1)
O(12)	64(1)	60(1)	28(1)	-23(1)	6(1)	-4(1)
C(2)	19(1)	21(1)	21(1)	-1(1)	-1(1)	4(1)
C(3)	33(1)	40(1)	30(1)	2(1)	15(1)	-4(1)
C(4)	34(1)	22(1)	46(1)	-4(1)	-7(1)	-7(1)
C(5)	96(2)	21(1)	35(1)	4(1)	3(1)	12(1)
O(13)	13(1)	21(1)	25(1)	1(1)	0(1)	0(1)
O(14)	30(1)	30(1)	21(1)	-7(1)	-4(1)	8(1)
O(15)	27(1)	23(1)	23(1)	0(1)	-3(1)	7(1)
C(6)	35(1)	28(1)	22(1)	2(1)	0(1)	-1(1)
C(7)	28(1)	33(1)	33(1)	-3(1)	-7(1)	2(1)
C(8)	15(1)	40(1)	38(1)	8(1)	-2(1)	-5(1)

1.6 Thermische Analyse

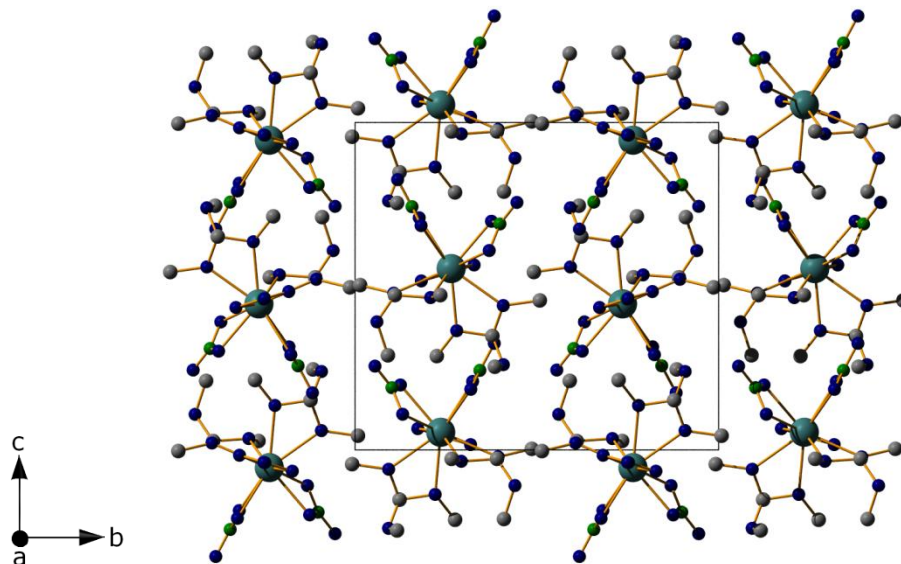


1.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes

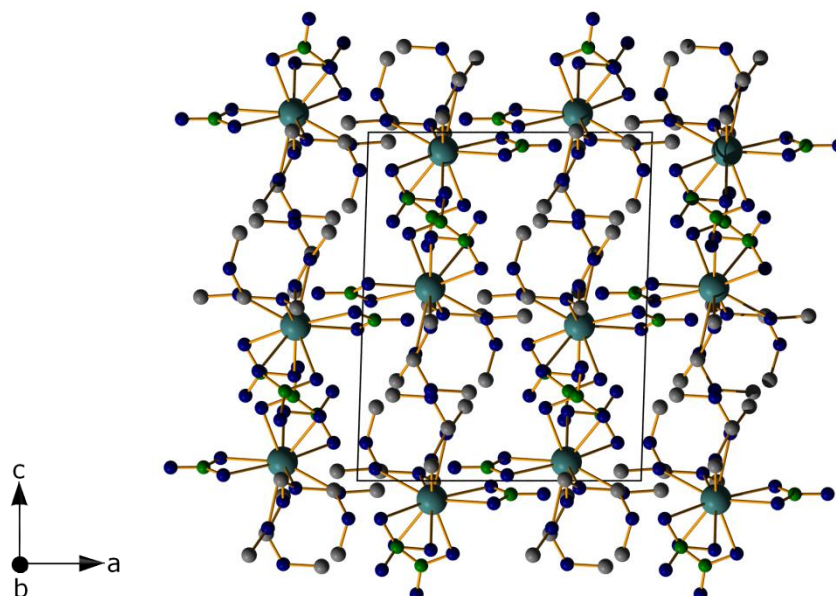
Der Zersetzungsrückstand war leider röntgenamorph.

2. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2$ – EuNAM

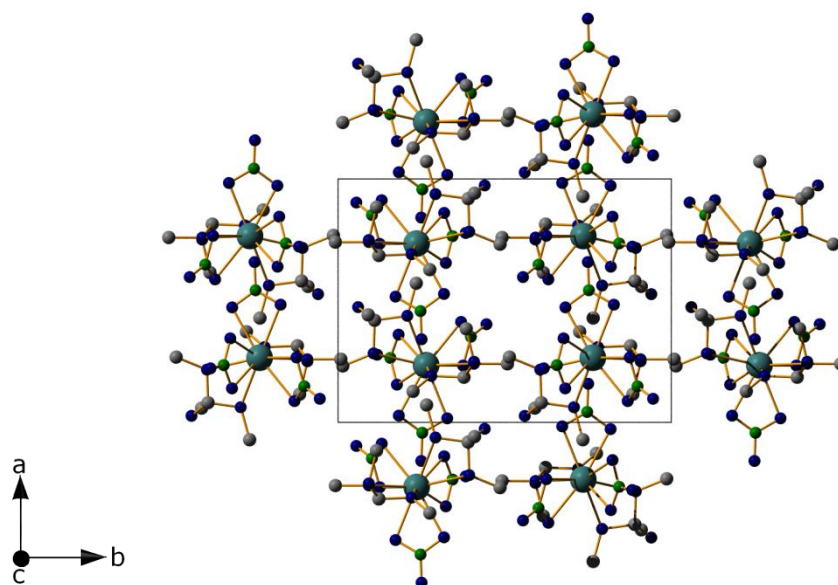
2.1 Diamond Bilder



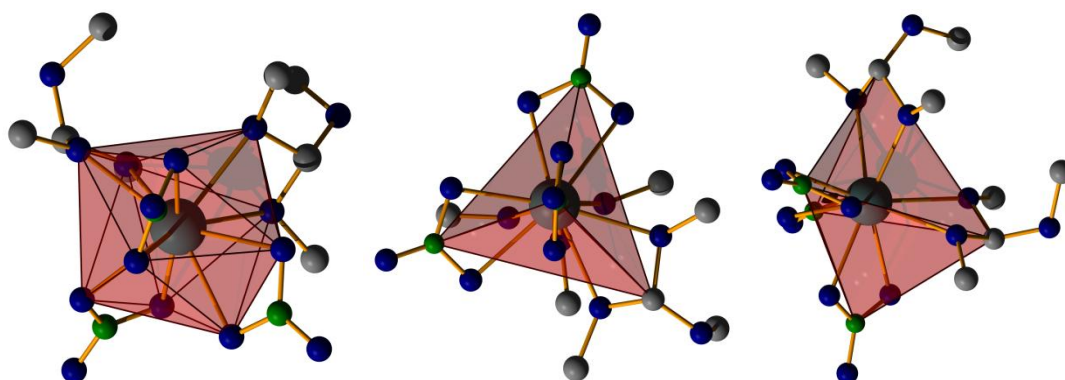
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



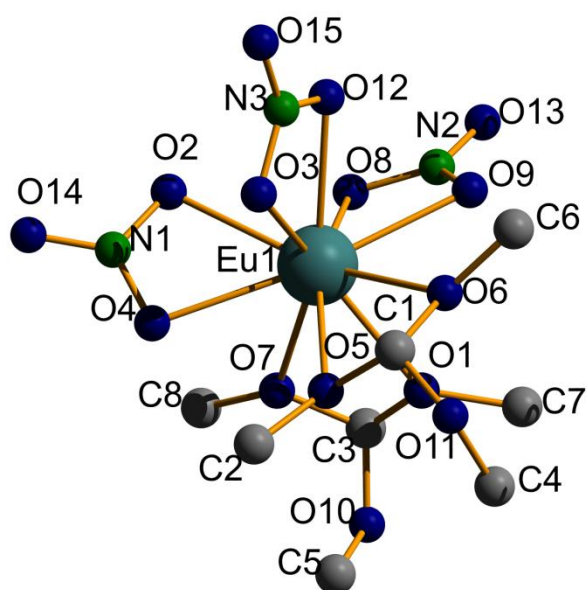
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Koordinationspolyeder zehnfach und verzerrte trigonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 2.2 Crystal data and structure refinement for EuNAM:

Empirical formula	Eu(NO ₃) ₃ (CH(OCH ₃) ₃) ₂	
Formula weight	550.23	
Temperature	293(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	P21/n (Nr. 14)	
Unit cell dimensions	a = 1042.61(6) pm	a = 90°.
	b = 1423.78(7) pm	b = 91.834(7)°.
	c = 1280.61(7) pm	g = 90°.
Volume	1.90002(18) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.924 Mg/m ³	
Absorption coefficient	3.379 mm ⁻¹	
F(000)	1088	
Theta range for data collection	2.56 to 28.42°.	
Index ranges	-13 ≤ h ≤ 13, -18 ≤ k ≤ 18, -17 ≤ l ≤ 17	
Reflections collected	24731	
Independent reflections	4679 [R(int) = 0.0444]	
Completeness to theta = 28.42°	98.0 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4679 / 0 / 244	
Goodness-of-fit on F ²	0.995	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0184, wR2 = 0.0465	
R indices (all data)	R1 = 0.0254, wR2 = 0.0492	
Largest diff. peak and hole	0.650 and -0.595 e.Å ⁻³	

2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 2.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuNAM: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Eu(1)	7655(1)	2643(1)	5539(1)	15(1)
O(1)	8092(2)	2797(1)	3641(1)	20(1)
O(2)	7666(2)	3752(1)	6984(2)	30(1)
O(3)	6395(2)	1816(1)	6852(2)	25(1)
N(1)	6481(2)	3985(2)	6902(2)	25(1)
O(4)	5875(2)	3691(1)	6091(2)	28(1)
O(5)	5623(2)	2078(1)	4653(1)	18(1)
O(6)	7167(2)	1066(1)	4788(1)	19(1)
O(7)	7591(2)	4076(1)	4410(2)	25(1)
O(8)	9835(2)	3275(2)	5650(2)	30(1)
O(9)	9724(2)	1823(1)	5162(2)	28(1)
O(10)	7510(2)	4078(1)	2605(2)	26(1)
O(11)	5267(2)	601(1)	3913(1)	23(1)
O(12)	8450(2)	1766(2)	7091(2)	31(1)
N(2)	10427(2)	2526(2)	5387(2)	29(1)
N(3)	7351(2)	1567(2)	7430(2)	27(1)
O(13)	11586(2)	2495(2)	5380(2)	50(1)
O(14)	5969(2)	4452(2)	7560(2)	42(1)
C(1)	5807(2)	1096(2)	4729(2)	18(1)
O(33)	7220(2)	1171(2)	8255(2)	47(1)
C(2)	4285(2)	2345(2)	4727(2)	28(1)
C(3)	8145(2)	3776(2)	3481(2)	22(1)
C(4)	5585(3)	904(2)	2890(2)	26(1)
C(5)	6157(3)	3845(2)	2541(2)	29(1)
C(6)	7681(3)	140(2)	5034(3)	31(1)
C(7)	8725(3)	2249(2)	2866(2)	32(1)
C(8)	7595(4)	5081(2)	4566(3)	47(1)

2.4 Bindungslängen und -winkel

Table 2.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for EuNAM:

Eu(1)-O(2)	243.12(19)
Eu(1)-O(8)	244.42(18)
Eu(1)-O(3)	246.51(17)
Eu(1)-O(12)	246.8(2)
Eu(1)-O(6)	248.94(17)
Eu(1)-O(1)	249.67(17)
Eu(1)-O(7)	249.98(19)
Eu(1)-O(4)	249.99(18)
Eu(1)-O(5)	250.47(17)
Eu(1)-O(9)	251.31(17)
Eu(1)-N(1)	288.6(2)
Eu(1)-N(3)	289.2(2)
O(1)-C(3)	141.1(3)
O(1)-C(7)	143.9(3)
O(2)-N(1)	128.0(3)
O(3)-N(3)	127.3(3)
N(1)-O(14)	121.0(3)
N(1)-O(4)	127.0(3)
O(5)-C(1)	141.3(3)
O(5)-C(2)	145.2(3)
O(6)-C(1)	141.9(3)
O(6)-C(6)	145.3(3)
O(7)-C(3)	140.5(3)
O(7)-C(8)	144.6(4)
O(8)-N(2)	128.3(3)
O(9)-N(2)	126.9(3)
O(10)-C(3)	135.5(3)
O(10)-C(5)	144.9(3)
O(11)-C(1)	136.7(3)
O(11)-C(4)	142.7(3)
O(12)-N(3)	127.0(3)
N(2)-O(13)	121.0(3)
N(3)-O(33)	120.9(3)
O(2)-Eu(1)-O(8)	74.67(6)

O(2)-Eu(1)-O(3)	77.36(7)
O(8)-Eu(1)-O(3)	130.63(7)
O(2)-Eu(1)-O(12)	73.91(7)
O(8)-Eu(1)-O(12)	81.50(7)
O(3)-Eu(1)-O(12)	51.82(6)
O(2)-Eu(1)-O(6)	151.11(6)
O(8)-Eu(1)-O(6)	122.18(6)
O(3)-Eu(1)-O(6)	74.07(6)
O(12)-Eu(1)-O(6)	85.04(7)
O(2)-Eu(1)-O(1)	133.42(6)
O(8)-Eu(1)-O(1)	79.97(6)
O(3)-Eu(1)-O(1)	145.39(6)
O(12)-Eu(1)-O(1)	139.56(6)
O(6)-Eu(1)-O(1)	75.17(6)
O(2)-Eu(1)-O(7)	84.83(7)
O(8)-Eu(1)-O(7)	74.97(7)
O(3)-Eu(1)-O(7)	141.19(6)
O(12)-Eu(1)-O(7)	151.74(7)
O(6)-Eu(1)-O(7)	120.75(6)
O(1)-Eu(1)-O(7)	50.79(6)
O(2)-Eu(1)-O(4)	51.93(6)
O(8)-Eu(1)-O(4)	117.49(7)
O(3)-Eu(1)-O(4)	71.09(6)
O(12)-Eu(1)-O(4)	107.93(6)
O(6)-Eu(1)-O(4)	120.18(6)
O(1)-Eu(1)-O(4)	112.51(6)
O(7)-Eu(1)-O(4)	70.76(6)
O(2)-Eu(1)-O(5)	122.46(6)
O(8)-Eu(1)-O(5)	156.37(6)
O(3)-Eu(1)-O(5)	72.17(6)
O(12)-Eu(1)-O(5)	117.36(6)
O(6)-Eu(1)-O(5)	51.34(5)
O(1)-Eu(1)-O(5)	76.40(5)
O(7)-Eu(1)-O(5)	89.64(6)
O(4)-Eu(1)-O(5)	72.22(6)
O(2)-Eu(1)-O(9)	117.72(7)
O(8)-Eu(1)-O(9)	51.70(7)

O(3)-Eu(1)-O(9)	112.83(6)
O(12)-Eu(1)-O(9)	69.59(6)
O(6)-Eu(1)-O(9)	70.87(6)
O(1)-Eu(1)-O(9)	70.68(6)
O(7)-Eu(1)-O(9)	105.98(6)
O(4)-Eu(1)-O(9)	168.80(7)
O(5)-Eu(1)-O(9)	118.82(6)
O(2)-Eu(1)-N(1)	26.10(7)
O(8)-Eu(1)-N(1)	97.65(7)
O(3)-Eu(1)-N(1)	70.03(6)
O(12)-Eu(1)-N(1)	89.21(7)
O(6)-Eu(1)-N(1)	138.19(6)
O(1)-Eu(1)-N(1)	128.68(6)
O(7)-Eu(1)-N(1)	78.81(6)
O(4)-Eu(1)-N(1)	26.04(7)
O(5)-Eu(1)-N(1)	96.76(6)
O(9)-Eu(1)-N(1)	143.82(7)
O(2)-Eu(1)-N(3)	72.85(7)
O(8)-Eu(1)-N(3)	105.86(7)
O(3)-Eu(1)-N(3)	25.96(6)
O(12)-Eu(1)-N(3)	25.90(6)
O(6)-Eu(1)-N(3)	79.56(6)
O(1)-Eu(1)-N(3)	152.84(6)
O(7)-Eu(1)-N(3)	156.24(6)
O(4)-Eu(1)-N(3)	88.71(6)
O(5)-Eu(1)-N(3)	95.47(6)
O(9)-Eu(1)-N(3)	91.84(6)
N(1)-Eu(1)-N(3)	77.56(6)
C(3)-O(1)-C(7)	114.48(19)
C(3)-O(1)-Eu(1)	103.72(14)
C(7)-O(1)-Eu(1)	136.57(16)
N(1)-O(2)-Eu(1)	97.21(15)
N(3)-O(3)-Eu(1)	96.07(13)
O(14)-N(1)-O(4)	122.1(2)
O(14)-N(1)-O(2)	122.1(3)
O(4)-N(1)-O(2)	115.7(2)
O(14)-N(1)-Eu(1)	171.6(2)

O(4)-N(1)-Eu(1)	59.75(12)
O(2)-N(1)-Eu(1)	56.68(12)
N(1)-O(4)-Eu(1)	94.22(14)
C(1)-O(5)-C(2)	112.54(18)
C(1)-O(5)-Eu(1)	100.13(13)
C(2)-O(5)-Eu(1)	133.39(15)
C(1)-O(6)-C(6)	113.62(19)
C(1)-O(6)-Eu(1)	100.66(13)
C(6)-O(6)-Eu(1)	131.69(17)
C(3)-O(7)-C(8)	114.7(2)
C(3)-O(7)-Eu(1)	103.78(14)
C(8)-O(7)-Eu(1)	136.73(18)
N(2)-O(8)-Eu(1)	97.64(14)
N(2)-O(9)-Eu(1)	94.73(14)
C(3)-O(10)-C(5)	115.02(19)
C(1)-O(11)-C(4)	116.31(19)
N(3)-O(12)-Eu(1)	96.01(15)
O(13)-N(2)-O(9)	122.7(3)
O(13)-N(2)-O(8)	121.4(3)
O(9)-N(2)-O(8)	115.9(2)
O(13)-N(2)-Eu(1)	176.4(2)
O(9)-N(2)-Eu(1)	59.48(12)
O(8)-N(2)-Eu(1)	56.43(11)
O(33)-N(3)-O(12)	122.1(3)
O(33)-N(3)-O(3)	122.0(2)
O(12)-N(3)-O(3)	115.9(2)
O(33)-N(3)-Eu(1)	175.8(2)
O(12)-N(3)-Eu(1)	58.09(12)
O(3)-N(3)-Eu(1)	57.96(12)
O(11)-C(1)-O(5)	113.9(2)
O(11)-C(1)-O(6)	114.34(19)
O(5)-C(1)-O(6)	99.62(17)
O(11)-C(1)-Eu(1)	149.68(16)
O(5)-C(1)-Eu(1)	53.06(10)
O(6)-C(1)-Eu(1)	52.47(10)
O(10)-C(3)-O(7)	113.7(2)
O(10)-C(3)-O(1)	114.4(2)

O(7)-C(3)-O(1)	99.08(18)
O(10)-C(3)-Eu(1)	140.25(16)
O(7)-C(3)-Eu(1)	50.51(11)
O(1)-C(3)-Eu(1)	50.45(11)

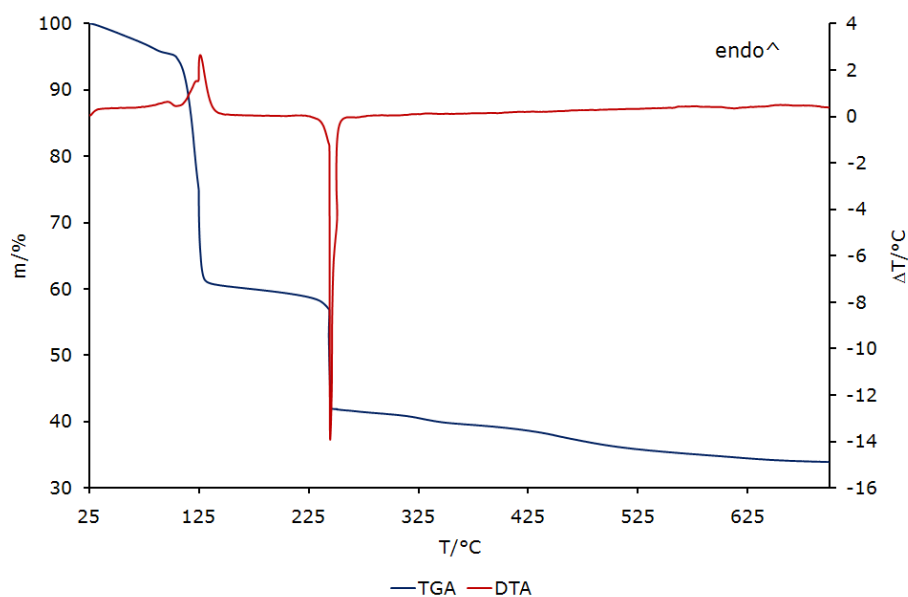
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 2.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuNAM: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

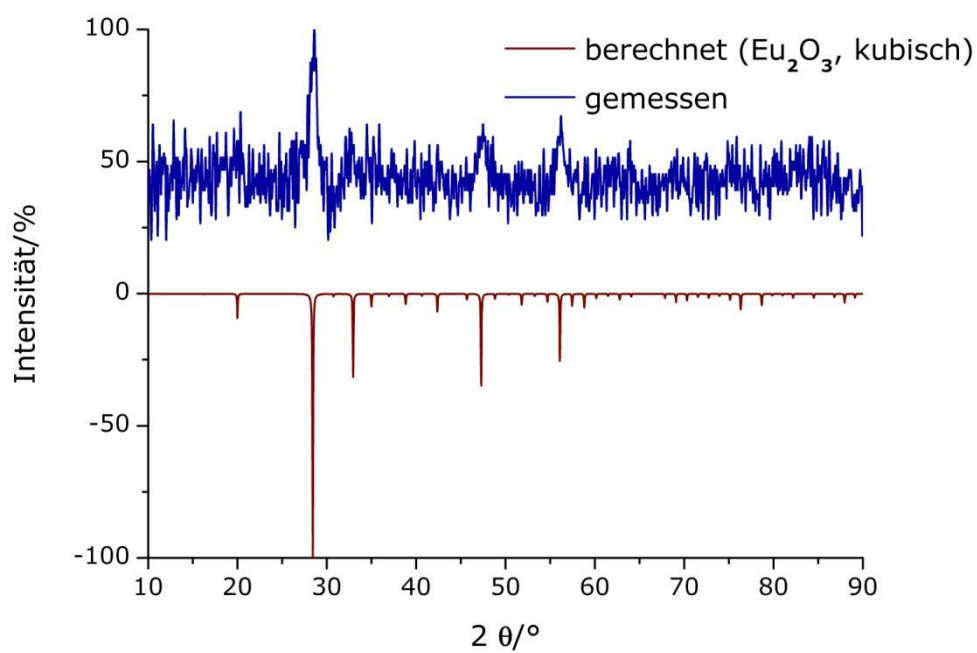
	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Eu(1)	11(1)	19(1)	15(1)	1(1)	0(1)	-1(1)
O(1)	20(1)	21(1)	19(1)	2(1)	5(1)	-2(1)
O(2)	23(1)	35(1)	33(1)	-12(1)	1(1)	0(1)
O(3)	22(1)	33(1)	21(1)	4(1)	3(1)	-1(1)
N(1)	26(1)	21(1)	28(1)	-3(1)	6(1)	-1(1)
O(4)	24(1)	29(1)	31(1)	-4(1)	-1(1)	5(1)
O(5)	11(1)	20(1)	24(1)	-1(1)	1(1)	1(1)
O(6)	15(1)	17(1)	24(1)	2(1)	-1(1)	2(1)
O(7)	38(1)	18(1)	20(1)	0(1)	2(1)	-4(1)
O(8)	19(1)	41(1)	31(1)	-5(1)	2(1)	-8(1)
O(9)	19(1)	36(1)	30(1)	0(1)	0(1)	4(1)
O(10)	28(1)	28(1)	20(1)	7(1)	-2(1)	-9(1)
O(11)	24(1)	22(1)	21(1)	1(1)	-3(1)	-6(1)
O(12)	22(1)	41(1)	29(1)	10(1)	0(1)	6(1)
N(2)	14(1)	51(2)	24(1)	6(1)	2(1)	-1(1)
N(3)	33(1)	26(1)	21(1)	4(1)	4(1)	4(1)
O(13)	11(1)	81(2)	60(2)	10(1)	4(1)	0(1)
O(14)	43(1)	40(1)	44(1)	-18(1)	13(1)	5(1)
C(1)	15(1)	19(1)	20(1)	2(1)	0(1)	-4(1)
O(33)	59(2)	56(2)	25(1)	21(1)	7(1)	4(1)
C(2)	13(1)	35(1)	37(2)	-8(1)	-1(1)	4(1)
C(3)	22(1)	23(1)	21(1)	4(1)	-1(1)	-9(1)
C(4)	29(1)	29(1)	20(1)	-1(1)	-2(1)	0(1)
C(5)	25(1)	30(2)	30(2)	4(1)	-7(1)	0(1)
C(6)	32(1)	21(1)	41(2)	4(1)	-7(1)	7(1)

C(7)	31(1)	38(2)	27(1)	-1(1)	15(1)	2(1)
C(8)	86(3)	20(2)	35(2)	-4(1)	3(2)	-12(2)

2.6 Thermische Analyse



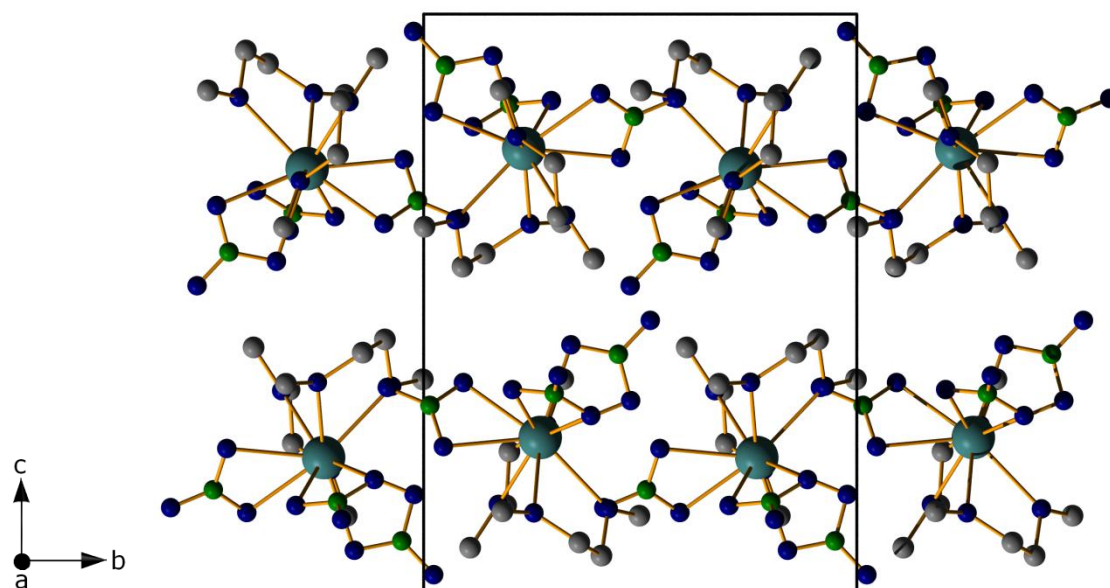
2.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Eu_2O_3 [22]



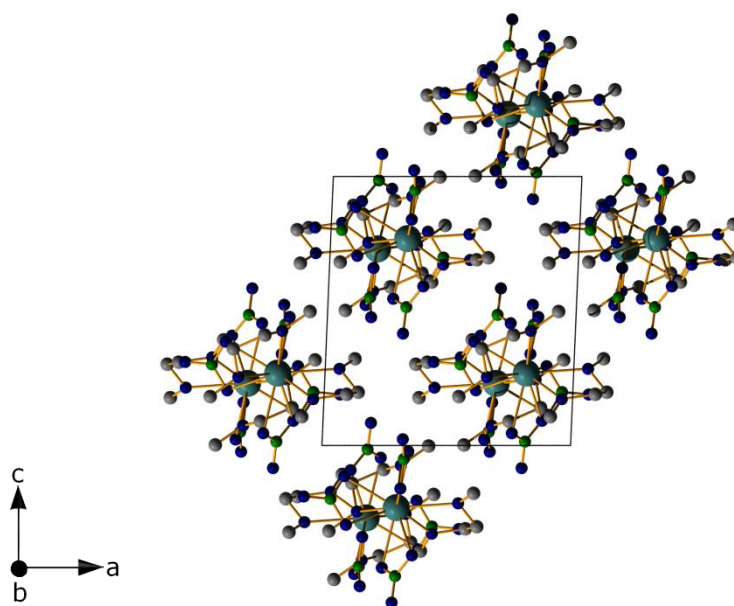
B: Selten-Erd-Nitrat DME-Solvate

1. $\text{La}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_9)_2$ - LaNDME

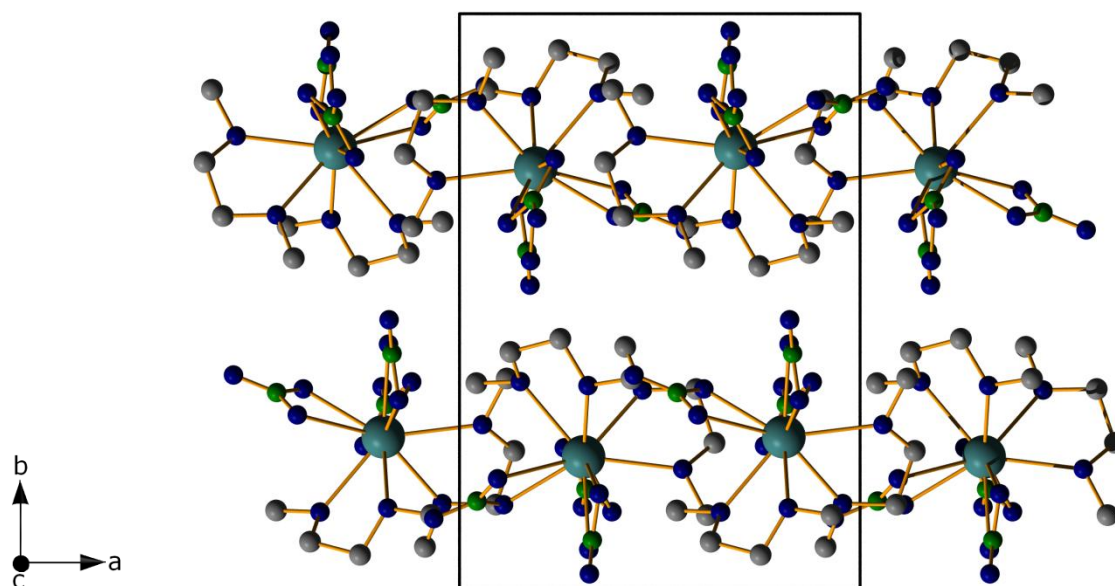
1.1 Diamond Bilder



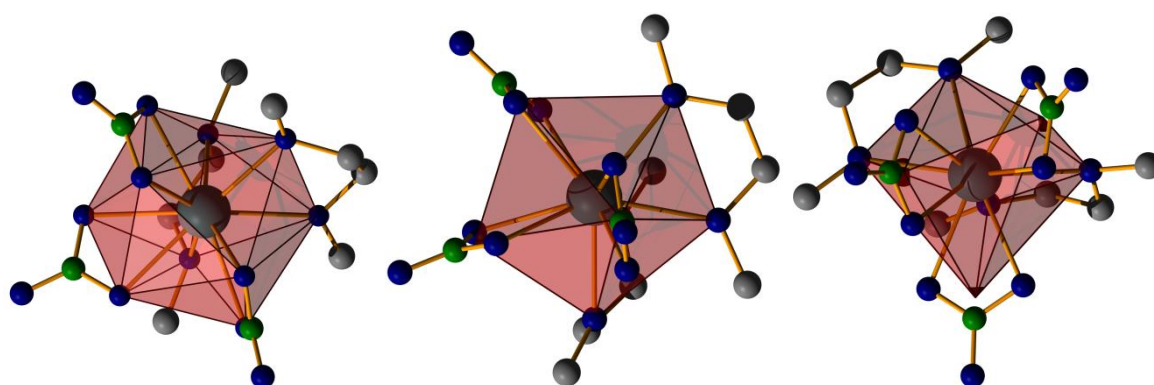
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



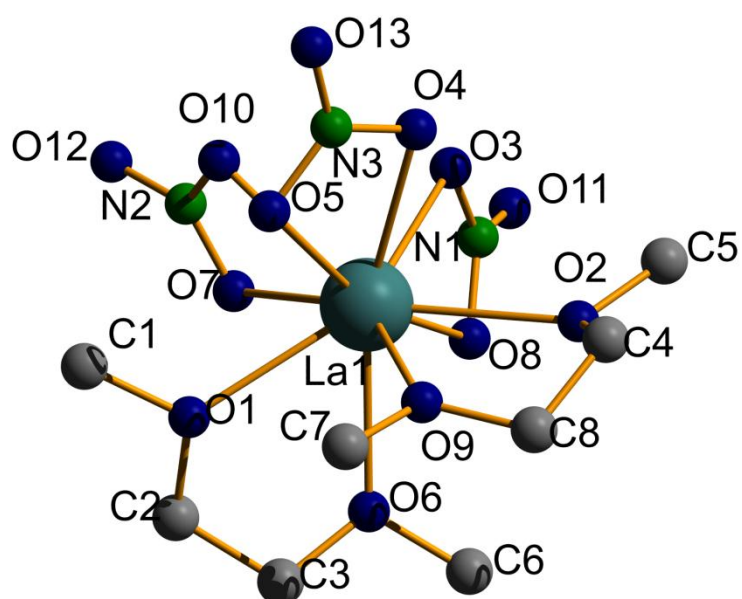
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Koordinationspolyeder mit den Sauerstoffatomen und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 1.2 Crystal data and structure refinement for LaNDME:

Empirical formula	La(NO ₃) ₃ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₂	
Formula weight	505.18	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i> (No.14)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1049.22(9) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1513.77(12) pm	$\beta = 92.423(4)^\circ$
	<i>c</i> = 1136.91(9) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	1.8041(3) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.860 mg/m ³	
Absorption coefficient	2.436 mm ⁻¹	
F(000)	1000	
Theta range for data collection	2.24 to 40.29°.	
Index ranges	-18 ≤ <i>h</i> ≤ 17, -26 ≤ <i>k</i> ≤ 27, -20 ≤ <i>l</i> ≤ 20	
Reflections collected	52411	
Independent reflections	11326 [R(int) = 0.0446]	
Completeness to theta = 40.29°	99.4 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	11326 / 0 / 227	
Goodness-of-fit on F ²	1.008	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0210, wR2 = 0.0586	
R indices (all data)	R1 = 0.0275, wR2 = 0.0604	
Extinction coefficient	0.00127(17)	
Largest diff. peak and hole	0.803 and -0.754 e.Å ⁻³	

1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 1.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LaNDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
La(1)	6902(1)	7673(1)	7691(1)	14(1)
O(1)	8482(1)	6370(1)	7545(1)	21(1)
O(2)	4426(1)	7885(1)	7849(1)	25(1)
O(3)	6772(1)	9278(1)	8400(1)	23(1)
O(4)	6195(1)	8625(1)	5917(1)	26(1)
O(5)	7384(1)	7517(1)	5455(1)	28(1)
O(6)	6793(1)	6439(1)	9262(1)	24(1)
N(1)	6685(1)	9116(1)	9495(1)	20(1)
O(7)	9050(1)	8053(1)	8859(1)	27(1)
O(8)	6517(1)	8312(1)	9779(1)	22(1)
O(9)	5433(1)	6516(1)	6723(1)	31(1)
O(10)	8901(1)	8503(1)	7051(1)	27(1)
O(11)	6758(1)	9700(1)	232(1)	33(1)
N(2)	9565(1)	8440(1)	8014(1)	25(1)
N(3)	6841(1)	8231(1)	5144(1)	26(1)
C(1)	9578(1)	6397(1)	6819(1)	27(1)
C(2)	8730(1)	5857(1)	8593(1)	25(1)
O(12)	643(1)	8744(1)	8105(1)	44(1)
O(13)	6931(1)	8540(1)	4159(1)	44(1)
C(3)	7483(1)	5630(1)	9104(1)	25(1)
C(4)	3636(2)	7431(1)	6980(2)	32(1)
C(5)	3821(2)	8683(1)	8223(2)	36(1)
C(6)	5708(2)	6320(1)	9980(2)	35(1)
C(7)	5863(2)	5768(1)	6073(2)	36(1)
C(8)	4093(2)	6499(1)	6903(2)	35(1)

1.4 Bindungslängen und -winkel

Table 1.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for LaNDME:

La(1)-O(9)	255.21(9)
La(1)-O(4)	256.20(10)
La(1)-O(3)	256.41(9)
La(1)-O(10)	257.54(10)
La(1)-O(1)	258.62(9)
La(1)-O(6)	259.07(9)
La(1)-O(8)	261.05(9)
La(1)-O(5)	262.37(11)
La(1)-O(2)	263.14(10)
La(1)-O(7)	263.06(10)
La(1)-N(1)	301.14(9)
La(1)-N(3)	301.36(11)
O(1)-C(2)	143.74(15)
O(1)-C(1)	144.39(16)
O(2)-C(5)	143.71(17)
O(2)-C(4)	143.88(18)
O(3)-N(1)	127.65(13)
O(4)-N(3)	127.97(15)
O(5)-N(3)	126.47(16)
O(6)-C(6)	143.93(17)
O(6)-C(3)	143.88(15)
N(1)-O(11)	121.84(13)
N(1)-O(8)	127.26(13)
O(7)-N(2)	126.60(15)
O(9)-C(8)	142.99(19)
O(9)-C(7)	143.57(17)
O(10)-N(2)	127.60(15)
N(2)-O(12)	122.10(15)
N(3)-O(13)	122.11(15)
C(2)-C(3)	149.4(2)
C(4)-C(8)	149.3(2)
O(9)-La(1)-O(4)	84.07(4)
O(9)-La(1)-O(3)	138.29(3)
O(4)-La(1)-O(3)	72.41(3)

O(9)-La(1)-O(10)	134.21(3)
O(4)-La(1)-O(10)	73.50(3)
O(3)-La(1)-O(10)	71.44(3)
O(9)-La(1)-O(1)	79.98(3)
O(4)-La(1)-O(1)	122.90(3)
O(3)-La(1)-O(1)	141.73(3)
O(10)-La(1)-O(1)	79.74(3)
O(9)-La(1)-O(6)	76.04(4)
O(4)-La(1)-O(6)	158.15(3)
O(3)-La(1)-O(6)	117.49(3)
O(10)-La(1)-O(6)	127.35(3)
O(1)-La(1)-O(6)	62.72(3)
O(9)-La(1)-O(8)	122.17(3)
O(4)-La(1)-O(8)	117.18(3)
O(3)-La(1)-O(8)	49.53(3)
O(10)-La(1)-O(8)	103.61(3)
O(1)-La(1)-O(8)	117.71(3)
O(6)-La(1)-O(8)	68.09(3)
O(9)-La(1)-O(5)	69.99(4)
O(4)-La(1)-O(5)	49.41(3)
O(3)-La(1)-O(5)	113.90(3)
O(10)-La(1)-O(5)	65.03(3)
O(1)-La(1)-O(5)	73.66(3)
O(6)-La(1)-O(5)	128.25(3)
O(8)-La(1)-O(5)	163.37(3)
O(9)-La(1)-O(2)	62.17(3)
O(4)-La(1)-O(2)	74.43(3)
O(3)-La(1)-O(2)	78.31(3)
O(10)-La(1)-O(2)	141.08(3)
O(1)-La(1)-O(2)	137.28(3)
O(6)-La(1)-O(2)	88.16(3)
O(8)-La(1)-O(2)	72.61(3)
O(5)-La(1)-O(2)	107.99(3)
O(9)-La(1)-O(7)	148.95(3)
O(4)-La(1)-O(7)	119.21(3)
O(3)-La(1)-O(7)	71.94(3)
O(10)-La(1)-O(7)	49.13(3)

O(1)-La(1)-O(7)	70.20(3)
O(6)-La(1)-O(7)	82.61(3)
O(8)-La(1)-O(7)	67.80(3)
O(5)-La(1)-O(7)	108.23(4)
O(2)-La(1)-O(7)	139.98(3)
O(9)-La(1)-N(1)	136.86(3)
O(4)-La(1)-N(1)	95.80(3)
O(3)-La(1)-N(1)	24.85(3)
O(10)-La(1)-N(1)	85.69(3)
O(1)-La(1)-N(1)	131.59(3)
O(6)-La(1)-N(1)	92.64(3)
O(8)-La(1)-N(1)	24.88(3)
O(5)-La(1)-N(1)	138.50(3)
O(2)-La(1)-N(1)	76.20(3)
O(7)-La(1)-N(1)	65.51(3)
O(9)-La(1)-N(3)	77.88(4)
O(4)-La(1)-N(3)	24.88(3)
O(3)-La(1)-N(3)	92.16(3)
O(10)-La(1)-N(3)	64.96(3)
O(1)-La(1)-N(3)	98.01(3)
O(6)-La(1)-N(3)	149.83(3)
O(8)-La(1)-N(3)	140.55(3)
O(5)-La(1)-N(3)	24.70(3)
O(2)-La(1)-N(3)	92.92(3)
O(7)-La(1)-N(3)	114.01(3)
N(1)-La(1)-N(3)	116.90(3)
C(2)-O(1)-C(1)	111.64(10)
C(2)-O(1)-La(1)	116.93(7)
C(1)-O(1)-La(1)	122.91(7)
C(5)-O(2)-C(4)	110.85(12)
C(5)-O(2)-La(1)	124.94(9)
C(4)-O(2)-La(1)	115.88(9)
N(1)-O(3)-La(1)	97.59(6)
N(3)-O(4)-La(1)	97.72(7)
N(3)-O(5)-La(1)	95.18(7)
C(6)-O(6)-C(3)	112.26(10)
C(6)-O(6)-La(1)	122.72(8)

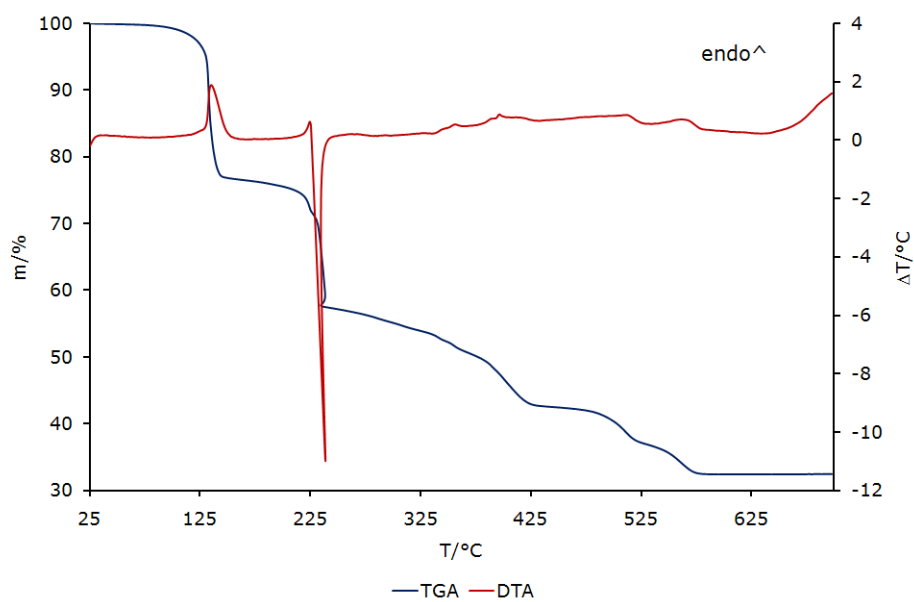
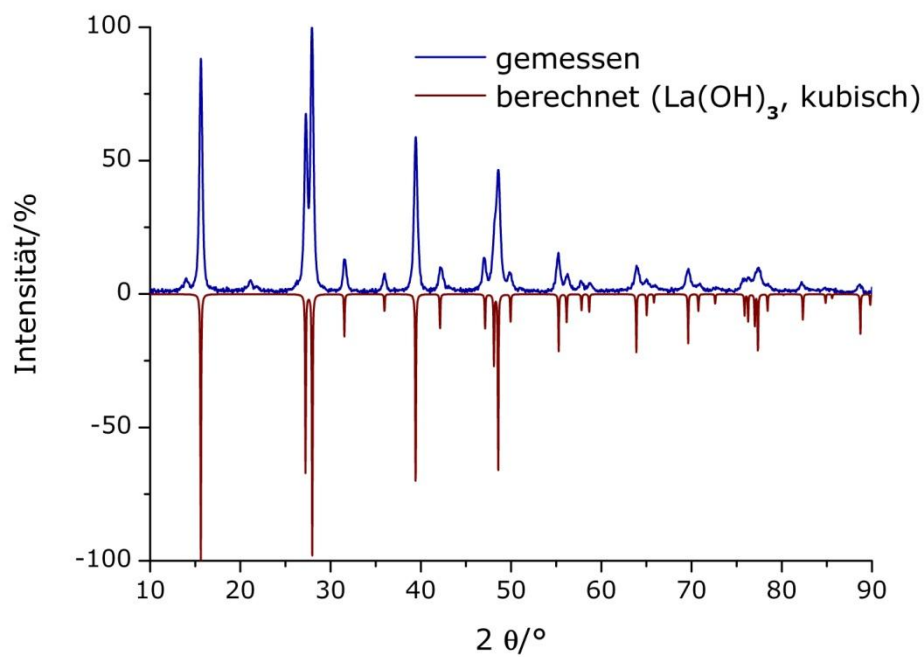
C(3)-O(6)-La(1)	119.39(7)
O(11)-N(1)-O(3)	121.72(10)
O(11)-N(1)-O(8)	121.73(11)
O(3)-N(1)-O(8)	116.55(9)
O(11)-N(1)-La(1)	172.03(9)
O(3)-N(1)-La(1)	57.57(5)
O(8)-N(1)-La(1)	59.65(5)
N(2)-O(7)-La(1)	95.85(7)
N(1)-O(8)-La(1)	95.48(6)
C(8)-O(9)-C(7)	113.09(12)
C(8)-O(9)-La(1)	122.02(8)
C(7)-O(9)-La(1)	124.49(9)
N(2)-O(10)-La(1)	98.23(7)
O(12)-N(2)-O(7)	122.21(13)
O(12)-N(2)-O(10)	121.02(12)
O(7)-N(2)-O(10)	116.77(10)
O(12)-N(2)-La(1)	177.91(10)
O(7)-N(2)-La(1)	59.62(6)
O(10)-N(2)-La(1)	57.17(6)
O(13)-N(3)-O(5)	122.17(13)
O(13)-N(3)-O(4)	120.96(13)
O(5)-N(3)-O(4)	116.87(11)
O(13)-N(3)-La(1)	171.50(11)
O(5)-N(3)-La(1)	60.12(6)
O(4)-N(3)-La(1)	57.40(6)
O(1)-C(2)-C(3)	108.45(11)
O(6)-C(3)-C(2)	107.83(10)
O(2)-C(4)-C(8)	108.34(12)
O(9)-C(8)-C(4)	108.14(12)

1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 1.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LaNDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

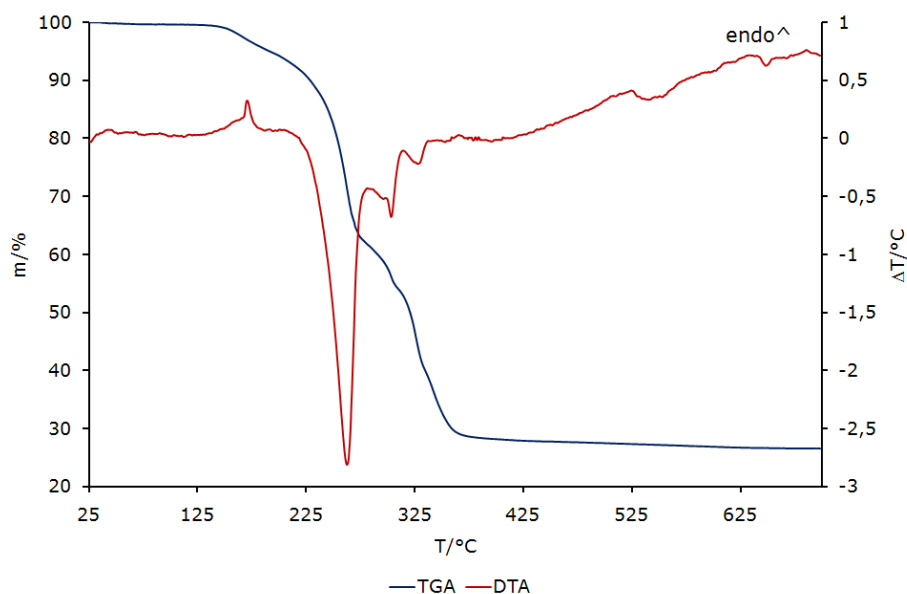
	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
La(1)	14(1)	15(1)	14(1)	-2(1)	3(1)	-1(1)
O(1)	21(1)	22(1)	20(1)	0(1)	6(1)	4(1)
O(2)	16(1)	31(1)	28(1)	-5(1)	2(1)	1(1)
O(3)	32(1)	19(1)	19(1)	-1(1)	5(1)	-1(1)
O(4)	27(1)	30(1)	22(1)	1(1)	3(1)	6(1)
O(5)	32(1)	33(1)	20(1)	-4(1)	3(1)	6(1)
O(6)	29(1)	19(1)	25(1)	2(1)	13(1)	1(1)
N(1)	21(1)	19(1)	21(1)	-4(1)	5(1)	0(1)
O(7)	24(1)	32(1)	24(1)	-2(1)	1(1)	-4(1)
O(8)	28(1)	19(1)	20(1)	0(1)	7(1)	-2(1)
O(9)	25(1)	28(1)	38(1)	-15(1)	-3(1)	-3(1)
O(10)	22(1)	37(1)	22(1)	-1(1)	5(1)	-7(1)
O(11)	47(1)	24(1)	28(1)	-13(1)	8(1)	-4(1)
N(2)	16(1)	30(1)	29(1)	-8(1)	5(1)	-3(1)
N(3)	25(1)	35(1)	17(1)	1(1)	1(1)	0(1)
C(1)	23(1)	31(1)	30(1)	-2(1)	11(1)	4(1)
C(2)	26(1)	25(1)	24(1)	3(1)	2(1)	6(1)
O(12)	21(1)	66(1)	46(1)	-11(1)	3(1)	-16(1)
O(13)	47(1)	64(1)	20(1)	14(1)	7(1)	7(1)
C(3)	32(1)	19(1)	24(1)	3(1)	6(1)	3(1)
C(4)	19(1)	44(1)	32(1)	-4(1)	-3(1)	-3(1)
C(5)	23(1)	37(1)	49(1)	-7(1)	5(1)	8(1)
C(6)	37(1)	32(1)	38(1)	8(1)	21(1)	0(1)
C(7)	48(1)	22(1)	37(1)	-12(1)	-11(1)	3(1)
C(8)	27(1)	37(1)	41(1)	-7(1)	-1(1)	-13(1)

1.6 Thermische Analyse

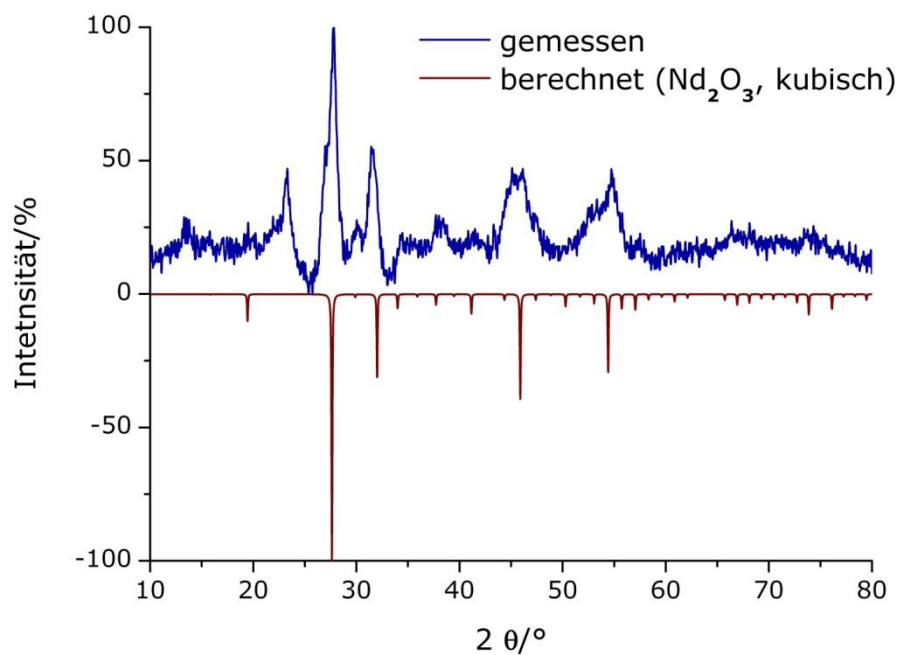
1.7 Pulverdiffraktogramm des hydrolysierten Rückstandes $\text{La}(\text{OH})_3$ [25]

2. $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_9)_2$

2.1 Thermische Analyse

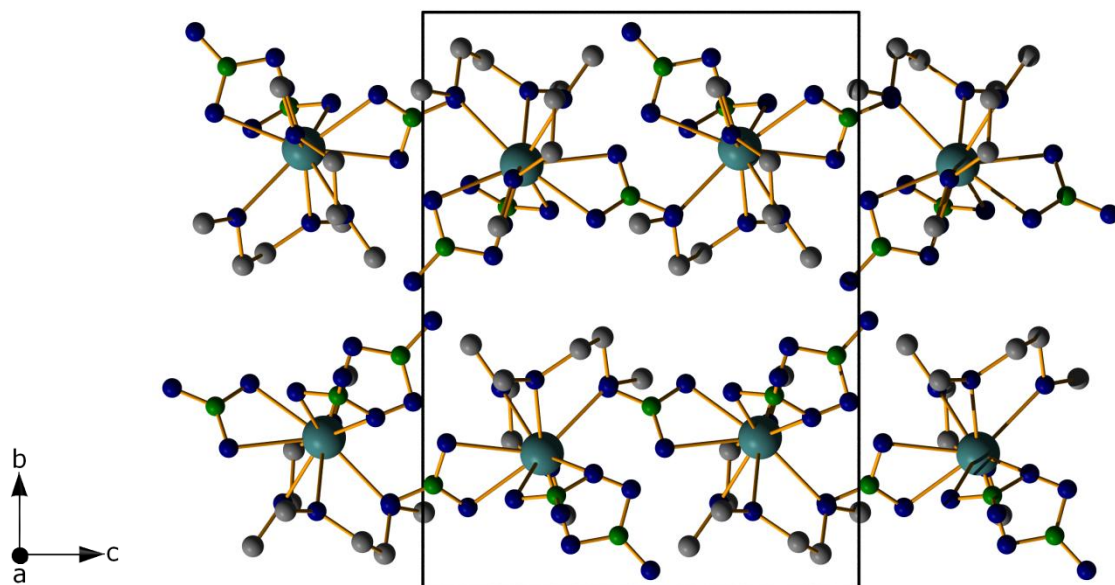


2.2 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Nd_2O_3 [26]

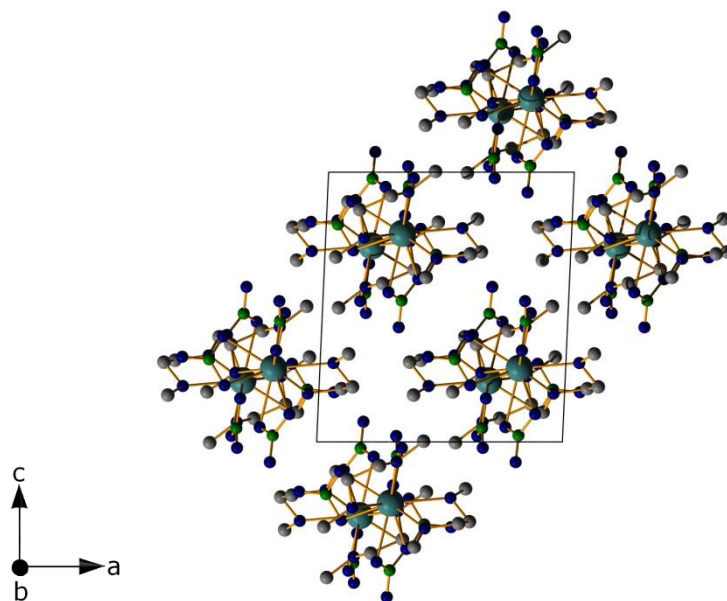


3. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - SmNDME

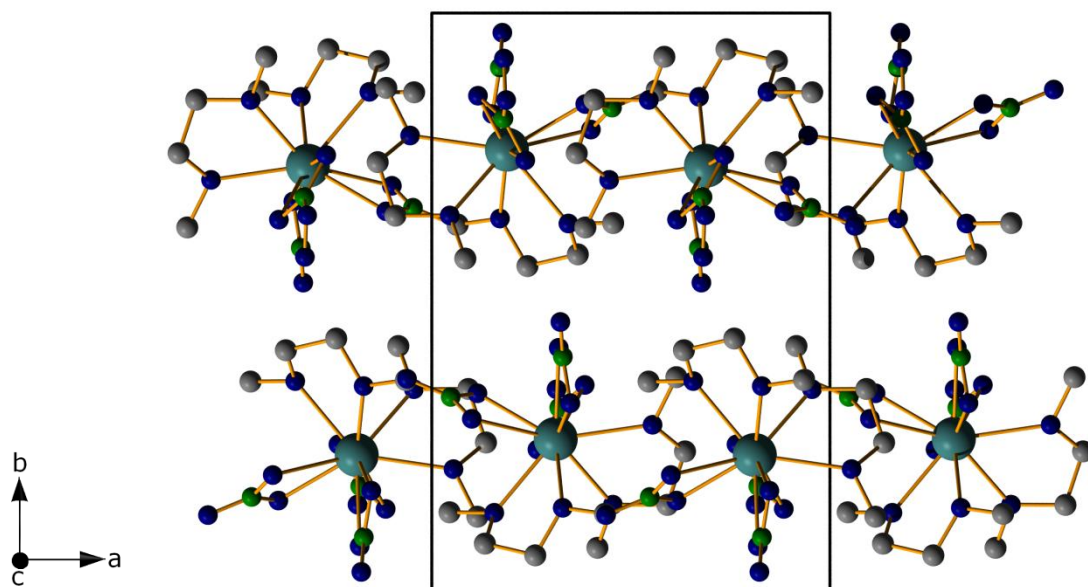
3.1 Diamond Bilder



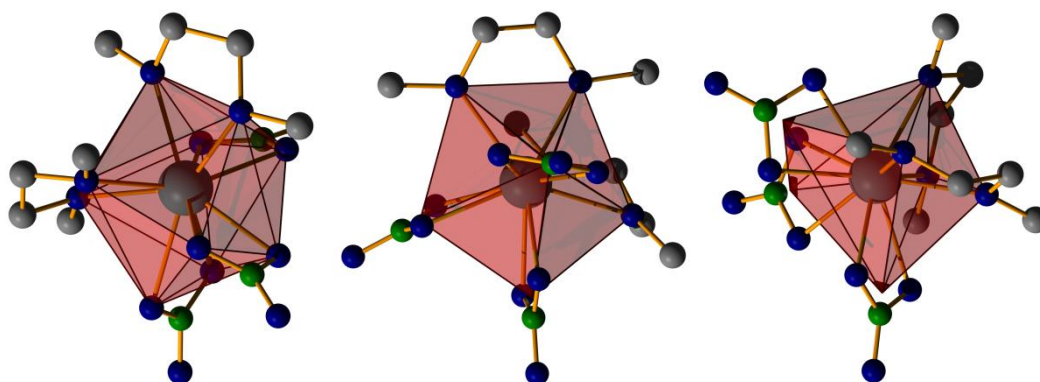
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



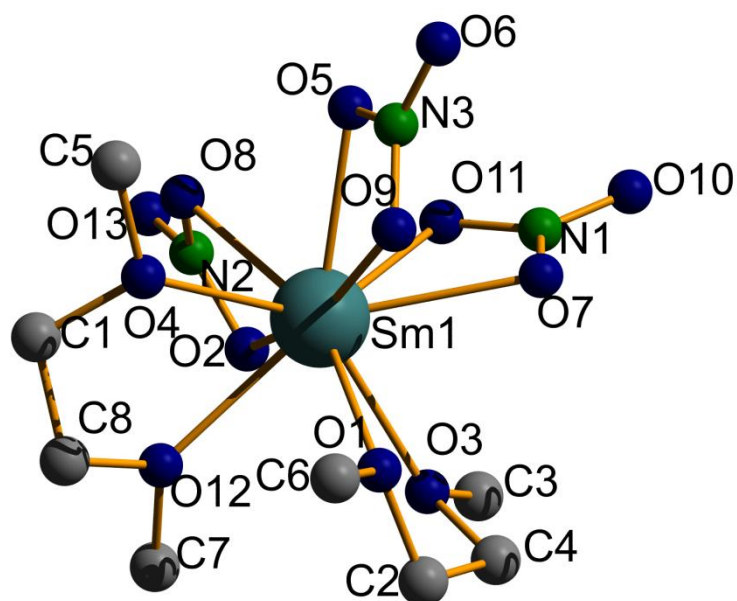
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Koordinationspolyeder mit den Sauerstoffatomen und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 3.2 Crystal data and structure refinement for SmNDME:

Empirical formula	Sm(NO ₃) ₃ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₂	
Formula weight	516.62	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i> (No. 14)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1032.52(11) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1502.02(10) pm	$\beta = 92.534(12)^\circ$
	<i>c</i> = 1134.62(11) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	1.7579(3) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.952 mg/m ³	
Absorption coefficient	3.410 mm ⁻¹	
F(000)	1020	
Crystal size	0.16 x 0.10 x 0.05 mm ³	
Theta range for data collection	2.71 to 28.33°.	
Index ranges	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -19 ≤ <i>k</i> ≤ 19, -15 ≤ <i>l</i> ≤ 15	
Reflections collected	20388	
Independent reflections	4332 [R(int) = 0.0852]	
Completeness to theta = 28.33°	99.1 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4332 / 0 / 226	
Goodness-of-fit on F ²	0.738	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0275, wR2 = 0.0467	
R indices (all data)	R1 = 0.0612, wR2 = 0.0503	
Largest diff. peak and hole	1.042 and -1.127 e.Å ⁻³	

3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 3.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmNDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Sm(1)	1887(1)	7639(1)	2733(1)	13(1)
O(1)	1712(3)	6448(2)	4265(3)	23(1)
O(2)	2347(3)	7456(2)	547(2)	23(1)
O(3)	3431(3)	6362(2)	2567(3)	19(1)
O(4)	7455(3)	7883(2)	2926(3)	21(1)
O(5)	1812(3)	9215(2)	3389(2)	19(1)
O(6)	1771(3)	9660(2)	5220(3)	27(1)
O(7)	3996(3)	7986(2)	3915(3)	23(1)
O(8)	1159(3)	8571(2)	1032(3)	23(1)
O(9)	1521(3)	8256(2)	4776(3)	18(1)
O(10)	5623(3)	8678(2)	3158(3)	37(1)
O(11)	3854(3)	8427(2)	2102(3)	23(1)
O(12)	451(3)	6502(2)	1792(3)	26(1)
N(1)	4526(4)	8365(2)	3061(3)	21(1)
N(2)	1800(4)	8179(3)	241(3)	20(1)
N(3)	1708(4)	9059(2)	4489(3)	17(1)
O(13)	1867(4)	8496(2)	9250(3)	38(1)
C(1)	8640(4)	7423(3)	2043(4)	29(1)
C(2)	2402(5)	5626(3)	4123(4)	22(1)
C(3)	4555(4)	6370(3)	1853(4)	22(1)
C(4)	3667(4)	5829(3)	3612(4)	23(1)
C(5)	8857(5)	8706(3)	3263(5)	30(1)
C(6)	650(5)	6344(3)	5027(4)	30(1)
C(7)	841(5)	5756(3)	1103(5)	33(1)
C(8)	9084(5)	6498(3)	1974(5)	33(1)

3.4 Bindungslängen und -winkel

Table 3.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for SmNDME:

Sm(1)-O(12)	247.3(3)
Sm(1)-O(8)	247.4(3)
Sm(1)-O(11)	248.3(3)
Sm(1)-O(5)	248.3(3)
Sm(1)-O(1)	250.6(3)
Sm(1)-O(3)	250.6(3)
Sm(1)-O(9)	254.0(3)
Sm(1)-O(4)	255.7(3)
Sm(1)-O(7)	256.0(3)
Sm(1)-O(2)	256.1(2)
Sm(1)-N(3)	293.0(4)
Sm(1)-N(2)	293.9(4)
O(1)-C(6)	143.4(5)
O(1)-C(2)	143.8(5)
O(2)-N(2)	126.6(5)
O(3)-C(4)	144.1(5)
O(3)-C(3)	144.5(5)
O(4)-C(5)	144.1(5)
O(4)-C(1)	145.5(5)
O(5)-N(3)	127.9(5)
O(6)-N(3)	122.6(4)
O(7)-N(1)	126.8(5)
O(8)-N(2)	128.2(5)
O(9)-N(3)	126.6(4)
O(10)-N(1)	122.7(5)
O(11)-N(1)	126.8(5)
O(12)-C(8)	143.5(6)
O(12)-C(7)	143.5(6)
N(2)-O(13)	122.6(5)
C(1)-C(8)	146.6(7)
C(2)-C(4)	148.4(6)
O(12)-Sm(1)-O(8)	84.14(11)
O(12)-Sm(1)-O(11)	133.39(10)
O(8)-Sm(1)-O(11)	74.29(11)

O(12)-Sm(1)-O(5)	139.56(10)
O(8)-Sm(1)-O(5)	71.44(10)
O(11)-Sm(1)-O(5)	70.67(10)
O(12)-Sm(1)-O(1)	75.32(11)
O(8)-Sm(1)-O(1)	156.35(11)
O(11)-Sm(1)-O(1)	128.73(11)
O(5)-Sm(1)-O(1)	117.93(10)
O(12)-Sm(1)-O(3)	79.08(10)
O(8)-Sm(1)-O(3)	123.15(10)
O(11)-Sm(1)-O(3)	79.19(10)
O(5)-Sm(1)-O(3)	141.31(10)
O(1)-Sm(1)-O(3)	64.64(10)
O(12)-Sm(1)-O(9)	122.38(10)
O(8)-Sm(1)-O(9)	116.91(10)
O(11)-Sm(1)-O(9)	104.23(10)
O(5)-Sm(1)-O(9)	51.00(9)
O(1)-Sm(1)-O(9)	67.02(9)
O(3)-Sm(1)-O(9)	117.97(10)
O(12)-Sm(1)-O(4)	64.11(10)
O(8)-Sm(1)-O(4)	73.73(10)
O(11)-Sm(1)-O(4)	140.80(10)
O(5)-Sm(1)-O(4)	78.08(9)
O(1)-Sm(1)-O(4)	86.65(10)
O(3)-Sm(1)-O(4)	138.30(9)
O(9)-Sm(1)-O(4)	71.51(10)
O(12)-Sm(1)-O(7)	147.90(10)
O(8)-Sm(1)-O(7)	121.01(10)
O(11)-Sm(1)-O(7)	50.70(10)
O(5)-Sm(1)-O(7)	71.70(10)
O(1)-Sm(1)-O(7)	82.43(11)
O(3)-Sm(1)-O(7)	70.51(9)
O(9)-Sm(1)-O(7)	66.75(10)
O(4)-Sm(1)-O(7)	137.88(9)
O(12)-Sm(1)-O(2)	68.93(10)
O(8)-Sm(1)-O(2)	50.82(10)
O(11)-Sm(1)-O(2)	65.35(10)
O(5)-Sm(1)-O(2)	113.71(10)

O(1)-Sm(1)-O(2)	128.11(10)
O(3)-Sm(1)-O(2)	72.50(9)
O(9)-Sm(1)-O(2)	164.68(9)
O(4)-Sm(1)-O(2)	108.84(9)
O(7)-Sm(1)-O(2)	109.86(9)
O(12)-Sm(1)-N(3)	137.86(10)
O(8)-Sm(1)-N(3)	95.29(10)
O(11)-Sm(1)-N(3)	85.76(10)
O(5)-Sm(1)-N(3)	25.67(9)
O(1)-Sm(1)-N(3)	92.26(9)
O(3)-Sm(1)-N(3)	131.89(10)
O(9)-Sm(1)-N(3)	25.50(9)
O(4)-Sm(1)-N(3)	75.25(10)
O(7)-Sm(1)-N(3)	64.74(10)
O(2)-Sm(1)-N(3)	139.18(10)
O(12)-Sm(1)-N(2)	77.43(11)
O(8)-Sm(1)-N(2)	25.59(10)
O(11)-Sm(1)-N(2)	65.28(10)
O(5)-Sm(1)-N(2)	91.44(10)
O(1)-Sm(1)-N(2)	149.76(10)
O(3)-Sm(1)-N(2)	97.56(10)
O(9)-Sm(1)-N(2)	141.03(10)
O(4)-Sm(1)-N(2)	93.10(10)
O(7)-Sm(1)-N(2)	115.92(10)
O(2)-Sm(1)-N(2)	25.43(10)
N(3)-Sm(1)-N(2)	116.94(11)
C(6)-O(1)-C(2)	111.7(3)
C(6)-O(1)-Sm(1)	125.2(3)
C(2)-O(1)-Sm(1)	118.9(2)
N(2)-O(2)-Sm(1)	94.2(2)
C(4)-O(3)-C(3)	110.8(3)
C(4)-O(3)-Sm(1)	116.6(2)
C(3)-O(3)-Sm(1)	124.4(2)
C(5)-O(4)-C(1)	110.4(3)
C(5)-O(4)-Sm(1)	125.4(3)
C(1)-O(4)-Sm(1)	114.4(2)
N(3)-O(5)-Sm(1)	97.1(2)

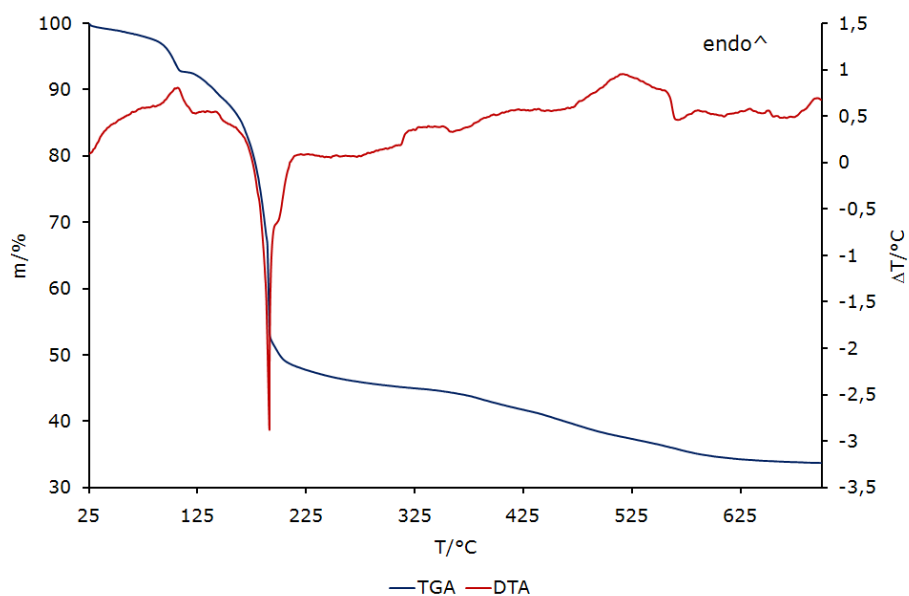
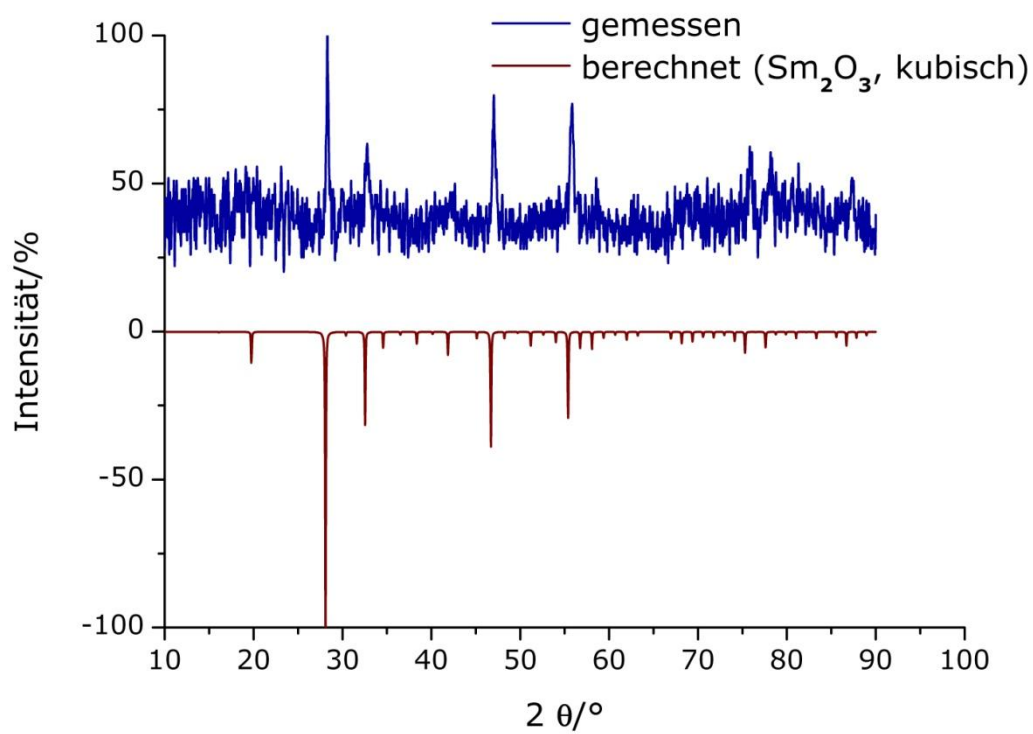
N(1)-O(7)-Sm(1)	94.4(2)
N(2)-O(8)-Sm(1)	97.9(2)
N(3)-O(9)-Sm(1)	94.7(2)
N(1)-O(11)-Sm(1)	98.1(2)
C(8)-O(12)-C(7)	112.1(4)
C(8)-O(12)-Sm(1)	121.0(3)
C(7)-O(12)-Sm(1)	126.7(3)
O(10)-N(1)-O(7)	122.1(4)
O(10)-N(1)-O(11)	121.1(4)
O(7)-N(1)-O(11)	116.8(4)
O(10)-N(1)-Sm(1)	177.8(3)
O(7)-N(1)-Sm(1)	60.1(2)
O(11)-N(1)-Sm(1)	56.7(2)
O(13)-N(2)-O(2)	122.8(4)
O(13)-N(2)-O(8)	121.0(4)
O(2)-N(2)-O(8)	116.1(3)
O(13)-N(2)-Sm(1)	171.5(3)
O(2)-N(2)-Sm(1)	60.33(18)
O(8)-N(2)-Sm(1)	56.5(2)
O(6)-N(3)-O(9)	122.1(4)
O(6)-N(3)-O(5)	121.4(3)
O(9)-N(3)-O(5)	116.4(3)
O(6)-N(3)-Sm(1)	173.3(3)
O(9)-N(3)-Sm(1)	59.76(19)
O(5)-N(3)-Sm(1)	57.24(18)
O(4)-C(1)-C(8)	108.3(4)
O(1)-C(2)-C(4)	108.4(4)
O(3)-C(4)-C(2)	108.4(4)
O(12)-C(8)-C(1)	108.4(4)

3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 3.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmNDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

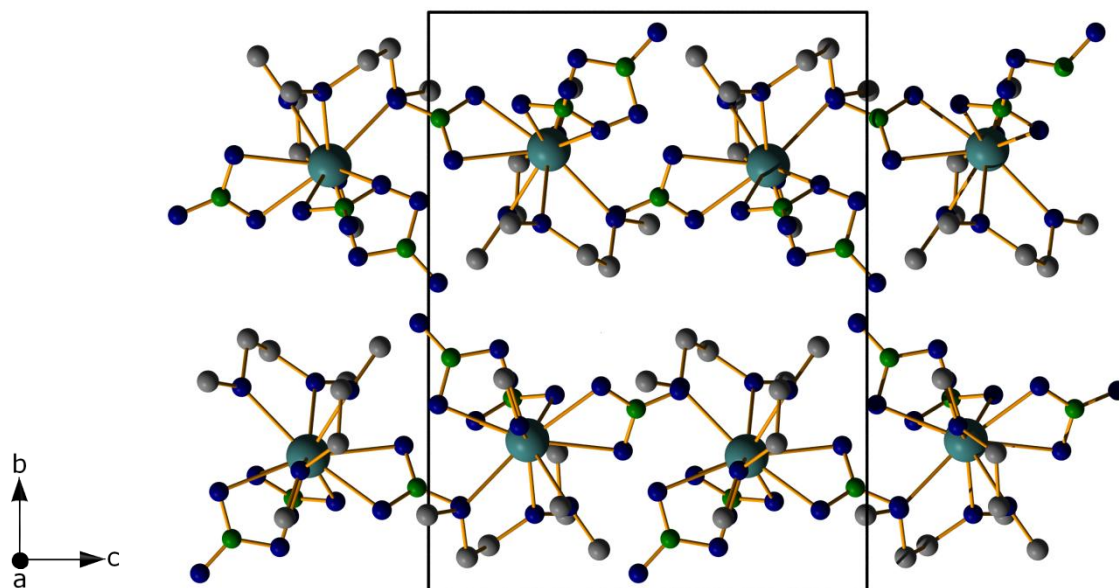
	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Sm(1)	12(1)	14(1)	13(1)	-2(1)	1(1)	-1(1)
O(1)	26(2)	21(2)	22(2)	0(1)	11(2)	0(1)
O(2)	25(2)	26(2)	19(1)	-2(1)	0(1)	7(2)
O(3)	16(2)	24(2)	19(2)	1(1)	3(1)	2(1)
O(4)	16(2)	26(2)	22(2)	-4(1)	-1(1)	2(1)
O(5)	22(2)	20(2)	16(2)	1(1)	4(1)	-1(1)
O(6)	36(2)	22(2)	22(2)	-13(1)	2(1)	-1(1)
O(7)	19(2)	28(2)	23(2)	-5(1)	-1(1)	0(1)
O(8)	24(2)	25(2)	20(2)	0(1)	3(1)	3(1)
O(9)	23(2)	12(2)	18(2)	2(1)	1(1)	1(1)
O(10)	16(2)	50(2)	44(2)	-7(2)	3(2)	-12(2)
O(11)	20(2)	30(2)	18(2)	-3(1)	0(1)	-2(1)
O(12)	22(2)	22(2)	35(2)	-10(1)	-3(2)	1(1)
N(1)	14(2)	26(2)	25(2)	-4(2)	4(2)	-3(2)
N(2)	16(2)	30(2)	13(2)	4(2)	-2(2)	-3(2)
N(3)	14(2)	18(2)	20(2)	-4(2)	1(2)	-1(2)
O(13)	38(2)	57(2)	20(2)	11(2)	3(2)	0(2)
C(1)	15(2)	43(3)	27(2)	-5(2)	-7(2)	-4(2)
C(2)	33(3)	13(2)	21(2)	3(2)	4(2)	1(2)
C(3)	21(2)	24(2)	22(2)	-2(2)	4(2)	3(2)
C(4)	24(2)	23(2)	21(2)	-1(2)	-1(2)	3(2)
C(5)	19(2)	29(3)	42(3)	-3(2)	4(2)	10(2)
C(6)	30(3)	27(3)	34(3)	4(2)	16(2)	-7(2)
C(7)	38(3)	21(3)	38(3)	-10(2)	-9(2)	7(2)
C(8)	26(3)	36(3)	37(3)	-6(2)	-4(2)	-6(2)

3.6 Thermische Analyse

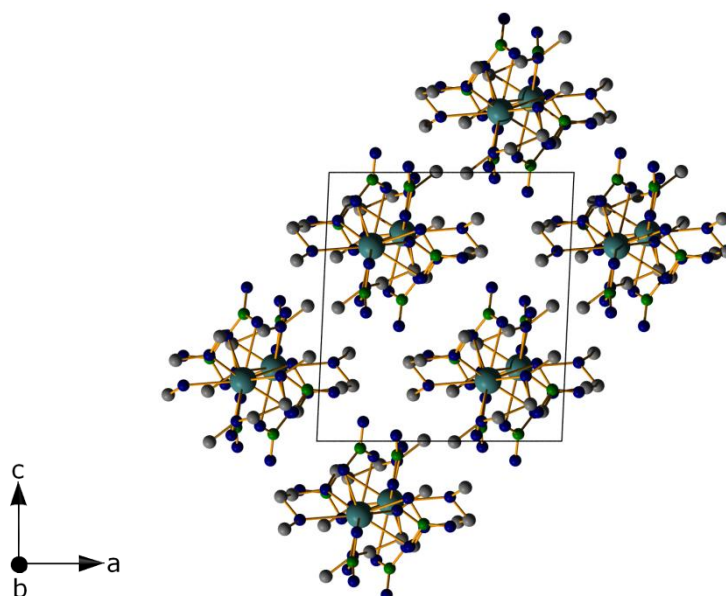
3.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Sm_2O_3 [26]

4. $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - EuNDME

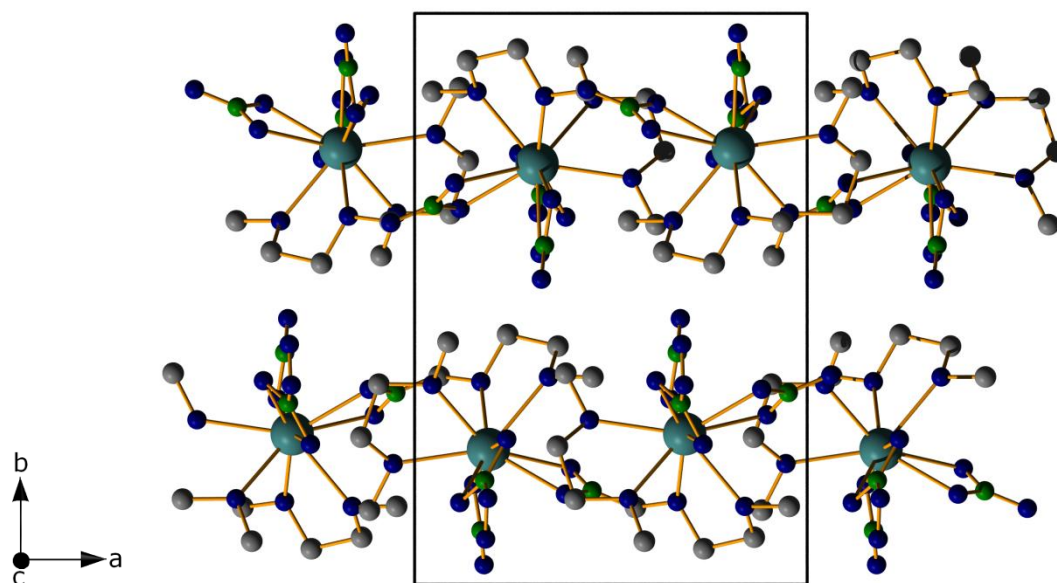
4.1 Diamond Bilder



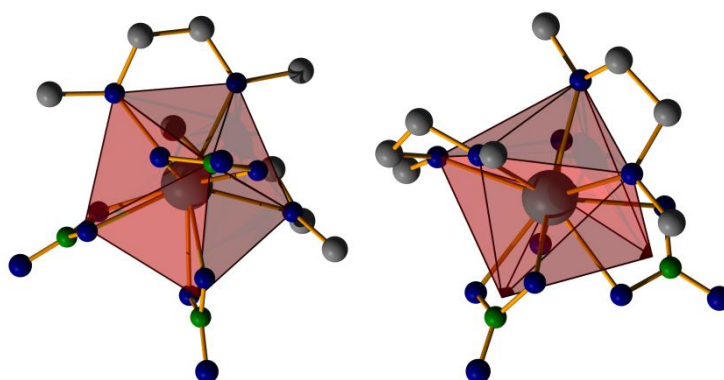
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



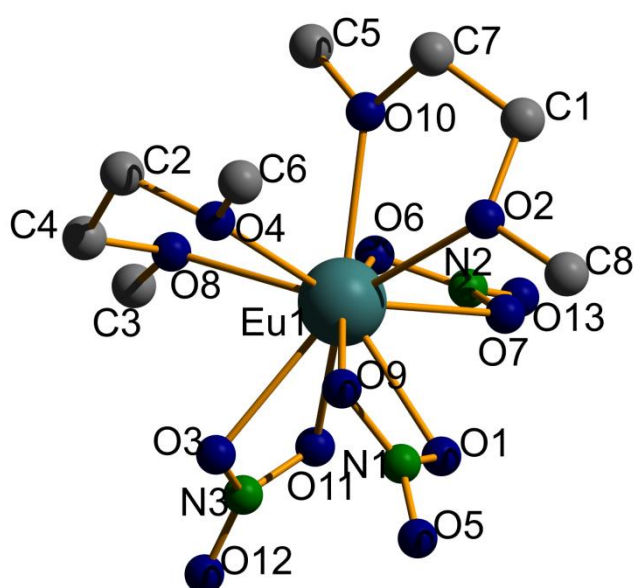
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Koordinationspolyeder verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 4.2 Crystal data and structure refinement for EuNDME:

Empirical formula	Eu(NO ₃) ₃ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₂	
Formula weight	518.23	
Temperature	145(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i> (No.14)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1033.12(14) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1504.3(2) pm	$\beta = 92.612(3)^\circ$
	<i>c</i> = 1136.44(15) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	1.7644(4) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.951 Mg/m ³	
Absorption coefficient	3.624 mm ⁻¹	
F(000)	1024	
Crystal size	0.16 x 0.09 x 0.08 mm ³	
Theta range for data collection	3.04 to 27.47°	
Index ranges	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -19 ≤ <i>k</i> ≤ 19, -14 ≤ <i>l</i> ≤ 14	
Reflections collected	18039	
Independent reflections	4035 [R(int) = 0.0478]	
Completeness to theta = 27.47°	99.6 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4035 / 0 / 307	
Goodness-of-fit on F ²	1.137	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0310, wR2 = 0.0452	
R indices (all data)	R1 = 0.0436, wR2 = 0.0473	
Extinction coefficient	0.00060(12)	
Largest diff. peak and hole	0.640 and -0.627 e.Å ⁻³	

4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 4.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuNDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Eu(1)	6881(1)	2636(1)	7745(1)	16(1)
O(1)	6807(2)	4204(1)	8391(2)	23(1)
O(2)	4456(2)	2884(2)	7926(2)	26(1)
O(3)	8978(2)	2970(2)	8925(2)	26(1)
O(4)	6686(2)	1450(1)	9262(2)	26(1)
O(5)	6769(2)	4654(2)	214(2)	32(1)
C(1)	3637(4)	2421(3)	7063(4)	33(1)
N(1)	6691(2)	4058(2)	9489(2)	22(1)
O(6)	7346(2)	2456(2)	5566(2)	29(1)
O(7)	6150(2)	3566(2)	6063(2)	27(1)
O(8)	8412(2)	1367(1)	7579(2)	21(1)
O(9)	6506(2)	3250(1)	9779(2)	23(1)
O(10)	5453(2)	1501(2)	6797(2)	31(1)
O(11)	8842(2)	3418(2)	7118(2)	27(1)
O(12)	607(2)	3667(2)	8177(2)	44(1)
N(2)	6786(3)	3177(2)	5264(2)	26(1)
N(3)	9520(3)	3360(2)	8081(3)	25(1)
O(13)	6860(2)	3492(2)	4281(2)	42(1)
C(2)	7370(4)	625(2)	9120(4)	27(1)
C(3)	9541(4)	1367(3)	6863(4)	30(1)
C(4)	8650(4)	827(2)	8624(3)	26(1)
C(5)	5852(5)	757(3)	6109(4)	38(1)
C(6)	5624(4)	1352(3)	10031(4)	37(1)
C(7)	4089(4)	1493(3)	6991(4)	38(1)
C(8)	3850(4)	3699(3)	8274(5)	40(1)

4.4 Bindungslängen und -winkel

Table 4.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for EuNDME:

Eu(1)-O(7)	245.9(2)
Eu(1)-O(10)	247.1(2)
Eu(1)-O(1)	247.2(2)
Eu(1)-O(11)	247.5(2)
Eu(1)-O(8)	249.2(2)
Eu(1)-O(4)	249.6(2)
Eu(1)-O(9)	253.5(2)
Eu(1)-O(3)	254.6(2)
Eu(1)-O(2)	255.1(2)
Eu(1)-O(6)	255.8(2)
Eu(1)-N(1)	292.9(3)
Eu(1)-N(2)	293.2(3)
O(1)-N(1)	127.8(3)
O(2)-C(8)	144.0(4)
O(2)-C(1)	144.5(4)
O(3)-N(3)	127.6(3)
O(4)-C(6)	144.1(4)
O(4)-C(2)	144.1(4)
O(5)-N(1)	121.8(3)
C(1)-C(7)	147.5(5)
N(1)-O(9)	127.7(3)
O(6)-N(2)	127.0(3)
O(7)-N(2)	128.6(3)
O(8)-C(4)	145.0(4)
O(8)-C(3)	145.3(4)
O(10)-C(5)	143.6(4)
O(10)-C(7)	143.7(4)
O(11)-N(3)	127.5(3)
O(12)-N(3)	121.5(3)
N(2)-O(13)	121.9(3)
C(2)-C(4)	149.3(5)
O(7)-Eu(1)-O(10)	84.20(8)
O(7)-Eu(1)-O(1)	71.05(7)
O(10)-Eu(1)-O(1)	139.73(7)

O(7)-Eu(1)-O(11)	74.47(8)
O(10)-Eu(1)-O(11)	133.07(8)
O(1)-Eu(1)-O(11)	70.68(7)
O(7)-Eu(1)-O(8)	123.41(7)
O(10)-Eu(1)-O(8)	78.80(7)
O(1)-Eu(1)-O(8)	141.40(7)
O(11)-Eu(1)-O(8)	79.12(7)
O(7)-Eu(1)-O(4)	155.80(8)
O(10)-Eu(1)-O(4)	75.02(8)
O(1)-Eu(1)-O(4)	118.19(7)
O(11)-Eu(1)-O(4)	129.14(7)
O(8)-Eu(1)-O(4)	64.90(7)
O(7)-Eu(1)-O(9)	116.56(7)
O(10)-Eu(1)-O(9)	122.42(7)
O(1)-Eu(1)-O(9)	51.24(7)
O(11)-Eu(1)-O(9)	104.51(7)
O(8)-Eu(1)-O(9)	118.14(7)
O(4)-Eu(1)-O(9)	67.04(7)
O(7)-Eu(1)-O(3)	121.39(7)
O(10)-Eu(1)-O(3)	147.41(8)
O(1)-Eu(1)-O(3)	72.08(7)
O(11)-Eu(1)-O(3)	50.94(7)
O(8)-Eu(1)-O(3)	70.30(7)
O(4)-Eu(1)-O(3)	82.55(7)
O(9)-Eu(1)-O(3)	67.00(7)
O(7)-Eu(1)-O(2)	73.26(7)
O(10)-Eu(1)-O(2)	64.37(7)
O(1)-Eu(1)-O(2)	78.05(7)
O(11)-Eu(1)-O(2)	140.71(7)
O(8)-Eu(1)-O(2)	138.36(7)
O(4)-Eu(1)-O(2)	86.46(7)
O(9)-Eu(1)-O(2)	71.44(7)
O(3)-Eu(1)-O(2)	138.08(7)
O(7)-Eu(1)-O(6)	51.15(7)
O(10)-Eu(1)-O(6)	68.88(8)
O(1)-Eu(1)-O(6)	113.46(7)
O(11)-Eu(1)-O(6)	65.12(7)

O(8)-Eu(1)-O(6)	72.41(7)
O(4)-Eu(1)-O(6)	128.14(7)
O(9)-Eu(1)-O(6)	164.67(7)
O(3)-Eu(1)-O(6)	109.75(7)
O(2)-Eu(1)-O(6)	108.81(7)
O(7)-Eu(1)-N(1)	94.74(8)
O(10)-Eu(1)-N(1)	137.97(7)
O(1)-Eu(1)-N(1)	25.63(7)
O(11)-Eu(1)-N(1)	85.92(7)
O(8)-Eu(1)-N(1)	132.29(7)
O(4)-Eu(1)-N(1)	92.56(7)
O(9)-Eu(1)-N(1)	25.76(7)
O(3)-Eu(1)-N(1)	65.22(7)
O(2)-Eu(1)-N(1)	75.07(7)
O(6)-Eu(1)-N(1)	138.91(7)
O(7)-Eu(1)-N(2)	25.74(7)
O(10)-Eu(1)-N(2)	77.28(8)
O(1)-Eu(1)-N(2)	91.18(8)
O(11)-Eu(1)-N(2)	65.37(8)
O(8)-Eu(1)-N(2)	97.67(7)
O(4)-Eu(1)-N(2)	149.61(8)
O(9)-Eu(1)-N(2)	140.90(8)
O(3)-Eu(1)-N(2)	116.25(7)
O(2)-Eu(1)-N(2)	92.72(8)
O(6)-Eu(1)-N(2)	25.59(7)
N(1)-Eu(1)-N(2)	116.59(8)
N(1)-O(1)-Eu(1)	97.57(17)
C(8)-O(2)-C(1)	110.4(3)
C(8)-O(2)-Eu(1)	126.0(2)
C(1)-O(2)-Eu(1)	114.93(19)
N(3)-O(3)-Eu(1)	94.97(18)
C(6)-O(4)-C(2)	111.8(3)
C(6)-O(4)-Eu(1)	125.4(2)
C(2)-O(4)-Eu(1)	118.88(19)
O(2)-C(1)-C(7)	108.4(3)
O(5)-N(1)-O(9)	122.2(3)
O(5)-N(1)-O(1)	121.9(3)

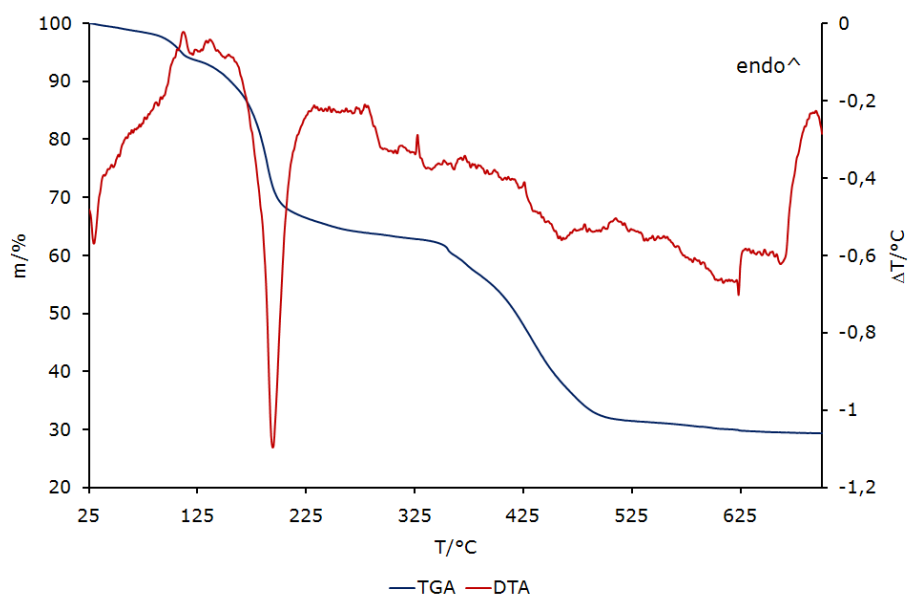
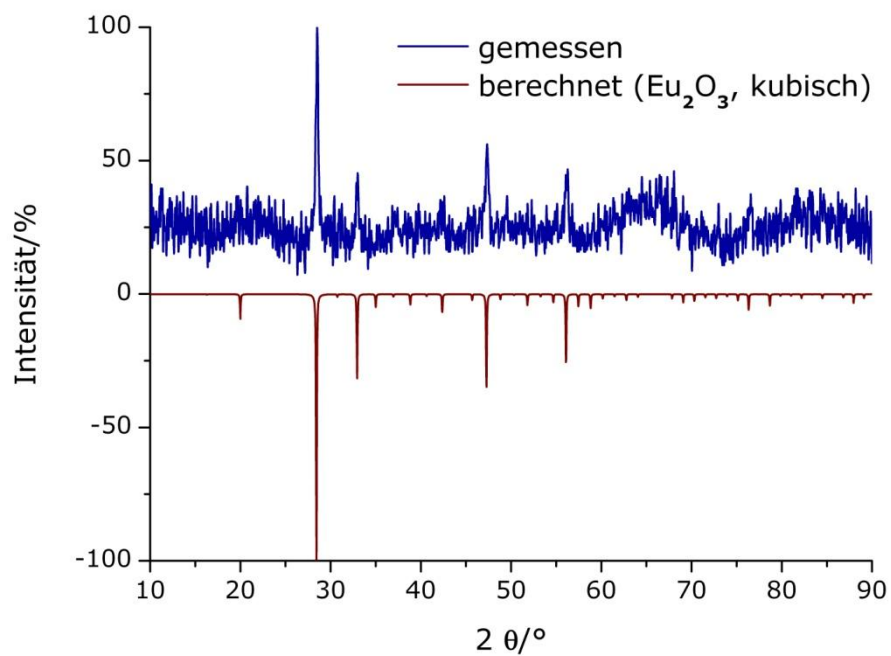
O(9)-N(1)-O(1)	115.9(2)
O(5)-N(1)-Eu(1)	172.4(2)
O(9)-N(1)-Eu(1)	59.62(14)
O(1)-N(1)-Eu(1)	56.79(14)
N(2)-O(6)-Eu(1)	93.89(17)
N(2)-O(7)-Eu(1)	98.13(17)
C(4)-O(8)-C(3)	110.4(3)
C(4)-O(8)-Eu(1)	116.86(18)
C(3)-O(8)-Eu(1)	124.8(2)
N(1)-O(9)-Eu(1)	94.63(16)
C(5)-O(10)-C(7)	112.7(3)
C(5)-O(10)-Eu(1)	126.6(2)
C(7)-O(10)-Eu(1)	120.6(2)
N(3)-O(11)-Eu(1)	98.39(17)
O(13)-N(2)-O(6)	122.2(3)
O(13)-N(2)-O(7)	121.7(3)
O(6)-N(2)-O(7)	116.0(3)
O(13)-N(2)-Eu(1)	171.3(2)
O(6)-N(2)-Eu(1)	60.51(15)
O(7)-N(2)-Eu(1)	56.13(15)
O(12)-N(3)-O(11)	121.4(3)
O(12)-N(3)-O(3)	122.9(3)
O(11)-N(3)-O(3)	115.7(3)
O(12)-N(3)-Eu(1)	177.7(2)
O(11)-N(3)-Eu(1)	56.25(14)
O(3)-N(3)-Eu(1)	59.45(15)
O(4)-C(2)-C(4)	108.3(3)
O(8)-C(4)-C(2)	107.7(3)
O(10)-C(7)-C(1)	108.5(3)

4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 4.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuNDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Eu(1)	16(1)	16(1)	16(1)	-2(1)	3(1)	-1(1)
O(1)	31(1)	23(1)	17(1)	0(1)	5(1)	-2(1)
O(2)	16(1)	33(1)	29(1)	-7(1)	2(1)	1(1)
O(3)	24(1)	32(1)	21(1)	0(1)	4(1)	-2(1)
O(4)	29(1)	22(1)	27(1)	2(1)	16(1)	1(1)
O(5)	45(2)	24(1)	29(2)	-14(1)	8(1)	0(1)
C(1)	18(2)	49(3)	33(2)	-6(2)	-2(2)	-5(2)
N(1)	18(2)	23(2)	24(2)	-3(1)	3(1)	1(1)
O(6)	33(1)	31(2)	24(1)	-4(1)	1(1)	7(1)
O(7)	29(1)	30(1)	22(1)	1(1)	3(1)	9(1)
O(8)	20(1)	22(1)	21(1)	0(1)	5(1)	4(1)
O(9)	28(1)	17(1)	24(1)	-2(1)	9(1)	-2(1)
O(10)	26(1)	30(1)	37(2)	-16(1)	-3(1)	-5(1)
O(11)	23(1)	36(1)	21(1)	-2(1)	3(1)	-4(1)
O(12)	17(1)	65(2)	49(2)	-10(1)	2(1)	-15(1)
N(2)	25(2)	34(2)	19(2)	0(1)	-1(1)	-2(1)
N(3)	20(2)	26(2)	31(2)	-10(1)	4(1)	0(1)
O(13)	43(2)	61(2)	21(2)	10(1)	4(1)	5(1)
C(2)	34(2)	19(2)	29(2)	6(2)	4(2)	2(2)
C(3)	25(2)	30(2)	35(2)	-2(2)	13(2)	5(2)
C(4)	33(2)	20(2)	24(2)	2(1)	0(2)	5(2)
C(5)	43(3)	30(2)	42(3)	-15(2)	-8(2)	2(2)
C(6)	36(2)	33(3)	45(3)	8(2)	25(2)	-4(2)
C(7)	26(2)	40(3)	46(3)	-12(2)	-4(2)	-14(2)
C(8)	22(2)	39(3)	59(3)	-9(2)	5(2)	8(2)

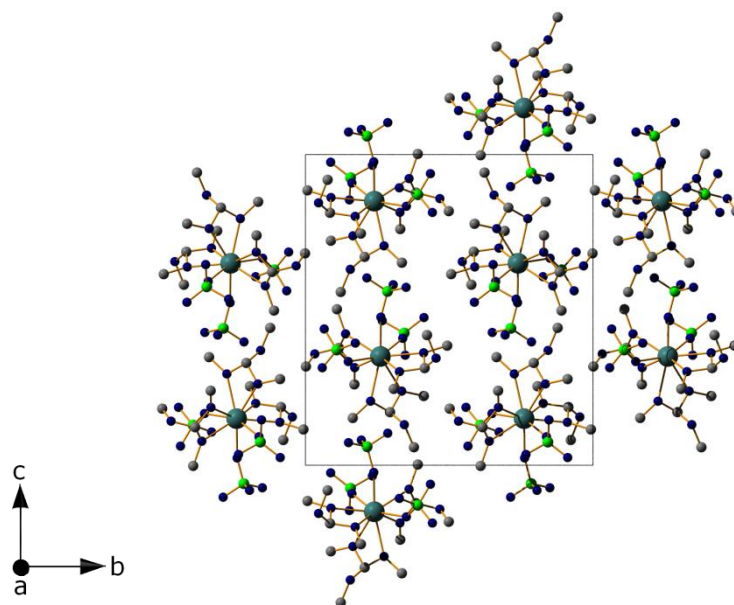
4.6 Thermische Analyse

4.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Eu_2O_3 [22]

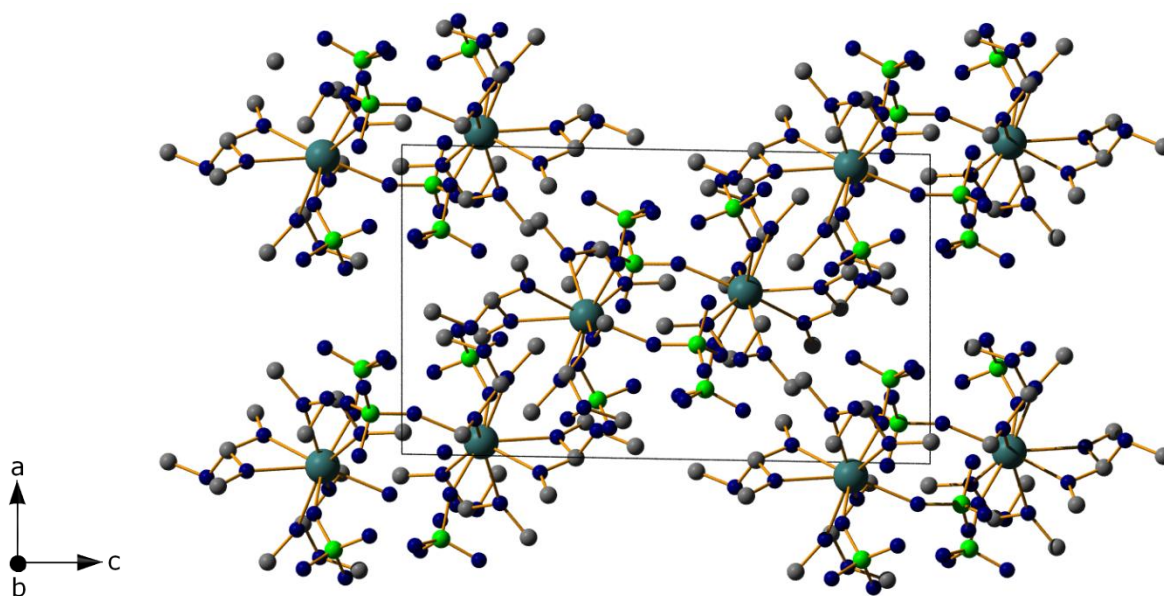
C: Selten-Erd-Perchlorat Ester-Solvate

1. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_3 \cdot \text{SmClAM}$

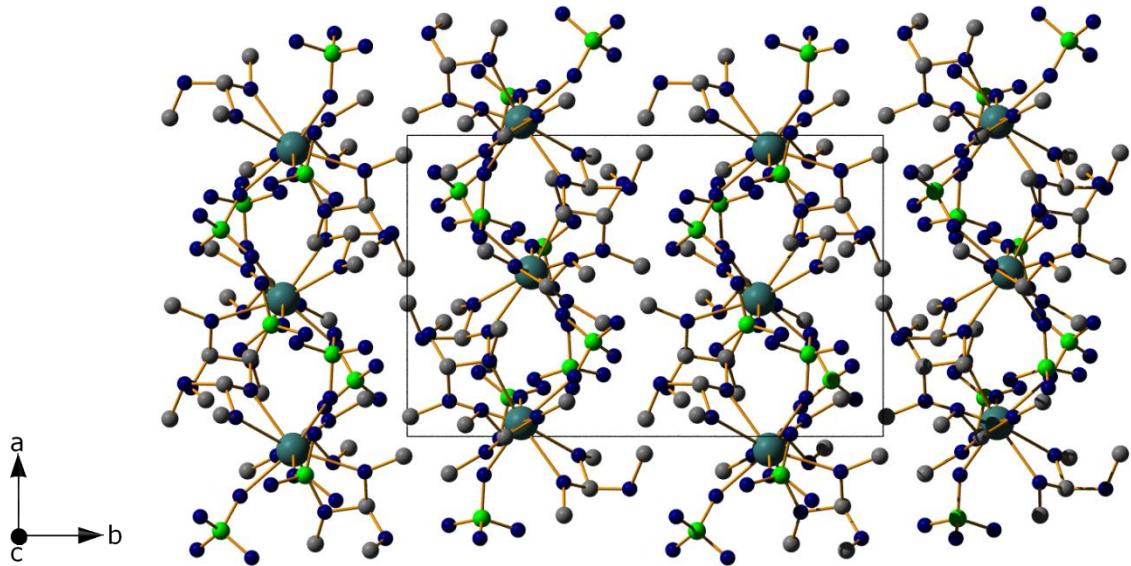
1.1 Diamond Bilder



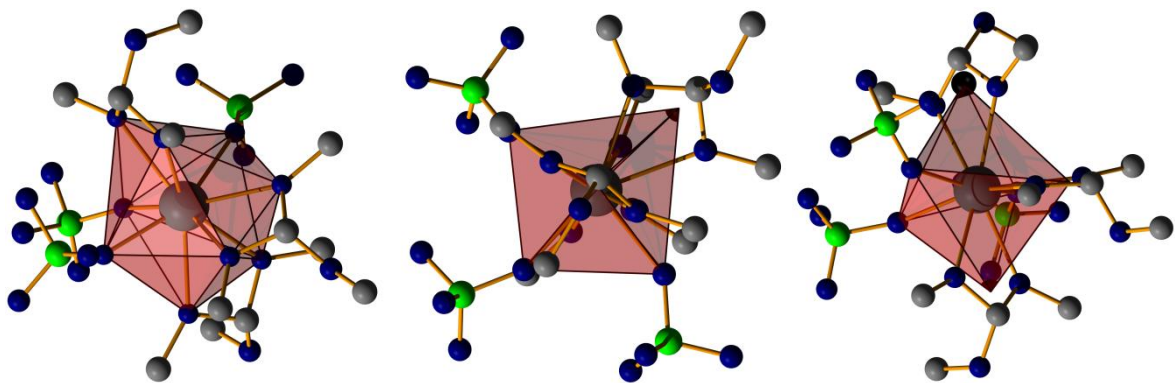
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



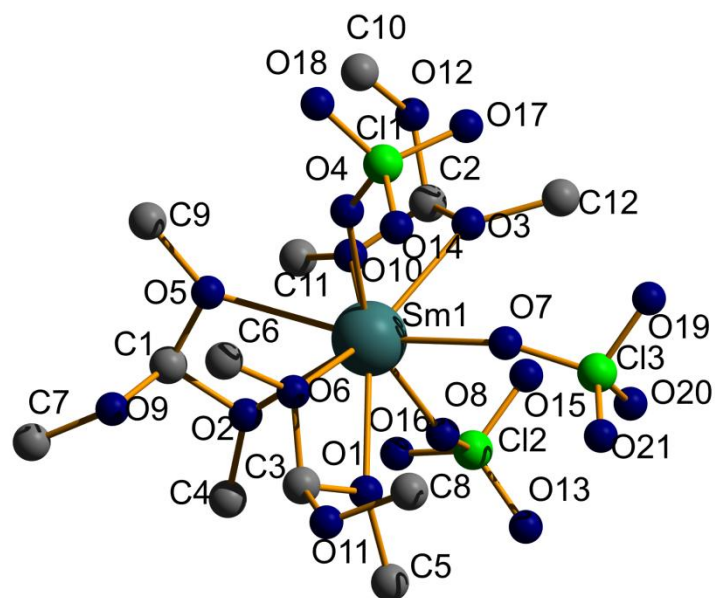
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Neunfache Koordination mit den Sauerstoffatomen und verzerrter Oktaeder



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 1.2 Crystal data and structure refinement for SmCIAM:

Empirical formula	Sm(ClO ₄) ₃ (CH(OCH ₃) ₃) ₃	
Formula weight	767.06	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i> (No. 14)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1002.69(3) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1584.17(4) pm	$\beta = 91.0600(10)^\circ$
	<i>c</i> = 1714.54(5) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	2.72296(13) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.871 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.537 mm ⁻¹	
F(000)	1532	
Theta range for data collection	1.75 to 40.12°.	
Index ranges	-17 ≤ <i>h</i> ≤ 18, -28 ≤ <i>k</i> ≤ 26, -29 ≤ <i>l</i> ≤ 30	
Reflections collected	73601	
Independent reflections	16695 [R(int) = 0.0449]	
Completeness to theta = 40.12°	98.1 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	16695 / 0 / 335	
Goodness-of-fit on F ²	1.041	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0321, wR2 = 0.0936	
R indices (all data)	R1 = 0.0440, wR2 = 0.0985	
Extinction coefficient	0.00000(16)	
Largest diff. peak and hole	1.905 and -1.162 e.Å ⁻³	

1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 1.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmCIAM: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Sm(1)	9557(1)	2395(1)	8501(1)	15(1)
Cl(1)	6860(1)	3913(1)	8708(1)	31(1)
Cl(2)	2723(1)	1567(1)	9257(1)	32(1)
Cl(3)	8711(1)	2145(1)	595(1)	48(1)
O(1)	8825(1)	888(1)	8618(1)	24(1)
O(2)	520(1)	1653(1)	7385(1)	24(1)
O(3)	632(2)	3604(1)	9227(1)	26(1)
O(4)	8016(2)	3511(1)	8337(1)	28(1)
O(5)	9359(2)	2735(1)	7061(1)	25(1)
O(6)	7486(1)	1730(1)	8011(1)	23(1)
O(7)	8690(2)	2377(1)	9767(1)	33(1)
O(8)	1276(1)	1617(1)	9085(1)	30(1)
O(9)	9129(2)	1560(1)	6305(1)	29(1)
O(11)	6612(2)	456(1)	8446(1)	34(1)
O(10)	1533(2)	3288(1)	8141(1)	28(1)
O(12)	1746(2)	4675(1)	8583(1)	35(1)
C(1)	15(2)	2058(1)	6708(1)	24(1)
C(2)	1730(2)	3838(1)	8778(1)	25(1)
C(3)	7683(2)	854(1)	8127(1)	25(1)
C(4)	1239(2)	884(1)	7227(1)	30(1)
O(13)	2954(2)	877(1)	9754(1)	48(1)
C(5)	9343(2)	70(1)	8849(2)	33(1)
C(6)	6432(2)	1928(2)	7457(1)	31(1)
O(14)	5968(2)	3266(2)	8931(2)	59(1)
C(7)	9613(3)	1227(2)	5578(1)	41(1)
O(15)	3109(3)	2328(2)	9654(2)	66(1)
C(8)	6216(2)	771(2)	9189(2)	39(1)
C(9)	8852(3)	3354(2)	6520(1)	39(1)
O(16)	3386(2)	1529(2)	8541(1)	68(1)
C(10)	580(3)	4985(2)	8179(2)	53(1)
O(17)	7332(3)	4347(2)	9386(2)	74(1)

O(18)	6230(3)	4416(2)	8137(2)	84(1)
C(11)	2618(3)	3298(2)	7602(2)	49(1)
C(12)	706(3)	3906(2)	22(2)	46(1)
O(19)	8392(3)	2863(2)	1030(1)	67(1)
O(20)	83(5)	1946(4)	810(2)	136(2)
O(21)	7873(7)	1499(3)	727(2)	190(3)

1.4 Bindungslängen und -winkel

Table 1.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for SmCIAM:

Sm(1)-O(8)	233.03(15)
Sm(1)-O(7)	235.39(16)
Sm(1)-O(4)	236.15(14)
Sm(1)-O(2)	245.82(13)
Sm(1)-O(6)	246.16(13)
Sm(1)-O(1)	250.60(14)
Sm(1)-O(3)	251.77(14)
Sm(1)-O(10)	252.06(14)
Sm(1)-O(5)	253.08(14)
Cl(1)-O(18)	140.4(2)
Cl(1)-O(14)	141.6(2)
Cl(1)-O(17)	142.4(3)
Cl(1)-O(4)	147.76(15)
Cl(2)-O(13)	140.27(19)
Cl(2)-O(16)	140.8(2)
Cl(2)-O(15)	143.5(3)
Cl(2)-O(8)	147.75(15)
Cl(3)-O(21)	134.6(3)
Cl(3)-O(19)	140.1(3)
Cl(3)-O(20)	145.2(4)
Cl(3)-O(7)	146.58(17)
O(1)-C(3)	141.0(2)
O(1)-C(5)	144.9(2)
O(2)-C(1)	141.1(2)
O(2)-C(4)	144.4(2)
O(3)-C(2)	140.6(2)

O(3)-C(12)	144.4(3)
O(5)-C(1)	140.1(2)
O(5)-C(9)	143.6(3)
O(6)-C(3)	141.6(2)
O(6)-C(6)	144.3(2)
O(9)-C(1)	136.7(3)
O(9)-C(7)	144.5(3)
O(11)-C(3)	136.8(3)
O(11)-C(8)	143.0(4)
O(10)-C(2)	140.7(2)
O(10)-C(11)	144.1(3)
O(12)-C(2)	136.7(3)
O(12)-C(10)	143.4(3)

O(8)-Sm(1)-O(7)	83.11(6)
O(8)-Sm(1)-O(4)	157.57(6)
O(7)-Sm(1)-O(4)	82.34(6)
O(8)-Sm(1)-O(2)	77.49(5)
O(7)-Sm(1)-O(2)	150.40(6)
O(4)-Sm(1)-O(2)	122.07(5)
O(8)-Sm(1)-O(6)	122.20(5)
O(7)-Sm(1)-O(6)	89.19(6)
O(4)-Sm(1)-O(6)	74.58(5)
O(2)-Sm(1)-O(6)	82.62(5)
O(8)-Sm(1)-O(1)	71.16(5)
O(7)-Sm(1)-O(1)	78.53(6)
O(4)-Sm(1)-O(1)	122.07(5)
O(2)-Sm(1)-O(1)	74.17(5)
O(6)-Sm(1)-O(1)	51.22(4)
O(8)-Sm(1)-O(3)	83.30(6)
O(7)-Sm(1)-O(3)	73.40(6)
O(4)-Sm(1)-O(3)	76.23(6)
O(2)-Sm(1)-O(3)	125.33(5)
O(6)-Sm(1)-O(3)	147.68(5)
O(1)-Sm(1)-O(3)	143.95(5)
O(8)-Sm(1)-O(10)	79.83(6)
O(7)-Sm(1)-O(10)	122.49(6)

O(4)-Sm(1)-O(10)	93.78(6)
O(2)-Sm(1)-O(10)	75.89(5)
O(6)-Sm(1)-O(10)	144.98(5)
O(1)-Sm(1)-O(10)	141.90(5)
O(3)-Sm(1)-O(10)	50.37(5)
O(8)-Sm(1)-O(5)	125.16(5)
O(7)-Sm(1)-O(5)	151.48(6)
O(4)-Sm(1)-O(5)	71.65(5)
O(2)-Sm(1)-O(5)	50.76(5)
O(6)-Sm(1)-O(5)	73.03(5)
O(1)-Sm(1)-O(5)	105.26(5)
O(3)-Sm(1)-O(5)	110.25(5)
O(10)-Sm(1)-O(5)	71.95(5)
O(18)-Cl(1)-O(14)	108.69(19)
O(18)-Cl(1)-O(17)	115.7(2)
O(14)-Cl(1)-O(17)	109.41(18)
O(18)-Cl(1)-O(4)	106.86(13)
O(14)-Cl(1)-O(4)	108.01(13)
O(17)-Cl(1)-O(4)	107.93(13)
O(13)-Cl(2)-O(16)	114.91(17)
O(13)-Cl(2)-O(15)	109.02(16)
O(16)-Cl(2)-O(15)	108.8(2)
O(13)-Cl(2)-O(8)	108.25(11)
O(16)-Cl(2)-O(8)	107.82(12)
O(15)-Cl(2)-O(8)	107.77(14)
O(21)-Cl(3)-O(19)	112.3(3)
O(21)-Cl(3)-O(20)	112.6(4)
O(19)-Cl(3)-O(20)	105.3(3)
O(21)-Cl(3)-O(7)	110.87(19)
O(19)-Cl(3)-O(7)	108.19(14)
O(20)-Cl(3)-O(7)	107.23(18)
C(3)-O(1)-C(5)	114.28(16)
C(3)-O(1)-Sm(1)	102.99(10)
C(5)-O(1)-Sm(1)	140.39(12)
C(1)-O(2)-C(4)	113.78(15)
C(1)-O(2)-Sm(1)	106.39(10)
C(4)-O(2)-Sm(1)	138.88(12)

C(2)-O(3)-C(12)	113.75(17)
C(2)-O(3)-Sm(1)	105.17(11)
C(12)-O(3)-Sm(1)	137.16(14)
Cl(1)-O(4)-Sm(1)	142.00(10)
C(1)-O(5)-C(9)	114.06(16)
C(1)-O(5)-Sm(1)	103.25(10)
C(9)-O(5)-Sm(1)	142.68(14)
C(3)-O(6)-C(6)	113.85(15)
C(3)-O(6)-Sm(1)	104.90(10)
C(6)-O(6)-Sm(1)	137.23(13)
Cl(3)-O(7)-Sm(1)	153.81(12)
Cl(2)-O(8)-Sm(1)	146.09(10)
C(1)-O(9)-C(7)	114.93(18)
C(3)-O(11)-C(8)	115.41(18)
C(2)-O(10)-C(11)	113.17(17)
C(2)-O(10)-Sm(1)	104.96(11)
C(11)-O(10)-Sm(1)	140.29(15)
C(2)-O(12)-C(10)	115.91(18)
O(9)-C(1)-O(5)	110.74(16)
O(9)-C(1)-O(2)	111.94(17)
O(5)-C(1)-O(2)	99.06(14)
O(12)-C(2)-O(3)	113.70(18)
O(12)-C(2)-O(10)	114.41(18)
O(3)-C(2)-O(10)	99.31(14)
O(11)-C(3)-O(1)	114.40(18)
O(11)-C(3)-O(6)	113.50(16)
O(1)-C(3)-O(6)	98.92(14)

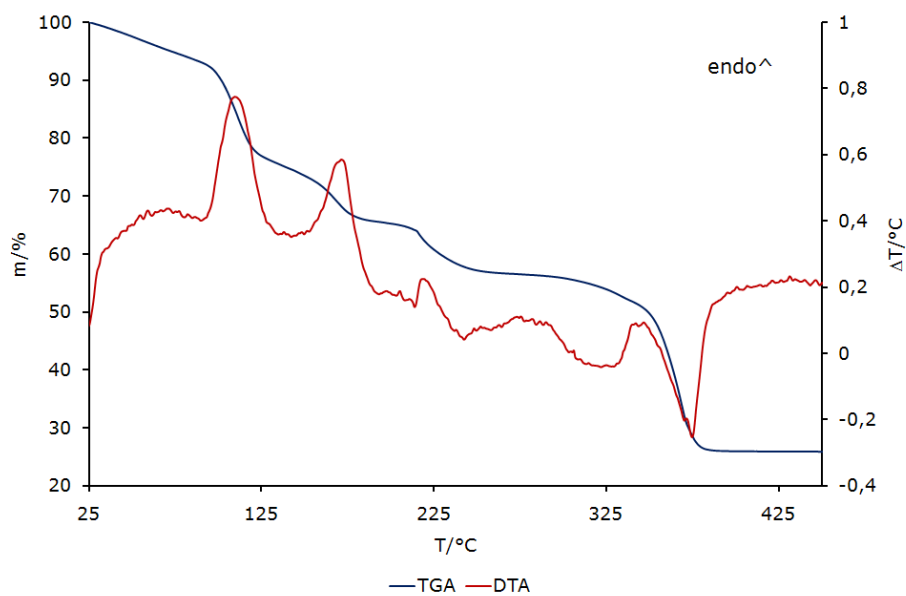
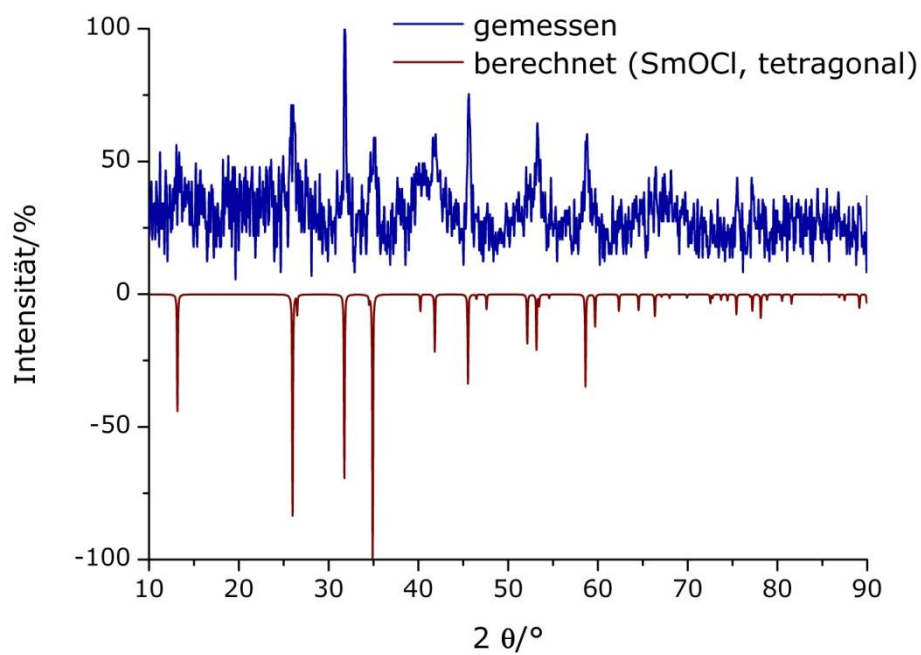
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 1.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmClAM: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2}U^{11} + \dots + 2hka^*b^*U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Sm(1)	16(1)	16(1)	14(1)	0(1)	2(1)	0(1)
Cl(1)	29(1)	30(1)	35(1)	0(1)	9(1)	9(1)

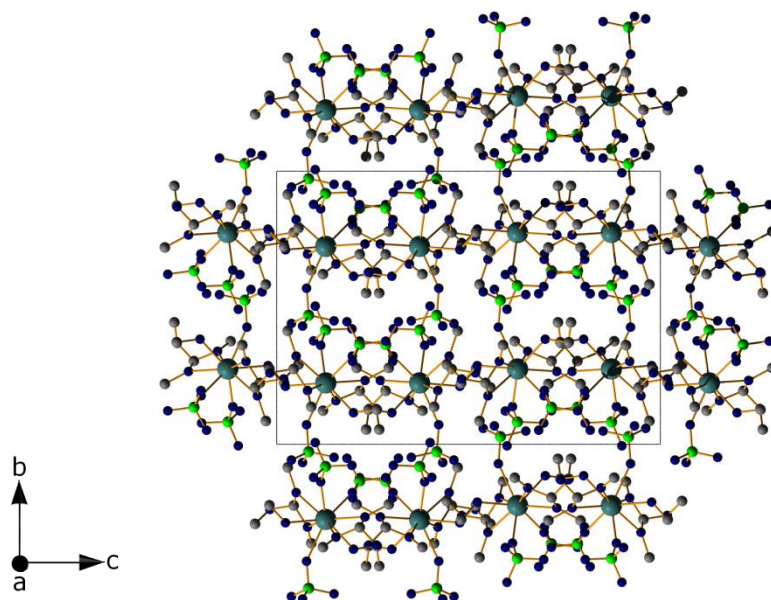
Cl(2)	20(1)	41(1)	34(1)	14(1)	-5(1)	-1(1)
Cl(3)	91(1)	32(1)	21(1)	3(1)	20(1)	-1(1)
O(1)	19(1)	18(1)	35(1)	4(1)	-2(1)	1(1)
O(2)	30(1)	24(1)	19(1)	-2(1)	2(1)	9(1)
O(3)	28(1)	25(1)	26(1)	-5(1)	6(1)	-7(1)
O(4)	27(1)	26(1)	32(1)	-1(1)	5(1)	8(1)
O(5)	35(1)	22(1)	18(1)	2(1)	2(1)	8(1)
O(6)	22(1)	19(1)	27(1)	1(1)	-6(1)	-1(1)
O(7)	41(1)	39(1)	18(1)	3(1)	9(1)	0(1)
O(8)	19(1)	36(1)	35(1)	6(1)	-4(1)	2(1)
O(9)	30(1)	36(1)	22(1)	-6(1)	1(1)	0(1)
O(11)	23(1)	25(1)	53(1)	5(1)	-3(1)	-6(1)
O(10)	29(1)	33(1)	22(1)	-2(1)	7(1)	-11(1)
O(12)	31(1)	23(1)	52(1)	7(1)	-2(1)	-8(1)
C(1)	28(1)	25(1)	18(1)	0(1)	5(1)	2(1)
C(2)	25(1)	23(1)	27(1)	1(1)	1(1)	-6(1)
C(3)	22(1)	19(1)	33(1)	-2(1)	-2(1)	-1(1)
C(4)	31(1)	26(1)	32(1)	-6(1)	2(1)	9(1)
O(13)	38(1)	46(1)	60(1)	23(1)	-6(1)	8(1)
C(5)	29(1)	22(1)	47(1)	8(1)	0(1)	5(1)
C(6)	25(1)	33(1)	33(1)	2(1)	-9(1)	0(1)
O(14)	52(1)	69(2)	57(1)	-5(1)	27(1)	-17(1)
C(7)	50(1)	51(2)	23(1)	-12(1)	-1(1)	9(1)
O(15)	63(2)	51(1)	85(2)	2(1)	-38(2)	-16(1)
C(8)	24(1)	41(1)	54(2)	16(1)	10(1)	3(1)
C(9)	57(2)	32(1)	28(1)	11(1)	1(1)	13(1)
O(16)	31(1)	133(3)	41(1)	16(1)	10(1)	8(1)
C(10)	35(1)	35(1)	89(2)	24(2)	-7(1)	-3(1)
O(17)	59(2)	78(2)	86(2)	-57(2)	16(1)	-5(1)
O(18)	69(2)	93(2)	90(2)	52(2)	24(2)	52(2)
C(11)	48(1)	62(2)	38(1)	-9(1)	25(1)	-23(1)
C(12)	57(2)	48(2)	32(1)	-18(1)	13(1)	-20(1)
O(19)	110(2)	53(1)	40(1)	-14(1)	37(1)	-10(2)
O(20)	177(4)	175(5)	56(2)	20(3)	-16(2)	114(4)
O(21)	374(8)	156(4)	41(2)	-23(2)	54(3)	-203(5)

1.6 Thermische Analyse

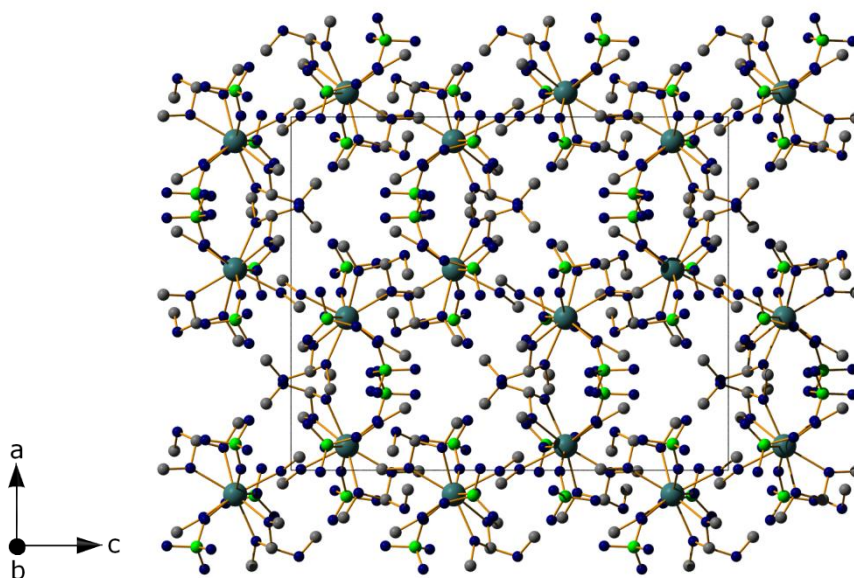
1.7 Pulverdiffraktogramm des Oxidchlorid-Rückstandes SmOCl [35]

2. $\text{Eu}(\text{ClO}_4)_3(\text{CH}(\text{OCH}_3)_3)_2(\text{MeOH})_2$ - EuCIAM

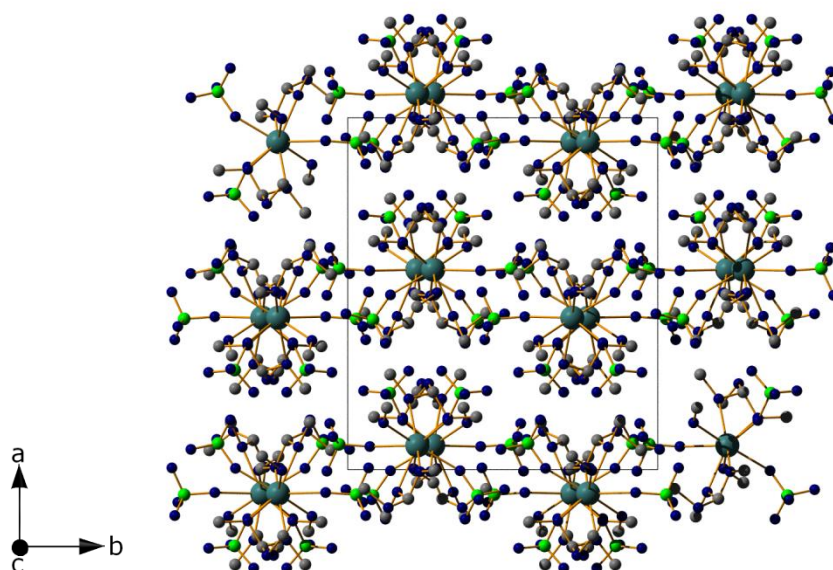
2.1 Diamond Bilder



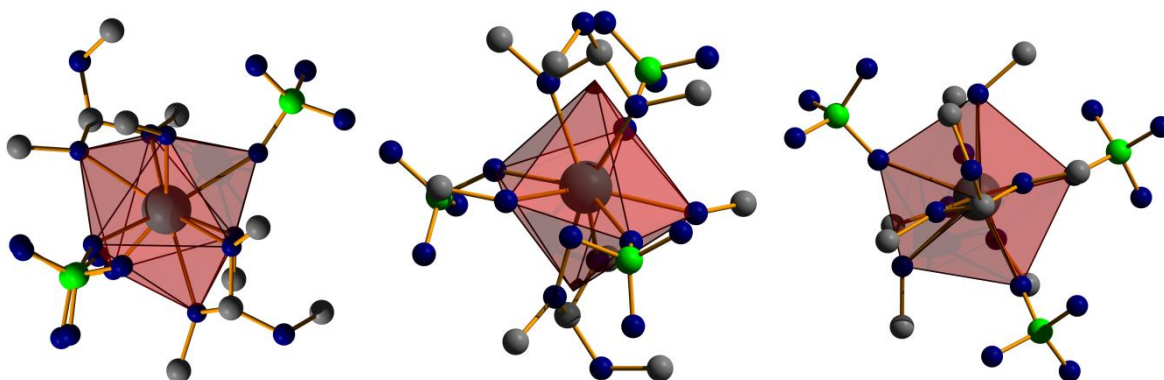
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



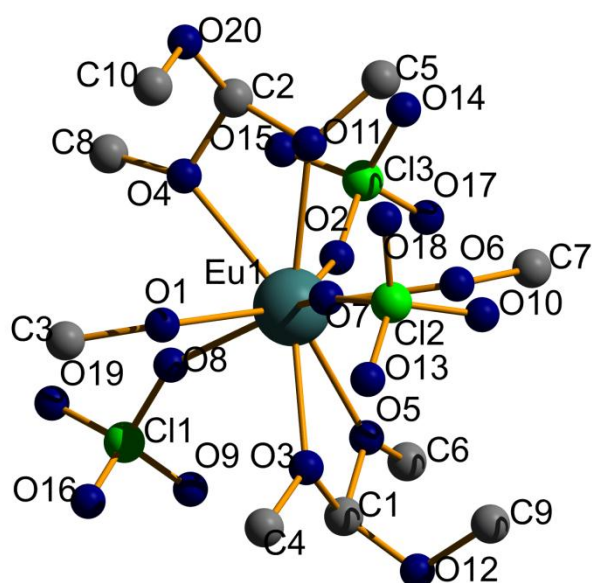
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Verzerrtes trigonales Prisma und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 2.2 Crystal data and structure refinement for EuCIAM:

Empirical formula	Eu(CIO ₄) ₃ (CH(OCH ₃) ₃) ₂ (MeOH) ₂	
Formula weight	726.63	
Temperature	145(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	orthorhombic	
Space group	<i>Pbca</i> (No. 61)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1666.98(6) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1466.24(6) pm	$\beta = 90^\circ$
	<i>c</i> = 2061.11(9) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	5037.8(4) Å ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.916 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.893 mm ⁻¹	
F(000)	2896	
Crystal size	0.20 x 0.10 x 0.01 mm ³	
Theta range for data collection	1.98 to 25.35°.	
Index ranges	-20 ≤ <i>h</i> ≤ 17, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 17, -24 ≤ <i>l</i> ≤ 22	
Reflections collected	30145	
Independent reflections	4610 [R(int) = 0.2414]	
Completeness to theta = 25.35°	99.9 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4610 / 0 / 315	
Goodness-of-fit on F ²	0.883	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0570, wR2 = 0.0739	
R indices (all data)	R1 = 0.1325, wR2 = 0.0898	
Largest diff. peak and hole	1.499 and -0.842 e.Å ⁻³	

2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 2.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuCIAM: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Eu(1)	9316(1)	2755(1)	3723(1)	24(1)
Cl(1)	742(1)	815(2)	3728(1)	38(1)
Cl(2)	9284(2)	5277(2)	4170(1)	30(1)
Cl(3)	7828(2)	1352(2)	2841(1)	32(1)
O(1)	9974(3)	2858(5)	4766(2)	30(2)
O(2)	8604(3)	1771(5)	3029(2)	32(2)
O(3)	642(3)	3404(5)	3457(3)	32(2)
O(4)	8534(3)	1773(5)	4494(2)	27(2)
O(5)	63(3)	2667(5)	2699(3)	33(2)
O(6)	8670(3)	3825(5)	2995(3)	31(2)
O(7)	9347(4)	4287(5)	4222(3)	37(2)
O(8)	35(3)	1378(5)	3856(3)	36(2)
O(9)	861(4)	775(6)	3041(3)	43(2)
O(10)	9069(4)	5484(5)	3510(3)	43(2)
O(11)	7991(3)	3035(5)	4197(3)	30(2)
O(12)	1087(4)	3694(6)	2403(3)	38(2)
O(13)	47(4)	5672(6)	4324(3)	46(2)
O(14)	7199(3)	1967(6)	3022(3)	44(2)
O(15)	7762(4)	512(6)	3172(3)	46(2)
O(16)	1411(4)	1216(8)	4040(4)	105(5)
O(17)	7858(4)	1222(7)	2159(3)	66(3)
O(18)	8691(4)	5582(6)	4615(3)	56(3)
O(19)	574(5)	-60(7)	3997(3)	71(3)
O(20)	7558(3)	2390(5)	5182(3)	36(2)
C(1)	837(5)	3048(8)	2838(4)	30(3)
C(2)	7797(5)	2246(9)	4558(4)	35(3)
C(3)	375(5)	2232(8)	5198(4)	44(3)
C(4)	1338(5)	3771(8)	3798(4)	42(3)
C(5)	7300(5)	3633(8)	4099(4)	43(3)
C(6)	29(5)	2208(8)	2080(4)	38(3)
C(7)	8239(5)	3735(8)	2388(4)	37(3)

C(8)	8503(6)	854(9)	4715(4)	45(3)
C(9)	553(6)	4461(8)	2328(5)	50(4)
C(10)	8113(5)	2920(10)	5569(4)	52(4)

2.4 Bindungslängen und -winkel

Table 2.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for EuCIAM:

Eu(1)-O(2)	235.2(6)
Eu(1)-O(8)	236.5(7)
Eu(1)-O(1)	241.9(5)
Eu(1)-O(6)	242.3(6)
Eu(1)-O(11)	245.0(5)
Eu(1)-O(5)	245.3(5)
Eu(1)-O(3)	246.8(6)
Eu(1)-O(7)	247.0(7)
Eu(1)-O(4)	251.0(6)
Eu(1)-C(2)	315.2(9)
Eu(1)-C(1)	315.3(8)
Cl(1)-O(16)	141.5(7)
Cl(1)-O(19)	142.5(9)
Cl(1)-O(9)	143.2(6)
Cl(1)-O(8)	146.3(6)
Cl(2)-O(18)	142.2(6)
Cl(2)-O(13)	143.3(6)
Cl(2)-O(10)	144.0(5)
Cl(2)-O(7)	146.0(8)
Cl(3)-O(15)	141.3(8)
Cl(3)-O(17)	142.0(6)
Cl(3)-O(14)	143.2(7)
Cl(3)-O(2)	148.4(6)
O(1)-C(3)	144.3(10)
O(3)-C(1)	141.7(9)
O(3)-C(4)	145.9(10)
O(4)-C(2)	141.8(11)
O(4)-C(8)	142.4(13)
O(5)-C(1)	143.6(10)

O(5)-C(6)	144.3(9)
O(6)-C(7)	144.9(9)
O(11)-C(2)	141.2(12)
O(11)-C(5)	146.1(11)
O(12)-C(1)	136.7(11)
O(12)-C(9)	144.3(12)
O(20)-C(2)	136.3(9)
O(20)-C(10)	144.8(11)

O(2)-Eu(1)-O(8)	78.6(2)
O(2)-Eu(1)-O(1)	143.8(2)
O(8)-Eu(1)-O(1)	73.7(2)
O(2)-Eu(1)-O(6)	78.3(2)
O(8)-Eu(1)-O(6)	148.2(2)
O(1)-Eu(1)-O(6)	135.4(2)
O(2)-Eu(1)-O(11)	83.7(2)
O(8)-Eu(1)-O(11)	123.6(2)
O(1)-Eu(1)-O(11)	92.47(18)
O(6)-Eu(1)-O(11)	74.8(2)
O(2)-Eu(1)-O(5)	72.6(2)
O(8)-Eu(1)-O(5)	78.3(2)
O(1)-Eu(1)-O(5)	122.56(17)
O(6)-Eu(1)-O(5)	74.1(2)
O(11)-Eu(1)-O(5)	144.06(18)
O(2)-Eu(1)-O(3)	123.59(19)
O(8)-Eu(1)-O(3)	84.3(2)
O(1)-Eu(1)-O(3)	76.56(19)
O(6)-Eu(1)-O(3)	90.6(2)
O(11)-Eu(1)-O(3)	146.2(2)
O(5)-Eu(1)-O(3)	51.32(19)
O(2)-Eu(1)-O(7)	145.2(2)
O(8)-Eu(1)-O(7)	135.8(2)
O(1)-Eu(1)-O(7)	64.1(2)
O(6)-Eu(1)-O(7)	71.3(2)
O(11)-Eu(1)-O(7)	72.6(2)
O(5)-Eu(1)-O(7)	113.3(2)
O(3)-Eu(1)-O(7)	73.9(2)

O(2)-Eu(1)-O(4)	76.78(19)
O(8)-Eu(1)-O(4)	72.5(2)
O(1)-Eu(1)-O(4)	73.0(2)
O(6)-Eu(1)-O(4)	122.22(19)
O(11)-Eu(1)-O(4)	51.3(2)
O(5)-Eu(1)-O(4)	141.1(2)
O(3)-Eu(1)-O(4)	145.75(18)
O(7)-Eu(1)-O(4)	105.6(2)
O(2)-Eu(1)-C(2)	77.4(2)
O(8)-Eu(1)-C(2)	98.1(3)
O(1)-Eu(1)-C(2)	83.9(2)
O(6)-Eu(1)-C(2)	97.7(2)
O(11)-Eu(1)-C(2)	25.5(3)
O(5)-Eu(1)-C(2)	149.9(2)
O(3)-Eu(1)-C(2)	158.8(2)
O(7)-Eu(1)-C(2)	90.3(3)
O(4)-Eu(1)-C(2)	26.0(3)
O(2)-Eu(1)-C(1)	97.9(2)
O(8)-Eu(1)-C(1)	77.1(2)
O(1)-Eu(1)-C(1)	98.1(2)
O(6)-Eu(1)-C(1)	84.9(2)
O(11)-Eu(1)-C(1)	158.9(2)
O(5)-Eu(1)-C(1)	26.0(2)
O(3)-Eu(1)-C(1)	25.7(2)
O(7)-Eu(1)-C(1)	95.7(2)
O(4)-Eu(1)-C(1)	149.6(2)
C(2)-Eu(1)-C(1)	173.9(3)
O(16)-Cl(1)-O(19)	110.6(6)
O(16)-Cl(1)-O(9)	110.9(5)
O(19)-Cl(1)-O(9)	112.0(5)
O(16)-Cl(1)-O(8)	108.6(5)
O(19)-Cl(1)-O(8)	106.2(4)
O(9)-Cl(1)-O(8)	108.3(4)
O(18)-Cl(2)-O(13)	110.3(4)
O(18)-Cl(2)-O(10)	111.8(4)
O(13)-Cl(2)-O(10)	110.2(4)
O(18)-Cl(2)-O(7)	108.4(5)

O(13)-Cl(2)-O(7)	108.8(4)
O(10)-Cl(2)-O(7)	107.2(4)
O(15)-Cl(3)-O(17)	111.2(6)
O(15)-Cl(3)-O(14)	111.5(4)
O(17)-Cl(3)-O(14)	111.6(5)
O(15)-Cl(3)-O(2)	107.7(4)
O(17)-Cl(3)-O(2)	106.4(4)
O(14)-Cl(3)-O(2)	108.1(4)
C(3)-O(1)-Eu(1)	136.0(6)
Cl(3)-O(2)-Eu(1)	148.5(4)
C(1)-O(3)-C(4)	112.8(6)
C(1)-O(3)-Eu(1)	105.3(5)
C(4)-O(3)-Eu(1)	138.4(5)
C(2)-O(4)-C(8)	113.7(7)
C(2)-O(4)-Eu(1)	103.2(6)
C(8)-O(4)-Eu(1)	139.9(6)
C(1)-O(5)-C(6)	113.1(6)
C(1)-O(5)-Eu(1)	105.3(4)
C(6)-O(5)-Eu(1)	139.9(5)
C(7)-O(6)-Eu(1)	134.1(6)
Cl(2)-O(7)-Eu(1)	150.7(3)
Cl(1)-O(8)-Eu(1)	150.3(4)
C(2)-O(11)-C(5)	112.5(7)
C(2)-O(11)-Eu(1)	106.3(6)
C(5)-O(11)-Eu(1)	139.1(6)
C(1)-O(12)-C(9)	114.9(7)
C(2)-O(20)-C(10)	114.6(7)
O(12)-C(1)-O(3)	113.9(9)
O(12)-C(1)-O(5)	114.4(7)
O(3)-C(1)-O(5)	96.7(6)
O(12)-C(1)-Eu(1)	135.9(7)
O(3)-C(1)-Eu(1)	49.0(4)
O(5)-C(1)-Eu(1)	48.6(3)
O(20)-C(2)-O(11)	115.9(10)
O(20)-C(2)-O(4)	114.5(7)
O(11)-C(2)-O(4)	98.8(6)
O(20)-C(2)-Eu(1)	135.5(6)

O(11)-C(2)-Eu(1) 48.3(4)

O(4)-C(2)-Eu(1) 50.9(4)

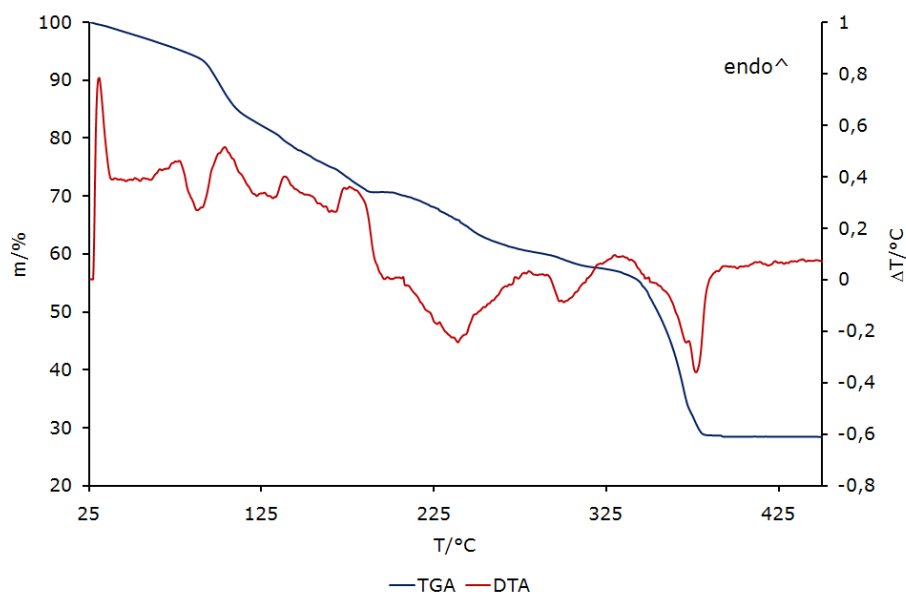
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 2.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuCIAM: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

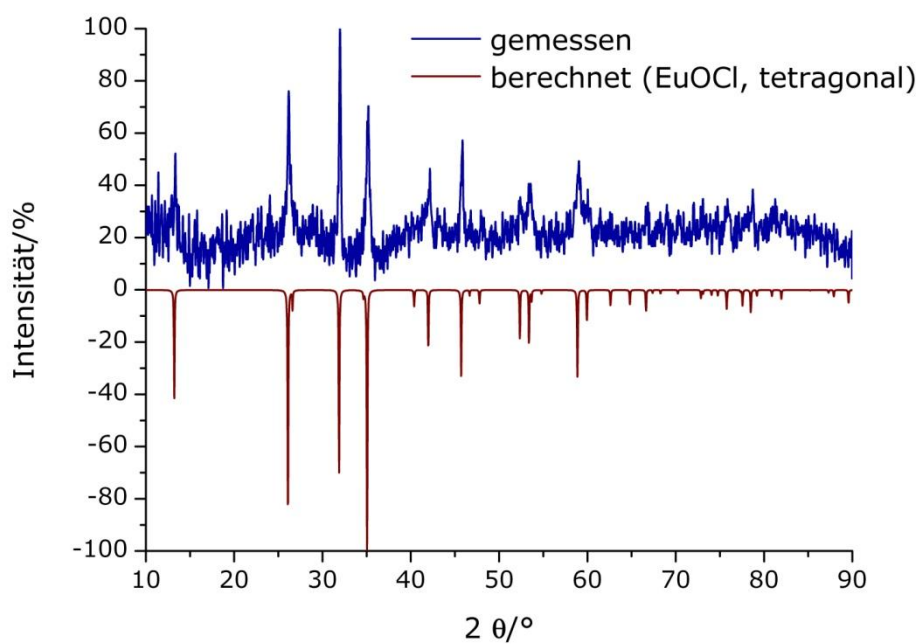
	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Eu(1)	21(1)	29(1)	23(1)	-1(1)	0(1)	0(1)
Cl(1)	30(1)	46(2)	38(1)	-13(1)	-7(1)	12(1)
Cl(2)	34(1)	26(2)	30(1)	1(1)	-4(1)	0(1)
Cl(3)	36(2)	25(2)	35(1)	2(1)	-7(1)	-10(1)
O(1)	40(4)	23(6)	27(3)	1(3)	-8(3)	9(4)
O(2)	17(3)	49(6)	30(3)	-7(3)	-12(3)	-4(3)
O(3)	21(3)	36(6)	38(3)	2(3)	3(3)	-8(4)
O(4)	18(3)	40(6)	22(3)	9(3)	5(3)	5(3)
O(5)	18(3)	49(6)	30(3)	-9(4)	-1(3)	-7(4)
O(6)	36(4)	24(6)	33(3)	2(3)	-6(3)	-4(4)
O(7)	53(4)	23(5)	34(3)	-2(3)	-14(4)	0(4)
O(8)	20(3)	45(6)	42(4)	5(4)	4(3)	17(3)
O(9)	47(5)	48(7)	32(3)	-16(4)	7(3)	15(4)
O(10)	69(5)	23(6)	36(3)	19(3)	-30(3)	-15(4)
O(11)	18(3)	28(6)	44(4)	5(3)	6(3)	-2(3)
O(12)	35(4)	48(7)	32(3)	0(4)	10(3)	-1(4)
O(13)	38(4)	38(7)	61(4)	-11(4)	-8(4)	-11(4)
O(14)	25(4)	43(7)	66(4)	6(4)	-9(4)	7(4)
O(15)	40(4)	35(7)	64(4)	16(4)	9(4)	0(4)
O(16)	27(4)	191(14)	98(6)	-100(7)	-19(4)	7(6)
O(17)	56(5)	117(10)	26(3)	-17(5)	-9(4)	-19(6)
O(18)	45(4)	61(8)	61(4)	-22(5)	16(4)	19(4)
O(19)	125(7)	50(8)	40(4)	10(4)	4(5)	47(6)
O(20)	30(4)	48(7)	31(3)	-6(4)	8(3)	-11(4)
C(1)	28(6)	37(9)	24(5)	2(5)	10(4)	7(5)
C(2)	19(5)	42(9)	42(6)	3(6)	1(5)	-17(6)
C(3)	57(7)	33(9)	43(5)	2(6)	-23(5)	23(7)
C(4)	33(5)	44(9)	48(6)	-2(6)	-7(6)	-9(5)

C(5)	28(6)	39(10)	64(7)	13(6)	13(5)	9(6)
C(6)	48(6)	30(9)	36(5)	-11(6)	3(5)	-5(6)
C(7)	45(6)	36(9)	31(5)	4(5)	-13(5)	-6(6)
C(8)	41(7)	43(11)	50(6)	13(6)	-9(6)	5(6)
C(9)	46(7)	40(10)	64(7)	22(7)	-6(6)	6(6)
C(10)	41(6)	78(13)	38(6)	-12(7)	3(5)	-17(7)

2.6 Thermische Analyse



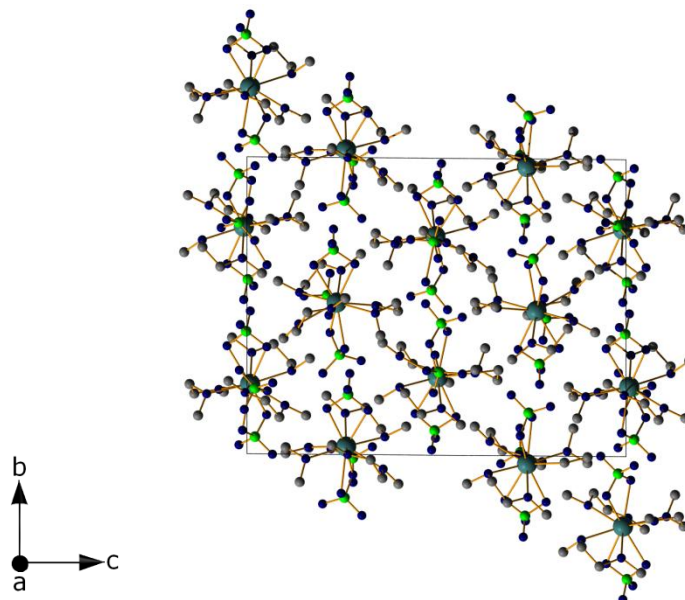
2.7 Pulverdiffraktogramm des Oxidchlorid-Rückstandes [36]



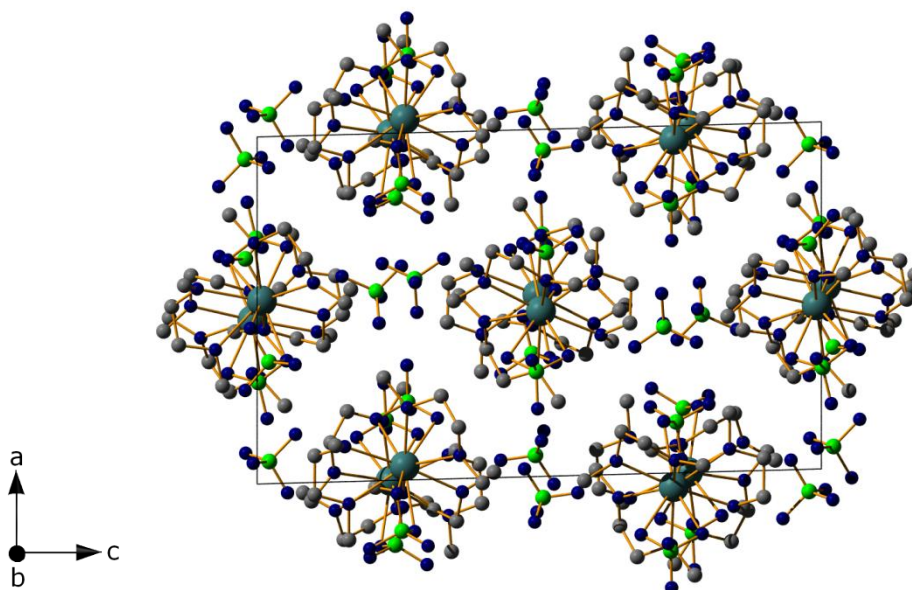
D: Selten-Erd-Perchlorat DME-Solvate

1. $[\text{La}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_9)_3]\text{ClO}_4$ - LaClDME

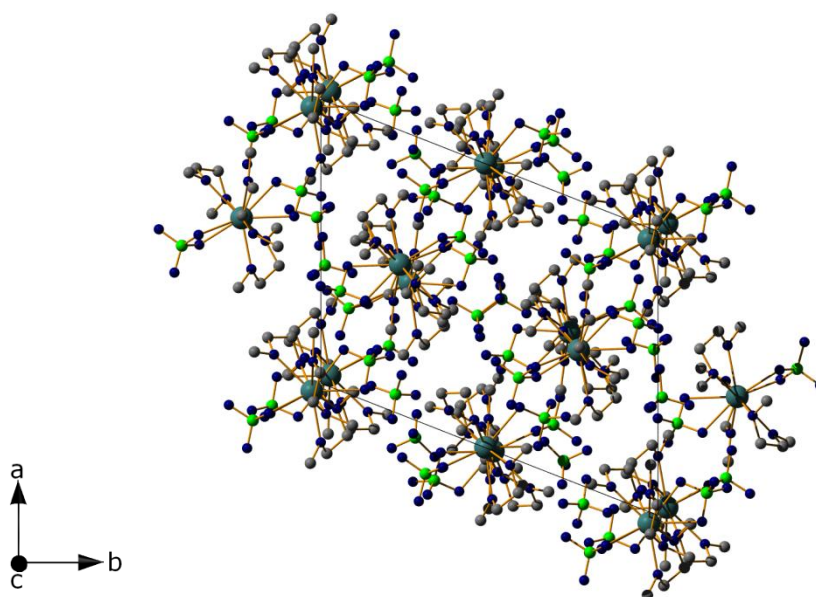
1.1 Diamond Bilder



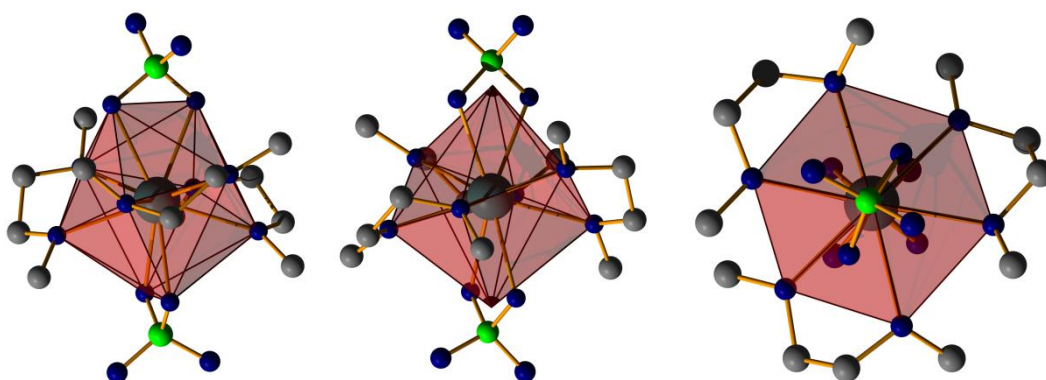
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



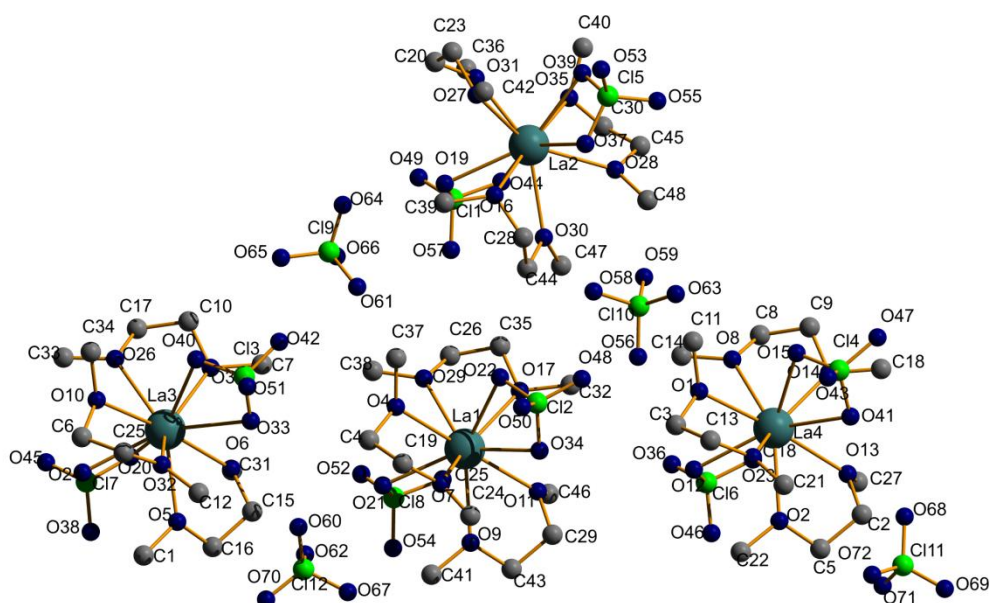
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Zehnfache Koordination und verzerrte hexagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 1.2 Crystal data and structure refinement for LaCIDME:

Empirical formula	[La(ClO ₄) ₂ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₃]ClO ₄	
Formula weight	707,62	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	triclinic	
Space group	<i>P</i> -1 (No. 2)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1416.48(6) pm	α = 88.924(7)°
	<i>b</i> = 1801.93(12) pm	β = 88.188(5)°
	<i>c</i> = 2144.75(10) pm	γ = 68.532(6)°
Volume	5.0918(5) nm ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.846 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.070 mm ⁻¹	
F(000)	2832	
Crystal size	0.28 x 0.21 x 0.18 mm ³	
Theta range for data collection	2.25 to 26.12°.	
Index ranges	-17 ≤ <i>h</i> ≤ 17, -22 ≤ <i>k</i> ≤ 22, -26 ≤ <i>l</i> ≤ 26	
Reflections collected	63811	
Independent reflections	18836 [R(int) = 0.0619]	
Completeness to theta = 26.12°	92.8 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	18836 / 0 / 1225	
Goodness-of-fit on F ²	0.876	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0305, wR2 = 0.0711	
R indices (all data)	R1 = 0.0461, wR2 = 0.0736	
Largest diff. peak and hole	1.272 and -0.890 e.Å ⁻³	

1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 1.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LaCIDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
La(1)	404(1)	9731(1)	2614(1)	14(1)
La(2)	9989(1)	4885(1)	2364(1)	14(1)
La(3)	5275(1)	7648(1)	83(1)	13(1)
La(4)	5234(1)	2625(1)	4970(1)	13(1)
Cl(1)	1745(1)	3103(1)	2283(1)	28(1)
Cl(2)	8533(1)	1451(1)	2570(1)	24(1)
Cl(3)	3506(1)	9423(1)	210(1)	22(1)
Cl(4)	3548(1)	4443(1)	4873(1)	22(1)
Cl(5)	8136(1)	6639(1)	2448(1)	26(1)
Cl(6)	6975(1)	832(1)	5050(1)	22(1)
Cl(7)	7077(1)	5873(1)	9977(1)	22(1)
Cl(8)	2247(1)	7980(1)	2667(1)	30(1)
Cl(9)	5790(1)	119(1)	2791(1)	30(1)
Cl(10)	5458(1)	4641(1)	2113(1)	33(1)
Cl(11)	613(1)	2801(1)	4932(1)	37(1)
Cl(12)	638(1)	7786(1)	215(1)	38(1)
O(1)	5969(2)	2899(2)	3906(1)	19(1)
O(2)	4362(2)	1577(2)	4874(1)	20(1)
O(3)	5750(2)	8356(2)	1001(1)	19(1)
O(4)	1009(2)	155(2)	1551(1)	23(1)
O(5)	4441(2)	6586(2)	127(1)	23(1)
O(6)	4822(2)	7192(2)	1179(1)	21(1)
O(7)	9353(2)	9764(2)	1626(1)	24(1)
O(8)	6945(2)	2846(2)	5033(1)	21(1)
O(9)	9638(3)	8608(2)	2592(2)	30(1)
O(10)	5666(2)	7990(2)	8936(1)	21(1)
O(11)	9615(3)	9394(2)	3636(1)	29(1)
O(12)	6546(2)	1298(2)	4487(1)	25(1)
O(13)	4365(2)	2278(2)	5970(1)	22(1)
O(14)	5502(2)	3329(2)	5966(1)	20(1)
O(15)	4630(2)	4170(2)	4714(1)	26(1)

O(16)	9174(2)	4550(2)	1385(1)	27(1)
O(17)	671(2)	478(2)	3592(1)	24(1)
O(18)	6562(3)	1395(2)	5565(1)	28(1)
O(19)	1268(3)	3628(2)	1764(1)	31(1)
O(20)	6801(3)	6392(2)	522(1)	31(1)
O(21)	1778(2)	8451(2)	2111(1)	27(1)
O(22)	9616(2)	1308(2)	2483(1)	24(1)
O(23)	4140(2)	2776(2)	3984(1)	22(1)
O(24)	6465(2)	6368(2)	9474(1)	24(1)
O(25)	1758(3)	8502(2)	3194(1)	34(1)
O(26)	6945(2)	7936(2)	9950(1)	22(1)
O(27)	270(2)	5613(2)	1364(1)	26(1)
O(28)	8944(3)	4976(2)	3395(1)	29(1)
O(29)	2084(2)	9997(2)	2661(1)	24(1)
O(30)	9186(3)	3799(2)	2482(2)	29(1)
O(31)	1722(2)	5081(2)	2225(1)	25(1)
O(32)	3897(2)	7841(2)	9260(1)	20(1)
O(33)	3525(2)	8678(2)	517(1)	23(1)
O(34)	8509(2)	678(2)	2792(2)	28(1)
O(35)	690(3)	5233(2)	3386(1)	28(1)
O(36)	8050(3)	572(2)	5028(2)	42(1)
O(37)	8100(2)	5896(2)	2191(2)	26(1)
O(38)	6817(3)	5191(2)	86(2)	44(1)
O(39)	9214(2)	6444(2)	2577(2)	30(1)
O(40)	4488(2)	9209(2)	9880(1)	25(1)
O(41)	3414(2)	3748(2)	5183(1)	24(1)
O(42)	3414(3)	9(2)	671(2)	40(1)
O(43)	2975(3)	4655(2)	4322(2)	41(1)
O(44)	1314(2)	3580(2)	2845(1)	25(1)
O(45)	8126(3)	5653(2)	9823(2)	36(1)
O(46)	6649(3)	177(2)	5130(2)	42(1)
O(47)	3274(3)	5097(2)	5290(2)	39(1)
O(48)	8084(3)	2048(2)	3029(2)	38(1)
O(49)	2806(3)	2904(2)	2248(2)	49(1)
O(50)	8044(3)	1669(2)	1994(2)	50(1)
O(51)	2704(3)	9701(2)	9787(2)	37(1)
O(52)	3306(3)	7811(2)	2654(2)	49(1)

O(53)	7801(3)	7269(2)	2001(2)	43(1)
O(54)	2035(4)	2769(2)	2713(2)	55(1)
O(55)	7548(3)	6836(2)	3011(2)	49(1)
O(56)	5300(4)	3900(2)	2192(2)	53(1)
C(1)	4403(4)	6088(3)	9605(2)	28(1)
C(2)	3488(4)	2082(3)	5827(2)	24(1)
O(57)	1490(3)	2412(2)	2281(2)	52(1)
C(3)	5649(4)	2545(3)	3394(2)	24(1)
C(4)	767(4)	9771(3)	1021(2)	29(1)
C(5)	3818(4)	1379(3)	5397(2)	30(1)
C(6)	5176(4)	7667(3)	8485(2)	24(1)
C(7)	5150(4)	8692(3)	1558(2)	30(1)
C(8)	7210(4)	3071(3)	5632(2)	28(1)
C(9)	6286(4)	3661(3)	5931(2)	28(1)
C(10)	6443(4)	8757(3)	855(2)	28(1)
C(11)	6159(4)	3616(3)	3717(2)	29(1)
C(12)	2855(3)	7919(3)	9387(2)	27(1)
C(13)	4517(4)	2884(3)	3369(2)	29(1)
C(14)	7859(3)	2452(3)	4662(2)	28(1)
C(15)	3949(4)	6951(3)	1173(2)	24(1)
O(58)	5916(4)	4676(3)	1503(2)	61(1)
C(16)	4153(4)	6297(3)	703(2)	27(1)
O(59)	6166(4)	4722(3)	2556(2)	60(1)
C(17)	7320(4)	8202(3)	487(2)	28(1)
O(60)	600(4)	8506(3)	9929(2)	66(1)
C(18)	4726(4)	3770(3)	6423(2)	29(1)
C(19)	9646(4)	9973(3)	1017(2)	30(1)
C(20)	2018(4)	5222(3)	1594(2)	31(1)
C(21)	3067(4)	2886(3)	3974(2)	29(1)
C(22)	4501(4)	1031(3)	4362(2)	29(1)
O(61)	4824(3)	51(3)	2830(2)	67(1)
C(23)	1136(4)	5857(3)	1304(2)	31(1)
C(24)	8317(4)	9785(3)	1625(2)	32(1)
C(25)	4061(4)	7987(3)	8609(2)	28(1)
C(26)	2391(4)	174(3)	3262(2)	31(1)
C(27)	4873(4)	1857(3)	6518(2)	33(1)
C(28)	8332(4)	4293(3)	1538(3)	34(1)

C(29)	8778(4)	9133(3)	3537(3)	37(1)
C(30)	401(4)	4889(3)	3939(2)	37(1)
C(31)	5528(4)	6773(3)	1658(2)	31(1)
C(32)	9859(4)	977(3)	3993(2)	38(1)
C(33)	7768(4)	7555(3)	9510(2)	31(1)
C(34)	5776(5)	8724(3)	8710(2)	35(1)
C(35)	1479(4)	784(3)	3571(2)	30(1)
C(36)	2624(4)	4739(3)	2599(2)	35(1)
C(37)	1043(5)	936(3)	1390(2)	36(1)
C(38)	2962(4)	9687(3)	2243(2)	35(1)
C(39)	9712(4)	4179(3)	818(2)	38(1)
C(40)	807(5)	5978(3)	3521(3)	45(2)
O(62)	1402(4)	7605(4)	680(3)	84(2)
O(63)	4539(4)	5313(3)	2161(3)	88(2)
C(41)	9813(5)	8026(3)	2097(3)	43(1)
C(42)	9465(4)	6102(3)	963(2)	42(1)
O(64)	5686(5)	933(3)	2800(2)	86(2)
C(43)	9123(5)	8421(3)	3129(3)	44(1)
C(44)	8691(4)	3584(3)	1969(3)	39(1)
O(65)	6252(5)	9813(4)	2215(3)	109(3)
C(45)	9272(5)	5155(4)	3984(2)	43(1)
C(46)	156(5)	9043(4)	4197(2)	50(2)
O(66)	6340(4)	9733(4)	3307(3)	96(2)
C(47)	9322(5)	3244(3)	3004(3)	44(1)
C(48)	7903(4)	5019(4)	3445(3)	42(1)
O(67)	9722(4)	7876(4)	538(3)	107(2)
O(68)	1024(5)	3373(4)	5040(3)	101(2)
O(69)	9771(7)	2842(7)	5261(5)	190(5)
O(70)	896(9)	7185(6)	9797(5)	188(5)
O(71)	1308(8)	2103(8)	5081(9)	289(10)
O(72)	497(11)	2743(7)	4317(3)	208(6)

1.4 Bindungslängen und -winkel

Table 1.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for LaCIDME:

La(1)-O(11)	259.1(3)
La(1)-O(29)	259.9(3)
La(1)-O(4)	260.9(3)
La(1)-O(7)	261.6(3)
La(1)-O(34)	262.1(3)
La(1)-O(9)	262.4(3)
La(1)-O(17)	262.4(3)
La(1)-O(21)	263.5(3)
La(1)-O(22)	265.8(3)
La(1)-O(25)	265.9(3)
La(1)-Cl(2)	326.04(11)
La(1)-Cl(8)	327.90(11)
La(2)-O(27)	258.8(3)
La(2)-O(28)	259.6(3)
La(2)-O(30)	260.3(3)
La(2)-O(16)	261.0(3)
La(2)-O(31)	261.3(3)
La(2)-O(35)	261.4(3)
La(2)-O(44)	263.1(3)
La(2)-O(19)	265.0(3)
La(2)-O(39)	265.9(3)
La(2)-O(37)	266.1(3)
La(2)-Cl(1)	326.82(11)
La(2)-Cl(5)	329.04(11)
La(3)-O(5)	259.0(3)
La(3)-O(32)	259.7(3)
La(3)-O(3)	260.0(2)
La(3)-O(26)	260.7(3)
La(3)-O(6)	261.4(3)
La(3)-O(10)	261.6(3)
La(3)-O(24)	264.4(3)
La(3)-O(33)	264.8(3)
La(3)-O(40)	265.2(3)
La(3)-O(20)	267.3(3)
La(3)-Cl(3)	327.30(11)

La(3)-Cl(7)	328.77(11)
La(4)-O(1)	259.3(3)
La(4)-O(8)	260.5(3)
La(4)-O(23)	261.1(3)
La(4)-O(14)	261.3(3)
La(4)-O(13)	261.8(3)
La(4)-O(2)	262.1(3)
La(4)-O(12)	263.9(3)
La(4)-O(15)	264.8(3)
La(4)-O(18)	266.0(3)
La(4)-O(41)	266.3(3)
La(4)-Cl(6)	327.57(11)
La(4)-Cl(4)	327.92(11)
Cl(1)-O(49)	141.1(4)
Cl(1)-O(57)	141.7(4)
Cl(1)-O(19)	146.0(3)
Cl(1)-O(44)	147.4(3)
Cl(2)-O(50)	141.4(4)
Cl(2)-O(48)	142.4(3)
Cl(2)-O(22)	146.5(3)
Cl(2)-O(34)	147.5(3)
Cl(3)-O(51)	141.2(3)
Cl(3)-O(42)	142.8(3)
Cl(3)-O(40)	146.3(3)
Cl(3)-O(33)	147.7(3)
Cl(4)-O(43)	142.2(3)
Cl(4)-O(47)	142.2(3)
Cl(4)-O(15)	145.8(3)
Cl(4)-O(41)	147.6(3)
Cl(5)-O(55)	141.8(4)
Cl(5)-O(53)	142.5(4)
Cl(5)-O(39)	147.1(3)
Cl(5)-O(37)	147.5(3)
Cl(6)-O(36)	141.8(4)
Cl(6)-O(46)	142.1(3)
Cl(6)-O(18)	146.8(3)
Cl(6)-O(12)	147.2(3)

Cl(7)-O(38)	142.0(4)
Cl(7)-O(45)	142.0(4)
Cl(7)-O(20)	146.1(3)
Cl(7)-O(24)	147.3(3)
Cl(8)-O(52)	141.7(4)
Cl(8)-O(54)	142.1(4)
Cl(8)-O(25)	146.8(3)
Cl(8)-O(21)	147.8(3)
Cl(9)-O(66)	139.5(5)
Cl(9)-O(65)	140.3(5)
Cl(9)-O(61)	141.7(4)
Cl(9)-O(64)	142.1(4)
Cl(10)-O(63)	141.9(5)
Cl(10)-O(56)	143.9(4)
Cl(10)-O(59)	145.0(4)
Cl(10)-O(58)	145.1(5)
Cl(11)-O(71)	132.4(10)
Cl(11)-O(72)	134.5(7)
Cl(11)-O(69)	134.5(8)
Cl(11)-O(68)	138.3(5)
Cl(12)-O(70)	135.6(6)
Cl(12)-O(67)	140.8(6)
Cl(12)-O(60)	141.0(4)
Cl(12)-O(62)	143.7(5)
O(1)-C(3)	144.4(5)
O(1)-C(11)	146.1(5)
O(2)-C(22)	144.8(5)
O(2)-C(5)	145.4(6)
O(3)-C(10)	144.2(6)
O(3)-C(7)	144.9(5)
O(4)-C(4)	145.7(5)
O(4)-C(37)	145.9(5)
O(5)-C(16)	143.7(5)
O(5)-C(1)	146.2(5)
O(6)-C(31)	145.2(5)
O(6)-C(15)	145.4(5)
O(7)-C(19)	144.3(6)

O(7)-C(24)	145.4(6)
O(8)-C(14)	144.9(5)
O(8)-C(8)	145.5(5)
O(9)-C(43)	144.5(7)
O(9)-C(41)	145.8(6)
O(10)-C(6)	145.4(5)
O(10)-C(34)	146.1(5)
O(11)-C(29)	145.0(6)
O(11)-C(46)	145.2(6)
O(13)-C(27)	144.8(5)
O(13)-C(2)	145.2(5)
O(14)-C(9)	144.0(5)
O(14)-C(18)	145.6(5)
O(16)-C(39)	145.1(5)
O(16)-C(28)	145.4(6)
O(17)-C(35)	143.9(6)
O(17)-C(32)	144.1(6)
O(23)-C(13)	144.4(6)
O(23)-C(21)	146.0(5)
O(26)-C(17)	144.3(5)
O(26)-C(33)	144.7(6)
O(27)-C(23)	144.8(6)
O(27)-C(42)	145.5(6)
O(28)-C(45)	144.0(6)
O(28)-C(48)	144.8(6)
O(29)-C(38)	144.9(6)
O(29)-C(26)	145.0(5)
O(30)-C(44)	145.5(6)
O(30)-C(47)	145.8(6)
O(31)-C(20)	144.9(6)
O(31)-C(36)	145.8(5)
O(32)-C(25)	144.3(5)
O(32)-C(12)	144.8(5)
O(35)-C(30)	144.6(6)
O(35)-C(40)	144.7(6)
C(2)-C(5)	150.3(6)
C(3)-C(13)	149.4(7)

C(4)-C(19)	149.3(7)
C(6)-C(25)	148.8(7)
C(8)-C(9)	148.5(7)
C(10)-C(17)	149.2(7)
C(15)-C(16)	150.5(6)
C(20)-C(23)	149.4(7)
C(26)-C(35)	150.0(7)
C(28)-C(44)	150.2(8)
C(29)-C(43)	148.5(8)
C(30)-C(45)	149.2(8)

O(11)-La(1)-O(29)	119.08(9)
O(11)-La(1)-O(4)	174.13(10)
O(29)-La(1)-O(4)	65.57(9)
O(11)-La(1)-O(7)	113.60(10)
O(29)-La(1)-O(7)	127.31(10)
O(4)-La(1)-O(7)	61.85(10)
O(11)-La(1)-O(34)	67.81(10)
O(29)-La(1)-O(34)	131.22(9)
O(4)-La(1)-O(34)	106.53(10)
O(7)-La(1)-O(34)	69.55(10)
O(11)-La(1)-O(9)	61.46(10)
O(29)-La(1)-O(9)	144.03(10)
O(4)-La(1)-O(9)	117.34(9)
O(7)-La(1)-O(9)	65.65(10)
O(34)-La(1)-O(9)	83.94(10)
O(11)-La(1)-O(17)	66.55(10)
O(29)-La(1)-O(17)	62.24(9)
O(4)-La(1)-O(17)	115.03(9)
O(7)-La(1)-O(17)	148.12(10)
O(34)-La(1)-O(17)	82.47(9)
O(9)-La(1)-O(17)	127.63(10)
O(11)-La(1)-O(21)	111.86(10)
O(29)-La(1)-O(21)	75.96(10)
O(4)-La(1)-O(21)	72.19(10)
O(7)-La(1)-O(21)	85.31(9)
O(34)-La(1)-O(21)	150.74(9)

O(9)-La(1)-O(21)	71.84(11)
O(17)-La(1)-O(21)	125.31(9)
O(11)-La(1)-O(22)	106.48(10)
O(29)-La(1)-O(22)	82.25(10)
O(4)-La(1)-O(22)	69.91(9)
O(7)-La(1)-O(22)	83.14(9)
O(34)-La(1)-O(22)	52.18(10)
O(9)-La(1)-O(22)	133.54(10)
O(17)-La(1)-O(22)	67.35(9)
O(21)-La(1)-O(22)	141.45(10)
O(11)-La(1)-O(25)	69.70(11)
O(29)-La(1)-O(25)	71.91(11)
O(4)-La(1)-O(25)	115.94(10)
O(7)-La(1)-O(25)	130.04(10)
O(34)-La(1)-O(25)	137.51(11)
O(9)-La(1)-O(25)	75.84(11)
O(17)-La(1)-O(25)	81.12(9)
O(21)-La(1)-O(25)	52.13(9)
O(22)-La(1)-O(25)	146.10(10)
O(11)-La(1)-Cl(2)	89.03(8)
O(29)-La(1)-Cl(2)	107.92(7)
O(4)-La(1)-Cl(2)	85.97(7)
O(7)-La(1)-Cl(2)	71.95(7)
O(34)-La(1)-Cl(2)	26.28(7)
O(9)-La(1)-Cl(2)	108.05(8)
O(17)-La(1)-Cl(2)	76.20(7)
O(21)-La(1)-Cl(2)	154.13(7)
O(22)-La(1)-Cl(2)	26.22(7)
O(25)-La(1)-Cl(2)	153.74(7)
O(11)-La(1)-Cl(8)	89.99(8)
O(29)-La(1)-Cl(8)	73.40(7)
O(4)-La(1)-Cl(8)	94.96(7)
O(7)-La(1)-Cl(8)	107.61(7)
O(34)-La(1)-Cl(8)	152.37(7)
O(9)-La(1)-Cl(8)	70.64(8)
O(17)-La(1)-Cl(8)	104.27(7)
O(21)-La(1)-Cl(8)	26.16(7)

O(22)-La(1)-Cl(8)	155.14(7)
O(25)-La(1)-Cl(8)	26.03(7)
Cl(2)-La(1)-Cl(8)	178.63(3)
O(27)-La(2)-O(28)	146.87(10)
O(27)-La(2)-O(30)	128.88(10)
O(28)-La(2)-O(30)	66.10(10)
O(27)-La(2)-O(16)	67.10(10)
O(28)-La(2)-O(16)	114.34(10)
O(30)-La(2)-O(16)	62.09(10)
O(27)-La(2)-O(31)	62.53(9)
O(28)-La(2)-O(31)	126.93(10)
O(30)-La(2)-O(31)	142.85(10)
O(16)-La(2)-O(31)	118.73(10)
O(27)-La(2)-O(35)	115.58(10)
O(28)-La(2)-O(35)	61.83(10)
O(30)-La(2)-O(35)	115.45(10)
O(16)-La(2)-O(35)	176.11(10)
O(31)-La(2)-O(35)	65.11(10)
O(27)-La(2)-O(44)	125.84(10)
O(28)-La(2)-O(44)	85.84(10)
O(30)-La(2)-O(44)	70.44(10)
O(16)-La(2)-O(44)	110.60(9)
O(31)-La(2)-O(44)	75.84(10)
O(35)-La(2)-O(44)	70.41(9)
O(27)-La(2)-O(19)	81.89(10)
O(28)-La(2)-O(19)	130.58(10)
O(30)-La(2)-O(19)	75.01(11)
O(16)-La(2)-O(19)	68.30(9)
O(31)-La(2)-O(19)	72.17(10)
O(35)-La(2)-O(19)	114.45(10)
O(44)-La(2)-O(19)	52.11(9)
O(27)-La(2)-O(39)	71.97(10)
O(28)-La(2)-O(39)	77.18(11)
O(30)-La(2)-O(39)	131.07(11)
O(16)-La(2)-O(39)	110.18(9)
O(31)-La(2)-O(39)	85.21(10)
O(35)-La(2)-O(39)	68.87(9)

O(44)-La(2)-O(39)	139.21(9)
O(19)-La(2)-O(39)	151.34(11)
O(27)-La(2)-O(37)	80.01(10)
O(28)-La(2)-O(37)	71.49(10)
O(30)-La(2)-O(37)	85.43(10)
O(16)-La(2)-O(37)	67.04(9)
O(31)-La(2)-O(37)	130.72(10)
O(35)-La(2)-O(37)	110.22(9)
O(44)-La(2)-O(37)	152.21(10)
O(19)-La(2)-O(37)	135.33(9)
O(39)-La(2)-O(37)	51.81(9)
O(27)-La(2)-Cl(1)	104.87(7)
O(28)-La(2)-Cl(1)	108.24(8)
O(30)-La(2)-Cl(1)	69.48(8)
O(16)-La(2)-Cl(1)	88.63(7)
O(31)-La(2)-Cl(1)	73.38(7)
O(35)-La(2)-Cl(1)	93.25(7)
O(44)-La(2)-Cl(1)	26.19(7)
O(19)-La(2)-Cl(1)	25.98(7)
O(39)-La(2)-Cl(1)	156.68(7)
O(37)-La(2)-Cl(1)	151.46(6)
O(27)-La(2)-Cl(5)	76.64(7)
O(28)-La(2)-Cl(5)	70.33(8)
O(30)-La(2)-Cl(5)	107.72(8)
O(16)-La(2)-Cl(5)	89.82(7)
O(31)-La(2)-Cl(5)	109.41(7)
O(35)-La(2)-Cl(5)	88.16(7)
O(44)-La(2)-Cl(5)	153.73(7)
O(19)-La(2)-Cl(5)	154.07(7)
O(39)-La(2)-Cl(5)	25.94(7)
O(37)-La(2)-Cl(5)	26.04(6)
Cl(1)-La(2)-Cl(5)	177.20(3)
O(5)-La(3)-O(32)	65.24(9)
O(5)-La(3)-O(3)	128.74(9)
O(32)-La(3)-O(3)	142.49(9)
O(5)-La(3)-O(26)	147.10(10)
O(32)-La(3)-O(26)	127.67(9)

O(3)-La(3)-O(26)	62.99(9)
O(5)-La(3)-O(6)	61.98(9)
O(32)-La(3)-O(6)	113.84(9)
O(3)-La(3)-O(6)	66.77(9)
O(26)-La(3)-O(6)	118.38(9)
O(5)-La(3)-O(10)	111.97(9)
O(32)-La(3)-O(10)	61.98(9)
O(3)-La(3)-O(10)	119.28(9)
O(26)-La(3)-O(10)	66.21(9)
O(6)-La(3)-O(10)	173.93(8)
O(5)-La(3)-O(24)	71.19(10)
O(32)-La(3)-O(24)	88.92(9)
O(3)-La(3)-O(24)	127.65(9)
O(26)-La(3)-O(24)	78.51(9)
O(6)-La(3)-O(24)	108.16(9)
O(10)-La(3)-O(24)	68.14(9)
O(5)-La(3)-O(33)	87.26(10)
O(32)-La(3)-O(33)	71.12(9)
O(3)-La(3)-O(33)	74.91(9)
O(26)-La(3)-O(33)	124.78(9)
O(6)-La(3)-O(33)	69.45(9)
O(10)-La(3)-O(33)	111.76(9)
O(24)-La(3)-O(33)	155.53(9)
O(5)-La(3)-O(40)	130.98(10)
O(32)-La(3)-O(40)	75.12(9)
O(3)-La(3)-O(40)	71.69(9)
O(26)-La(3)-O(40)	80.61(10)
O(6)-La(3)-O(40)	114.64(9)
O(10)-La(3)-O(40)	69.30(9)
O(24)-La(3)-O(40)	137.19(9)
O(33)-La(3)-O(40)	52.18(9)
O(5)-La(3)-O(20)	79.49(10)
O(32)-La(3)-O(20)	134.57(9)
O(3)-La(3)-O(20)	82.05(9)
O(26)-La(3)-O(20)	71.67(10)
O(6)-La(3)-O(20)	68.21(10)
O(10)-La(3)-O(20)	111.13(10)

O(24)-La(3)-O(20)	51.63(9)
O(33)-La(3)-O(20)	137.02(9)
O(40)-La(3)-O(20)	148.32(10)
O(5)-La(3)-Cl(3)	109.16(7)
O(32)-La(3)-Cl(3)	69.76(7)
O(3)-La(3)-Cl(3)	72.74(7)
O(26)-La(3)-Cl(3)	103.71(7)
O(6)-La(3)-Cl(3)	92.91(7)
O(10)-La(3)-Cl(3)	89.64(7)
O(24)-La(3)-Cl(3)	154.93(6)
O(33)-La(3)-Cl(3)	26.26(7)
O(40)-La(3)-Cl(3)	25.99(7)
O(20)-La(3)-Cl(3)	153.16(6)
O(5)-La(3)-Cl(7)	71.54(7)
O(32)-La(3)-Cl(7)	111.34(7)
O(3)-La(3)-Cl(7)	106.16(7)
O(26)-La(3)-Cl(7)	75.61(7)
O(6)-La(3)-Cl(7)	86.68(7)
O(10)-La(3)-Cl(7)	90.87(7)
O(24)-La(3)-Cl(7)	25.97(6)
O(33)-La(3)-Cl(7)	153.80(7)
O(40)-La(3)-Cl(7)	153.80(7)
O(20)-La(3)-Cl(7)	25.85(6)
Cl(3)-La(3)-Cl(7)	178.90(3)
O(1)-La(4)-O(8)	65.35(9)
O(1)-La(4)-O(23)	62.00(9)
O(8)-La(4)-O(23)	127.10(9)
O(1)-La(4)-O(14)	119.09(9)
O(8)-La(4)-O(14)	63.05(9)
O(23)-La(4)-O(14)	145.33(9)
O(1)-La(4)-O(13)	173.35(9)
O(8)-La(4)-O(13)	120.90(9)
O(23)-La(4)-O(13)	111.93(9)
O(14)-La(4)-O(13)	67.35(9)
O(1)-La(4)-O(2)	111.86(9)
O(8)-La(4)-O(2)	145.96(9)
O(23)-La(4)-O(2)	64.48(9)

O(14)-La(4)-O(2)	128.99(9)
O(13)-La(4)-O(2)	61.82(9)
O(1)-La(4)-O(12)	68.87(9)
O(8)-La(4)-O(12)	77.59(9)
O(23)-La(4)-O(12)	88.24(9)
O(14)-La(4)-O(12)	125.61(9)
O(13)-La(4)-O(12)	109.27(9)
O(2)-La(4)-O(12)	70.55(10)
O(1)-La(4)-O(15)	68.07(9)
O(8)-La(4)-O(15)	79.44(10)
O(23)-La(4)-O(15)	77.02(9)
O(14)-La(4)-O(15)	72.71(9)
O(13)-La(4)-O(15)	114.20(9)
O(2)-La(4)-O(15)	132.82(10)
O(12)-La(4)-O(15)	136.52(10)
O(1)-La(4)-O(18)	111.59(10)
O(8)-La(4)-O(18)	70.88(10)
O(23)-La(4)-O(18)	134.47(9)
O(14)-La(4)-O(18)	79.39(9)
O(13)-La(4)-O(18)	70.30(10)
O(2)-La(4)-O(18)	80.08(10)
O(12)-La(4)-O(18)	51.97(9)
O(15)-La(4)-O(18)	146.12(10)
O(1)-La(4)-O(41)	109.49(9)
O(8)-La(4)-O(41)	124.48(9)
O(23)-La(4)-O(41)	71.14(9)
O(14)-La(4)-O(41)	76.95(9)
O(13)-La(4)-O(41)	69.44(9)
O(2)-La(4)-O(41)	89.12(9)
O(12)-La(4)-O(41)	156.03(9)
O(15)-La(4)-O(41)	51.76(10)
O(18)-La(4)-O(41)	138.66(10)
O(1)-La(4)-Cl(6)	91.60(7)
O(8)-La(4)-Cl(6)	74.88(7)
O(23)-La(4)-Cl(6)	110.78(7)
O(14)-La(4)-Cl(6)	103.88(7)
O(13)-La(4)-Cl(6)	88.18(7)

O(2)-La(4)-Cl(6)	71.26(7)
O(12)-La(4)-Cl(6)	26.09(7)
O(15)-La(4)-Cl(6)	152.31(8)
O(18)-La(4)-Cl(6)	26.10(7)
O(41)-La(4)-Cl(6)	155.63(7)
O(1)-La(4)-Cl(4)	87.01(7)
O(8)-La(4)-Cl(4)	103.33(7)
O(23)-La(4)-Cl(4)	69.69(7)
O(14)-La(4)-Cl(4)	75.71(7)
O(13)-La(4)-Cl(4)	93.35(7)
O(2)-La(4)-Cl(4)	110.48(7)
O(12)-La(4)-Cl(4)	153.26(7)
O(15)-La(4)-Cl(4)	25.78(7)
O(18)-La(4)-Cl(4)	154.10(7)
O(41)-La(4)-Cl(4)	26.23(7)
Cl(6)-La(4)-Cl(4)	178.09(3)
O(49)-Cl(1)-O(57)	111.4(3)
O(49)-Cl(1)-O(19)	110.0(2)
O(57)-Cl(1)-O(19)	110.1(2)
O(49)-Cl(1)-O(44)	110.2(2)
O(57)-Cl(1)-O(44)	110.5(2)
O(19)-Cl(1)-O(44)	104.49(17)
O(49)-Cl(1)-La(2)	127.43(19)
O(57)-Cl(1)-La(2)	121.14(19)
O(19)-Cl(1)-La(2)	52.64(12)
O(44)-Cl(1)-La(2)	51.99(12)
O(50)-Cl(2)-O(48)	111.3(2)
O(50)-Cl(2)-O(22)	109.7(2)
O(48)-Cl(2)-O(22)	110.5(2)
O(50)-Cl(2)-O(34)	110.7(2)
O(48)-Cl(2)-O(34)	110.2(2)
O(22)-Cl(2)-O(34)	104.31(18)
O(50)-Cl(2)-La(1)	116.20(17)
O(48)-Cl(2)-La(1)	132.49(16)
O(22)-Cl(2)-La(1)	53.30(12)
O(34)-Cl(2)-La(1)	51.88(13)
O(51)-Cl(3)-O(42)	111.1(2)

O(51)-Cl(3)-O(40)	110.7(2)
O(42)-Cl(3)-O(40)	109.8(2)
O(51)-Cl(3)-O(33)	110.6(2)
O(42)-Cl(3)-O(33)	109.6(2)
O(40)-Cl(3)-O(33)	104.91(18)
O(51)-Cl(3)-La(3)	121.56(15)
O(42)-Cl(3)-La(3)	127.37(16)
O(40)-Cl(3)-La(3)	52.58(12)
O(33)-Cl(3)-La(3)	52.52(13)
O(43)-Cl(4)-O(47)	111.0(2)
O(43)-Cl(4)-O(15)	109.9(2)
O(47)-Cl(4)-O(15)	110.3(2)
O(43)-Cl(4)-O(41)	110.6(2)
O(47)-Cl(4)-O(41)	110.5(2)
O(15)-Cl(4)-O(41)	104.37(18)
O(43)-Cl(4)-La(4)	117.43(15)
O(47)-Cl(4)-La(4)	131.58(16)
O(15)-Cl(4)-La(4)	52.16(12)
O(41)-Cl(4)-La(4)	52.87(13)
O(55)-Cl(5)-O(53)	111.5(2)
O(55)-Cl(5)-O(39)	110.0(2)
O(53)-Cl(5)-O(39)	110.3(2)
O(55)-Cl(5)-O(37)	110.2(2)
O(53)-Cl(5)-O(37)	110.4(2)
O(39)-Cl(5)-O(37)	104.20(18)
O(55)-Cl(5)-La(2)	118.02(18)
O(53)-Cl(5)-La(2)	130.48(18)
O(39)-Cl(5)-La(2)	52.28(12)
O(37)-Cl(5)-La(2)	52.41(12)
O(36)-Cl(6)-O(46)	111.2(2)
O(36)-Cl(6)-O(18)	110.0(2)
O(46)-Cl(6)-O(18)	109.5(2)
O(36)-Cl(6)-O(12)	110.6(2)
O(46)-Cl(6)-O(12)	111.0(2)
O(18)-Cl(6)-O(12)	104.32(17)
O(36)-Cl(6)-La(4)	130.93(16)
O(46)-Cl(6)-La(4)	117.90(17)

O(18)-Cl(6)-La(4)	52.84(12)
O(12)-Cl(6)-La(4)	52.05(12)
O(38)-Cl(7)-O(45)	111.3(2)
O(38)-Cl(7)-O(20)	110.4(2)
O(45)-Cl(7)-O(20)	110.5(2)
O(38)-Cl(7)-O(24)	110.4(2)
O(45)-Cl(7)-O(24)	109.9(2)
O(20)-Cl(7)-O(24)	104.24(17)
O(38)-Cl(7)-La(3)	118.61(18)
O(45)-Cl(7)-La(3)	130.10(16)
O(20)-Cl(7)-La(3)	52.88(12)
O(24)-Cl(7)-La(3)	51.83(12)
O(52)-Cl(8)-O(54)	111.2(3)
O(52)-Cl(8)-O(25)	110.1(2)
O(54)-Cl(8)-O(25)	109.7(3)
O(52)-Cl(8)-O(21)	110.4(2)
O(54)-Cl(8)-O(21)	110.9(2)
O(25)-Cl(8)-O(21)	104.32(18)
O(52)-Cl(8)-La(1)	127.91(18)
O(54)-Cl(8)-La(1)	120.92(19)
O(25)-Cl(8)-La(1)	52.66(12)
O(21)-Cl(8)-La(1)	51.82(12)
O(66)-Cl(9)-O(65)	114.1(4)
O(66)-Cl(9)-O(61)	108.4(3)
O(65)-Cl(9)-O(61)	108.4(3)
O(66)-Cl(9)-O(64)	108.6(4)
O(65)-Cl(9)-O(64)	106.8(4)
O(61)-Cl(9)-O(64)	110.5(4)
O(63)-Cl(10)-O(56)	112.3(3)
O(63)-Cl(10)-O(59)	109.0(3)
O(56)-Cl(10)-O(59)	112.1(3)
O(63)-Cl(10)-O(58)	107.6(3)
O(56)-Cl(10)-O(58)	110.4(3)
O(59)-Cl(10)-O(58)	105.1(3)
O(71)-Cl(11)-O(72)	103.9(10)
O(71)-Cl(11)-O(69)	105.4(8)
O(72)-Cl(11)-O(69)	111.4(7)

O(71)-Cl(11)-O(68)	106.9(6)
O(72)-Cl(11)-O(68)	110.3(5)
O(69)-Cl(11)-O(68)	117.9(4)
O(70)-Cl(12)-O(67)	111.8(5)
O(70)-Cl(12)-O(60)	111.3(5)
O(67)-Cl(12)-O(60)	111.4(4)
O(70)-Cl(12)-O(62)	109.6(6)
O(67)-Cl(12)-O(62)	106.3(4)
O(60)-Cl(12)-O(62)	106.2(3)
C(3)-O(1)-C(11)	112.5(3)
C(3)-O(1)-La(4)	112.0(2)
C(11)-O(1)-La(4)	127.2(2)
C(22)-O(2)-C(5)	111.2(3)
C(22)-O(2)-La(4)	126.0(3)
C(5)-O(2)-La(4)	121.9(2)
C(10)-O(3)-C(7)	110.1(3)
C(10)-O(3)-La(3)	116.6(2)
C(7)-O(3)-La(3)	128.2(3)
C(4)-O(4)-C(37)	112.4(3)
C(4)-O(4)-La(1)	112.6(3)
C(37)-O(4)-La(1)	126.8(3)
C(16)-O(5)-C(1)	110.8(3)
C(16)-O(5)-La(3)	122.8(2)
C(1)-O(5)-La(3)	125.1(3)
C(31)-O(6)-C(15)	111.9(3)
C(31)-O(6)-La(3)	126.8(3)
C(15)-O(6)-La(3)	113.0(2)
C(19)-O(7)-C(24)	110.3(3)
C(19)-O(7)-La(1)	121.9(3)
C(24)-O(7)-La(1)	126.1(3)
C(14)-O(8)-C(8)	109.7(3)
C(14)-O(8)-La(4)	126.5(2)
C(8)-O(8)-La(4)	117.8(3)
C(43)-O(9)-C(41)	111.8(4)
C(43)-O(9)-La(1)	122.1(3)
C(41)-O(9)-La(1)	125.4(3)
C(6)-O(10)-C(34)	111.9(3)

C(6)-O(10)-La(3)	111.9(2)
C(34)-O(10)-La(3)	127.2(2)
C(29)-O(11)-C(46)	111.8(4)
C(29)-O(11)-La(1)	113.7(3)
C(46)-O(11)-La(1)	126.3(3)
Cl(6)-O(12)-La(4)	101.86(15)
C(27)-O(13)-C(2)	112.1(3)
C(27)-O(13)-La(4)	126.3(3)
C(2)-O(13)-La(4)	112.4(2)
C(9)-O(14)-C(18)	109.3(3)
C(9)-O(14)-La(4)	117.1(2)
C(18)-O(14)-La(4)	126.7(2)
Cl(4)-O(15)-La(4)	102.06(16)
C(39)-O(16)-C(28)	111.5(4)
C(39)-O(16)-La(2)	126.0(3)
C(28)-O(16)-La(2)	113.4(3)
C(35)-O(17)-C(32)	109.0(3)
C(35)-O(17)-La(1)	118.7(2)
C(32)-O(17)-La(1)	124.2(3)
Cl(6)-O(18)-La(4)	101.06(14)
Cl(1)-O(19)-La(2)	101.38(15)
Cl(7)-O(20)-La(3)	101.27(15)
Cl(8)-O(21)-La(1)	102.01(15)
Cl(2)-O(22)-La(1)	100.48(15)
C(13)-O(23)-C(21)	111.0(3)
C(13)-O(23)-La(4)	121.5(2)
C(21)-O(23)-La(4)	126.8(2)
Cl(7)-O(24)-La(3)	102.20(14)
Cl(8)-O(25)-La(1)	101.30(15)
C(17)-O(26)-C(33)	110.2(3)
C(17)-O(26)-La(3)	118.3(3)
C(33)-O(26)-La(3)	125.9(2)
C(23)-O(27)-C(42)	110.1(4)
C(23)-O(27)-La(2)	120.3(2)
C(42)-O(27)-La(2)	124.6(3)
C(45)-O(28)-C(48)	110.7(4)
C(45)-O(28)-La(2)	122.4(3)

C(48)-O(28)-La(2)	125.7(3)
C(38)-O(29)-C(26)	110.0(3)
C(38)-O(29)-La(1)	126.8(3)
C(26)-O(29)-La(1)	118.2(3)
C(44)-O(30)-C(47)	111.2(4)
C(44)-O(30)-La(2)	122.1(3)
C(47)-O(30)-La(2)	125.7(3)
C(20)-O(31)-C(36)	109.6(4)
C(20)-O(31)-La(2)	116.4(2)
C(36)-O(31)-La(2)	128.1(3)
C(25)-O(32)-C(12)	111.1(3)
C(25)-O(32)-La(3)	122.3(3)
C(12)-O(32)-La(3)	126.2(2)
Cl(3)-O(33)-La(3)	101.21(16)
Cl(2)-O(34)-La(1)	101.84(17)
C(30)-O(35)-C(40)	111.5(4)
C(30)-O(35)-La(2)	113.1(3)
C(40)-O(35)-La(2)	126.5(3)
Cl(5)-O(37)-La(2)	101.55(15)
Cl(5)-O(39)-La(2)	101.78(15)
Cl(3)-O(40)-La(3)	101.43(15)
Cl(4)-O(41)-La(4)	100.90(16)
Cl(1)-O(44)-La(2)	101.81(15)
O(13)-C(2)-C(5)	109.0(4)
O(1)-C(3)-C(13)	109.3(3)
O(4)-C(4)-C(19)	109.0(4)
O(2)-C(5)-C(2)	106.7(3)
O(10)-C(6)-C(25)	109.5(3)
O(8)-C(8)-C(9)	108.9(4)
O(14)-C(9)-C(8)	108.8(4)
O(3)-C(10)-C(17)	108.2(4)
O(23)-C(13)-C(3)	106.5(3)
O(6)-C(15)-C(16)	108.7(4)
O(5)-C(16)-C(15)	106.7(3)
O(26)-C(17)-C(10)	109.0(4)
O(7)-C(19)-C(4)	106.7(3)
O(31)-C(20)-C(23)	108.3(4)

O(27)-C(23)-C(20)	107.8(4)
O(32)-C(25)-C(6)	107.1(3)
O(29)-C(26)-C(35)	107.6(4)
O(16)-C(28)-C(44)	109.1(4)
O(11)-C(29)-C(43)	109.7(5)
O(35)-C(30)-C(45)	109.3(4)
O(17)-C(35)-C(26)	108.1(4)
O(9)-C(43)-C(29)	107.1(4)
O(30)-C(44)-C(28)	107.0(4)
O(28)-C(45)-C(30)	106.9(4)

1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 1.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LaCIDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
La(1)	14(1)	15(1)	14(1)	0(1)	-1(1)	-5(1)
La(2)	13(1)	15(1)	14(1)	-2(1)	2(1)	-6(1)
La(3)	14(1)	12(1)	13(1)	-1(1)	1(1)	-6(1)
La(4)	14(1)	13(1)	12(1)	-1(1)	0(1)	-5(1)
Cl(1)	21(1)	24(1)	32(1)	-9(1)	-2(1)	2(1)
Cl(2)	19(1)	18(1)	31(1)	-2(1)	-3(1)	-2(1)
Cl(3)	24(1)	16(1)	23(1)	-1(1)	3(1)	-4(1)
Cl(4)	23(1)	16(1)	23(1)	1(1)	4(1)	-2(1)
Cl(5)	23(1)	18(1)	33(1)	-6(1)	-3(1)	-2(1)
Cl(6)	19(1)	16(1)	29(1)	1(1)	-2(1)	-4(1)
Cl(7)	21(1)	18(1)	24(1)	0(1)	2(1)	-2(1)
Cl(8)	28(1)	22(1)	31(1)	0(1)	-5(1)	1(1)
Cl(9)	32(1)	39(1)	27(1)	-6(1)	2(1)	-23(1)
Cl(10)	40(1)	29(1)	29(1)	2(1)	-6(1)	-11(1)
Cl(11)	38(1)	46(1)	33(1)	-3(1)	2(1)	-25(1)
Cl(12)	41(1)	38(1)	45(1)	3(1)	3(1)	-25(1)
O(1)	24(2)	22(2)	14(1)	1(1)	2(1)	-11(1)
O(2)	23(2)	21(2)	20(1)	-7(1)	6(1)	-13(1)
O(3)	22(2)	20(1)	18(1)	-6(1)	3(1)	-11(1)

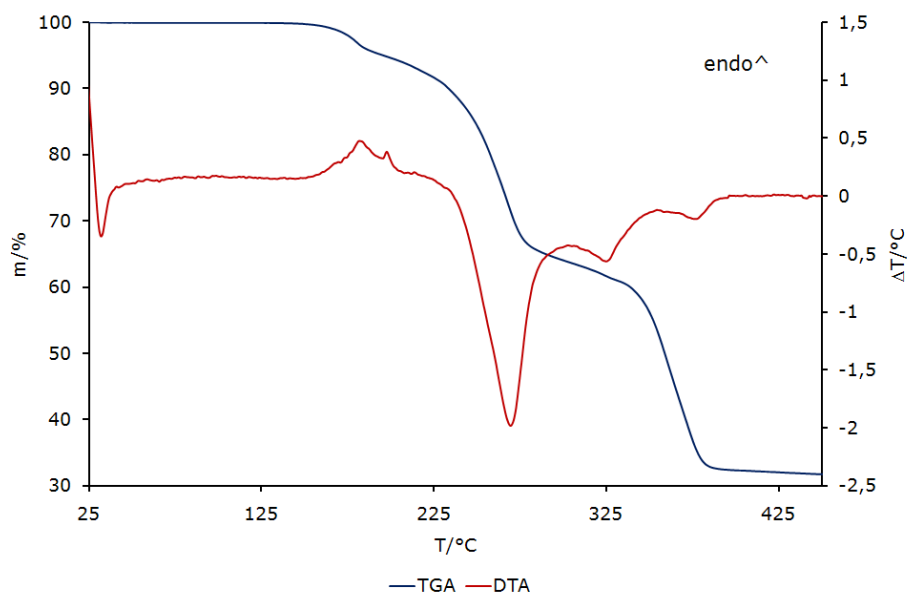
O(4)	28(2)	26(2)	19(1)	1(1)	0(1)	-14(1)
O(5)	31(2)	20(2)	21(1)	0(1)	-1(1)	-15(1)
O(6)	25(2)	24(2)	17(1)	1(1)	1(1)	-13(1)
O(7)	22(2)	31(2)	21(2)	2(1)	-5(1)	-12(1)
O(8)	21(2)	26(2)	18(1)	-2(1)	1(1)	-11(1)
O(9)	36(2)	25(2)	35(2)	2(1)	-1(2)	-19(2)
O(10)	25(2)	22(2)	17(1)	1(1)	0(1)	-11(1)
O(11)	26(2)	39(2)	22(2)	10(1)	-1(2)	-13(2)
O(12)	24(2)	24(2)	23(2)	-1(1)	1(1)	-5(1)
O(13)	27(2)	23(2)	17(1)	4(1)	0(1)	-13(1)
O(14)	23(2)	20(1)	18(1)	-3(1)	3(1)	-10(1)
O(15)	25(2)	20(2)	32(2)	1(1)	7(1)	-6(1)
O(16)	20(2)	35(2)	25(2)	-14(1)	2(1)	-10(1)
O(17)	20(2)	29(2)	19(1)	-6(1)	2(1)	-5(1)
O(18)	34(2)	22(2)	20(2)	1(1)	0(1)	-1(1)
O(19)	28(2)	33(2)	24(2)	-8(1)	-1(2)	-2(2)
O(20)	36(2)	29(2)	20(2)	-3(1)	-2(2)	-1(2)
O(21)	27(2)	25(2)	24(2)	-5(1)	0(1)	-3(1)
O(22)	20(2)	22(2)	29(2)	0(1)	3(1)	-7(1)
O(23)	18(2)	33(2)	17(1)	0(1)	-1(1)	-11(1)
O(24)	25(2)	23(2)	22(1)	-2(1)	-1(1)	-4(1)
O(25)	37(2)	30(2)	24(2)	2(1)	-3(2)	0(2)
O(26)	18(2)	28(2)	21(1)	-5(1)	4(1)	-10(1)
O(27)	24(2)	31(2)	22(2)	5(1)	0(1)	-9(1)
O(28)	23(2)	39(2)	23(2)	-3(1)	10(1)	-11(2)
O(29)	17(2)	38(2)	19(1)	-6(1)	1(1)	-12(1)
O(30)	26(2)	26(2)	40(2)	-1(1)	2(2)	-15(1)
O(31)	19(2)	36(2)	21(2)	4(1)	0(1)	-14(1)
O(32)	17(2)	26(2)	16(1)	2(1)	-2(1)	-8(1)
O(33)	24(2)	22(2)	24(2)	1(1)	5(1)	-8(1)
O(34)	22(2)	20(2)	41(2)	0(1)	3(2)	-9(1)
O(35)	31(2)	31(2)	22(2)	-6(1)	-1(1)	-13(2)
O(36)	21(2)	40(2)	56(2)	5(2)	-3(2)	-2(2)
O(37)	21(2)	22(2)	34(2)	-8(1)	-2(1)	-5(1)
O(38)	47(3)	23(2)	64(2)	10(2)	-7(2)	-14(2)
O(39)	25(2)	22(2)	41(2)	-4(1)	-8(2)	-6(1)
O(40)	26(2)	16(2)	29(2)	0(1)	9(1)	-5(1)

O(41)	25(2)	19(2)	28(2)	2(1)	7(1)	-8(1)
O(42)	58(3)	22(2)	38(2)	-14(1)	11(2)	-13(2)
O(43)	46(2)	32(2)	42(2)	13(2)	-19(2)	-9(2)
O(44)	22(2)	24(2)	24(2)	-3(1)	0(1)	-1(1)
O(45)	22(2)	40(2)	37(2)	2(2)	4(2)	0(2)
O(46)	49(2)	19(2)	64(2)	8(2)	-11(2)	-18(2)
O(47)	54(3)	21(2)	37(2)	-9(1)	20(2)	-11(2)
O(48)	34(2)	25(2)	51(2)	-15(2)	15(2)	-7(2)
O(49)	19(2)	62(3)	49(2)	-24(2)	-1(2)	5(2)
O(50)	50(3)	42(2)	51(2)	10(2)	-30(2)	-7(2)
O(51)	30(2)	32(2)	44(2)	11(2)	-9(2)	-5(2)
O(52)	24(2)	55(2)	52(2)	-6(2)	-7(2)	6(2)
O(53)	44(2)	22(2)	60(2)	5(2)	-20(2)	-6(2)
O(54)	69(3)	23(2)	68(3)	5(2)	-15(2)	-10(2)
O(55)	44(3)	42(2)	50(2)	-25(2)	20(2)	-5(2)
O(56)	76(3)	43(2)	52(2)	12(2)	-12(2)	-34(2)
C(1)	41(3)	24(2)	24(2)	-4(2)	-2(2)	-18(2)
C(2)	23(3)	26(2)	25(2)	-3(2)	6(2)	-13(2)
O(57)	62(3)	25(2)	67(3)	-12(2)	1(2)	-12(2)
C(3)	25(3)	33(2)	13(2)	-3(2)	2(2)	-11(2)
C(4)	32(3)	34(3)	18(2)	-3(2)	-1(2)	-9(2)
C(5)	35(3)	29(2)	34(2)	-7(2)	11(2)	-23(2)
C(6)	25(3)	28(2)	17(2)	-3(2)	-1(2)	-9(2)
C(7)	36(3)	29(2)	24(2)	-9(2)	6(2)	-13(2)
C(8)	27(3)	41(3)	21(2)	-2(2)	-5(2)	-18(2)
C(9)	35(3)	33(3)	23(2)	-6(2)	1(2)	-22(2)
C(10)	28(3)	30(2)	32(2)	-9(2)	3(2)	-17(2)
C(11)	38(3)	24(2)	25(2)	1(2)	5(2)	-11(2)
C(12)	17(2)	38(3)	29(2)	0(2)	-1(2)	-15(2)
C(13)	28(3)	43(3)	16(2)	2(2)	-4(2)	-13(2)
C(14)	17(2)	37(3)	29(2)	-5(2)	6(2)	-10(2)
C(15)	27(3)	27(2)	23(2)	1(2)	6(2)	-15(2)
O(58)	88(4)	74(3)	35(2)	-2(2)	-1(2)	-45(3)
C(16)	36(3)	26(2)	25(2)	2(2)	1(2)	-21(2)
O(59)	71(3)	71(3)	51(2)	3(2)	-15(2)	-42(3)
C(17)	24(3)	38(3)	26(2)	-4(2)	-2(2)	-14(2)
O(60)	70(4)	60(3)	68(3)	26(2)	0(3)	-25(3)

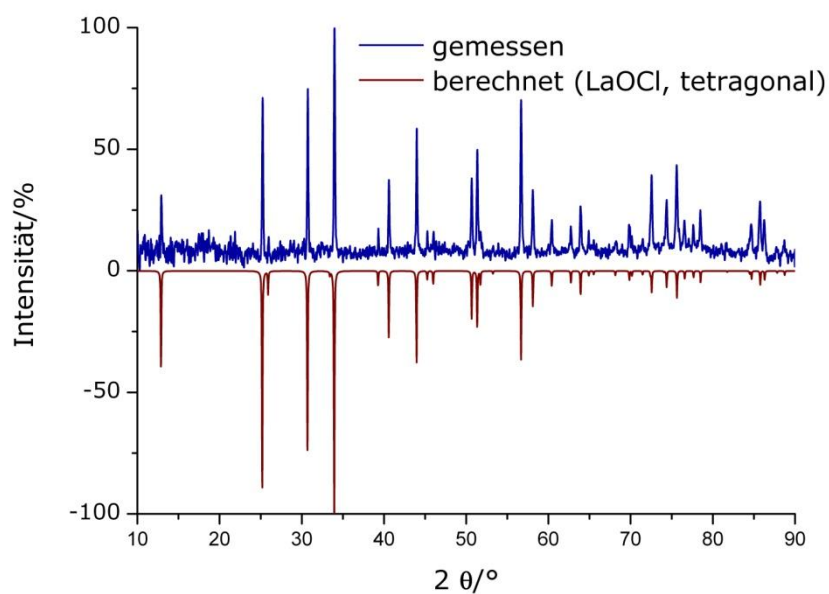
C(18)	31(3)	30(2)	24(2)	-12(2)	6(2)	-9(2)
C(19)	32(3)	40(3)	17(2)	2(2)	-5(2)	-13(2)
C(20)	25(3)	47(3)	25(2)	2(2)	8(2)	-19(2)
C(21)	21(3)	34(3)	33(2)	-1(2)	-8(2)	-11(2)
C(22)	36(3)	26(2)	29(2)	-10(2)	1(2)	-14(2)
O(61)	36(3)	86(3)	90(4)	9(3)	3(3)	-37(3)
C(23)	38(3)	35(3)	26(2)	5(2)	4(2)	-21(2)
C(24)	25(3)	37(3)	40(3)	-2(2)	-11(2)	-15(2)
C(25)	28(3)	40(3)	15(2)	1(2)	-4(2)	-12(2)
C(26)	24(3)	50(3)	20(2)	-9(2)	-1(2)	-16(2)
C(27)	40(3)	37(3)	20(2)	10(2)	-2(2)	-13(2)
C(28)	18(3)	35(3)	50(3)	-16(2)	1(2)	-12(2)
C(29)	28(3)	46(3)	42(3)	11(2)	7(2)	-20(2)
C(30)	43(3)	47(3)	16(2)	1(2)	-5(2)	-9(3)
C(31)	38(3)	35(3)	19(2)	6(2)	-2(2)	-14(2)
C(32)	29(3)	53(3)	23(2)	-18(2)	7(2)	-7(2)
C(33)	27(3)	38(3)	33(2)	-12(2)	14(2)	-18(2)
C(34)	57(4)	28(2)	25(2)	3(2)	5(2)	-22(2)
C(35)	31(3)	34(3)	28(2)	-10(2)	-3(2)	-16(2)
C(36)	15(3)	55(3)	39(3)	8(2)	-3(2)	-16(2)
C(37)	49(4)	24(2)	38(3)	2(2)	11(3)	-18(2)
C(38)	21(3)	51(3)	29(2)	-6(2)	6(2)	-11(2)
C(39)	32(3)	48(3)	23(2)	-18(2)	-1(2)	-3(2)
C(40)	53(4)	32(3)	53(3)	-1(2)	-27(3)	-17(3)
O(62)	50(3)	113(4)	95(4)	45(3)	-25(3)	-37(3)
O(63)	38(3)	58(3)	159(6)	19(3)	26(3)	-11(2)
C(41)	52(4)	26(3)	55(3)	-8(2)	-11(3)	-19(3)
C(42)	42(3)	47(3)	27(2)	13(2)	-6(2)	-6(3)
O(64)	150(6)	50(3)	80(3)	-9(2)	3(4)	-61(3)
C(43)	44(4)	38(3)	59(3)	15(3)	7(3)	-27(3)
C(44)	32(3)	32(3)	61(3)	-15(2)	4(3)	-20(2)
O(65)	109(5)	156(6)	98(4)	-97(4)	66(4)	-93(5)
C(45)	46(4)	62(4)	16(2)	-5(2)	8(2)	-14(3)
C(46)	44(4)	71(4)	25(3)	18(3)	1(3)	-12(3)
O(66)	67(4)	120(5)	104(4)	51(4)	-45(4)	-37(3)
C(47)	47(4)	30(3)	60(4)	11(2)	5(3)	-21(3)
C(48)	29(3)	55(3)	40(3)	0(2)	16(3)	-16(3)

O(67)	43(3)	165(6)	124(5)	70(5)	-3(4)	-53(4)
O(68)	113(5)	104(4)	122(5)	-54(4)	29(4)	-82(4)
O(69)	110(6)	289(13)	233(10)	-157(10)	100(7)	-148(8)
O(70)	263(12)	158(8)	193(9)	-127(7)	69(8)	-135(8)
O(71)	123(8)	224(12)	530(30)	254(15)	-120(12)	-76(8)
O(72)	410(18)	249(12)	62(4)	-35(6)	-2(7)	-235(13)

1.6 Thermische Analyse

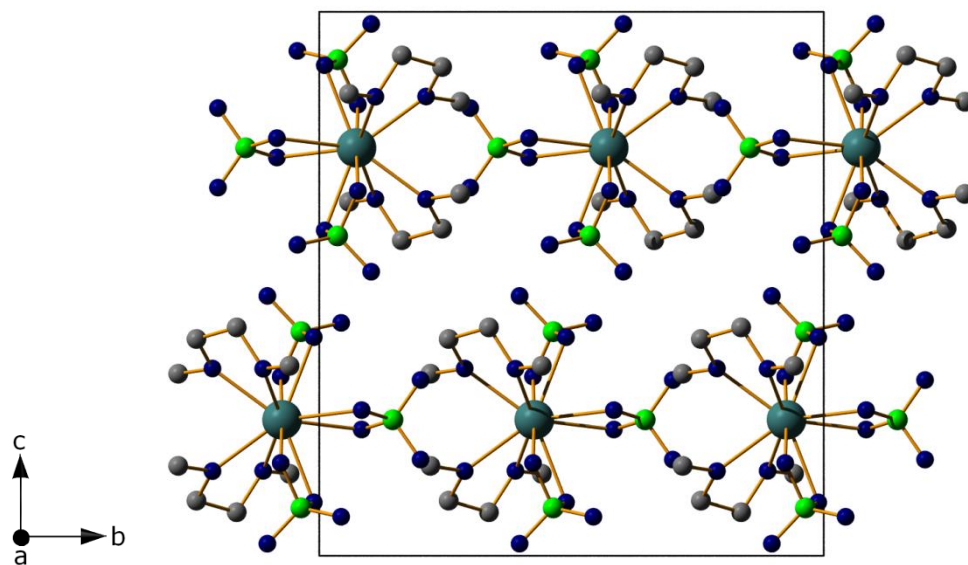


1.7 Pulverdiffraktogramm des Oxidchlorid-Rückstandes LaOCl [40]

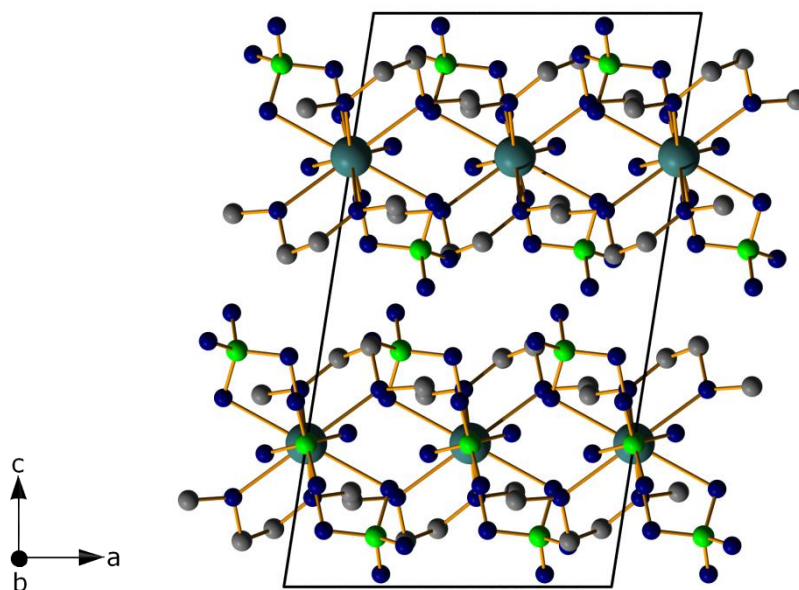


2. $\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - PrCIDME

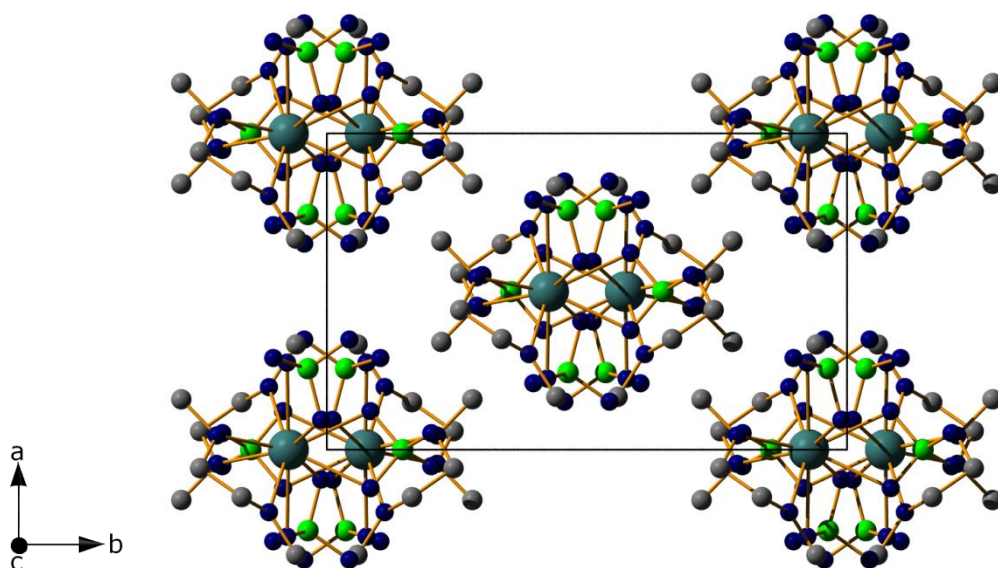
2.1 Diamond Bilder



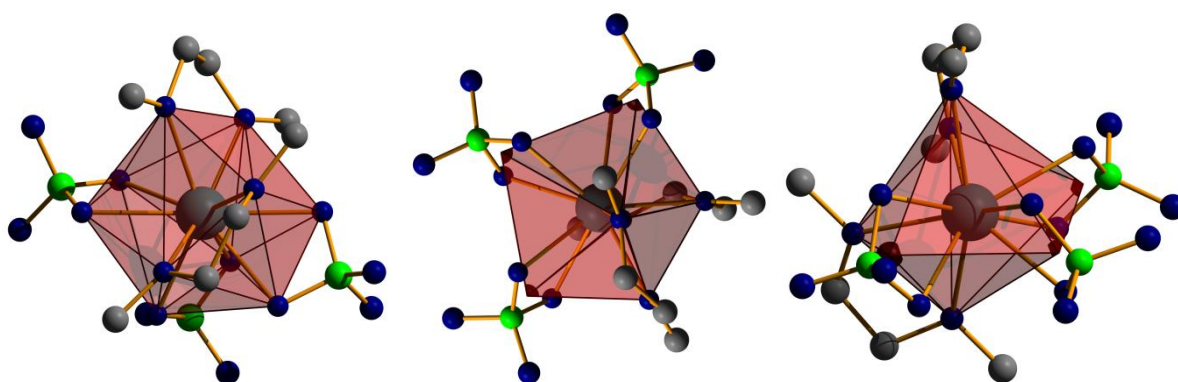
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



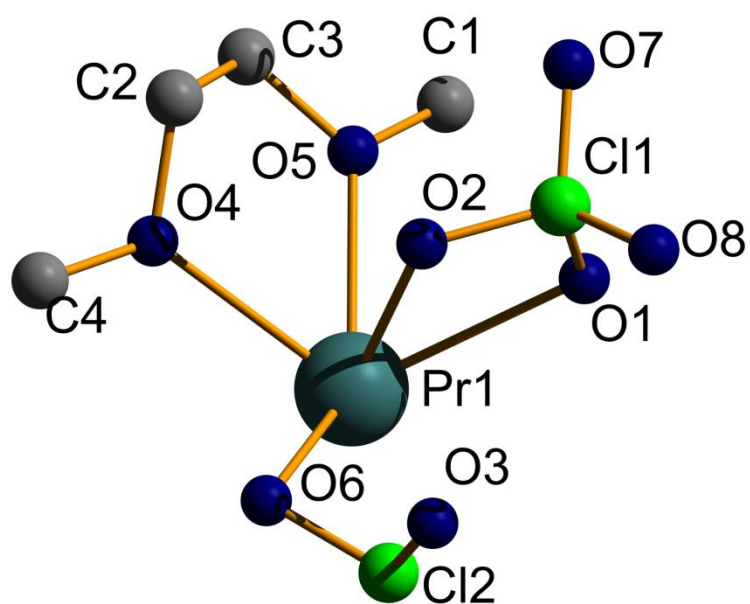
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Zehnfache Koordination und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 2.2 Crystal data and structure refinement for PrCIDME:

Empirical formula	$\text{Pr}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$	
Formula weight	619.5	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	$C2/c$ (No. 15)	
Unit cell dimensions	$a = 895.91(7)$ pm	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 1451.44(6)$ pm	$\beta = 98.898(8)^\circ$
	$c = 1587.54(10)$ pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	$2.0395(2)$ nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	2.018 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.855 mm ⁻¹	
F(000)	1224	
Crystal size	$0.10 \times 0.27 \times 0.26$ mm ³	
Theta range for data collection	2.83 to 28.34° .	
Index ranges	$-11 \leq h \leq 11$, $-17 \leq k \leq 17$, $-21 \leq l \leq 21$	
Reflections collected	14772	
Independent reflections	2367 [$R(\text{int}) = 0.0579$]	
Completeness to $\theta = 28.34^\circ$	92.6 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F^2	
Data / restraints / parameters	2367 / 0 / 128	
Goodness-of-fit on F^2	0.998	
Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0243$, $wR2 = 0.0610$	
R indices (all data)	$R1 = 0.0280$, $wR2 = 0.0617$	
Largest diff. peak and hole	0.958 and -1.132 e.Å ⁻³	

2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 2.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for PrCIDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Pr(1)	5000(2)	5737(1)	7500(2)	16(1)
Cl(1)	2438(1)	5362(1)	5880(1)	29(1)
O(1)	2248(2)	5764(2)	6706(1)	27(1)
O(2)	4055(2)	5109(2)	5982(1)	32(1)
Cl(2)	5000(2)	3540(1)	7500(2)	45(1)
O(3)	4477(3)	2992(2)	6769(3)	75(1)
O(4)	6980(2)	6112(2)	6561(1)	25(1)
O(5)	4552(2)	7117(2)	6557(1)	26(1)
O(6)	6218(2)	4160(2)	7322(2)	35(1)
O(7)	2101(3)	6029(2)	5223(2)	46(1)
O(8)	1518(3)	4566(2)	5718(2)	46(1)
C(1)	3407(4)	7797(3)	6653(3)	42(1)
C(2)	6500(4)	6637(3)	5801(2)	34(1)
C(3)	5585(4)	7435(3)	6014(2)	42(1)
C(4)	8328(4)	5589(3)	6508(2)	32(1)

2.4 Bindungslängen und -winkel

Table 2.4 Bond lengths [pm] and angles [$^\circ$] for PrCIDME:

Pr(1)-O(5)#1	249.6(2)
Pr(1)-O(5)	249.6(2)
Pr(1)-O(4)#1	254.57(19)
Pr(1)-O(4)	254.57(19)
Pr(1)-O(6)	257.1(2)
Pr(1)-O(6)#1	257.1(2)
Pr(1)-O(1)#1	259.0(2)
Pr(1)-O(1)	259.0(2)
Pr(1)-O(2)	259.3(2)
Pr(1)-O(2)#1	259.3(2)
Pr(1)-Cl(2)	318.98(13)

Pr(1)-Cl(1)	321.76(7)
Cl(1)-O(8)	142.0(3)
Cl(1)-O(7)	142.1(3)
Cl(1)-O(1)	146.9(2)
Cl(1)-O(2)	147.8(2)
Cl(2)-O(3)	142.5(4)
Cl(2)-O(3)#1	142.5(4)
Cl(2)-O(6)#1	147.6(2)
Cl(2)-O(6)	147.6(2)
O(4)-C(2)	143.5(4)
O(4)-C(4)	144.0(4)
O(5)-C(3)	143.4(4)
O(5)-C(1)	144.8(4)
C(2)-C(3)	148.8(5)

O(5)#1-Pr(1)-O(5)	73.29(10)
O(5)#1-Pr(1)-O(4)#1	62.57(7)
O(5)-Pr(1)-O(4)#1	96.78(7)
O(5)#1-Pr(1)-O(4)	96.78(7)
O(5)-Pr(1)-O(4)	62.57(7)
O(4)#1-Pr(1)-O(4)	155.35(11)
O(5)#1-Pr(1)-O(6)	138.51(8)
O(5)-Pr(1)-O(6)	132.85(8)
O(4)#1-Pr(1)-O(6)	126.92(8)
O(4)-Pr(1)-O(6)	77.26(8)
O(5)#1-Pr(1)-O(6)#1	132.85(8)
O(5)-Pr(1)-O(6)#1	138.51(8)
O(4)#1-Pr(1)-O(6)#1	77.26(8)
O(4)-Pr(1)-O(6)#1	126.92(8)
O(6)-Pr(1)-O(6)#1	54.10(10)
O(5)#1-Pr(1)-O(1)#1	69.10(7)
O(5)-Pr(1)-O(1)#1	109.43(7)
O(4)#1-Pr(1)-O(1)#1	114.14(6)
O(4)-Pr(1)-O(1)#1	65.46(6)
O(6)-Pr(1)-O(1)#1	71.25(8)
O(6)#1-Pr(1)-O(1)#1	110.37(8)
O(5)#1-Pr(1)-O(1)	109.43(7)

O(5)-Pr(1)-O(1)	69.10(7)
O(4)#1-Pr(1)-O(1)	65.46(6)
O(4)-Pr(1)-O(1)	114.14(6)
O(6)-Pr(1)-O(1)	110.37(8)
O(6)#1-Pr(1)-O(1)	71.25(8)
O(1)#1-Pr(1)-O(1)	178.28(11)
O(5)#1-Pr(1)-O(2)	147.04(8)
O(5)-Pr(1)-O(2)	74.06(8)
O(4)#1-Pr(1)-O(2)	117.52(7)
O(4)-Pr(1)-O(2)	71.83(7)
O(6)-Pr(1)-O(2)	70.58(9)
O(6)#1-Pr(1)-O(2)	72.90(9)
O(1)#1-Pr(1)-O(2)	127.38(7)
O(1)-Pr(1)-O(2)	53.38(7)
O(5)#1-Pr(1)-O(2)#1	74.06(8)
O(5)-Pr(1)-O(2)#1	147.04(8)
O(4)#1-Pr(1)-O(2)#1	71.83(7)
O(4)-Pr(1)-O(2)#1	117.52(6)
O(6)-Pr(1)-O(2)#1	72.90(9)
O(6)#1-Pr(1)-O(2)#1	70.58(9)
O(1)#1-Pr(1)-O(2)#1	53.38(7)
O(1)-Pr(1)-O(2)#1	127.38(7)
O(2)-Pr(1)-O(2)#1	138.81(12)
O(5)#1-Pr(1)-Cl(2)	143.36(5)
O(5)-Pr(1)-Cl(2)	143.36(5)
O(4)#1-Pr(1)-Cl(2)	102.33(6)
O(4)-Pr(1)-Cl(2)	102.33(6)
O(6)-Pr(1)-Cl(2)	27.05(5)
O(6)#1-Pr(1)-Cl(2)	27.05(5)
O(1)#1-Pr(1)-Cl(2)	90.86(6)
O(1)-Pr(1)-Cl(2)	90.86(6)
O(2)-Pr(1)-Cl(2)	69.41(6)
O(2)#1-Pr(1)-Cl(2)	69.41(6)
O(5)#1-Pr(1)-Cl(1)	130.10(5)
O(5)-Pr(1)-Cl(1)	68.13(5)
O(4)#1-Pr(1)-Cl(1)	91.64(5)
O(4)-Pr(1)-Cl(1)	92.50(5)

O(6)-Pr(1)-Cl(1)	91.36(6)
O(6)#1-Pr(1)-Cl(1)	71.02(6)
O(1)#1-Pr(1)-Cl(1)	154.06(5)
O(1)-Pr(1)-Cl(1)	26.60(5)
O(2)-Pr(1)-Cl(1)	26.83(5)
O(2)#1-Pr(1)-Cl(1)	140.65(6)
Cl(2)-Pr(1)-Cl(1)	80.255(17)
O(8)-Cl(1)-O(7)	111.69(17)
O(8)-Cl(1)-O(1)	109.93(16)
O(7)-Cl(1)-O(1)	110.13(17)
O(8)-Cl(1)-O(2)	110.43(18)
O(7)-Cl(1)-O(2)	110.05(16)
O(1)-Cl(1)-O(2)	104.36(12)
O(8)-Cl(1)-Pr(1)	127.25(13)
O(7)-Cl(1)-Pr(1)	121.06(12)
O(1)-Cl(1)-Pr(1)	52.15(8)
O(2)-Cl(1)-Pr(1)	52.34(9)
Cl(1)-O(1)-Pr(1)	101.25(10)
Cl(1)-O(2)-Pr(1)	100.84(11)
O(3)-Cl(2)-O(3)#1	112.1(4)
O(3)-Cl(2)-O(6)#1	109.71(17)
O(3)#1-Cl(2)-O(6)#1	110.11(19)
O(3)-Cl(2)-O(6)	110.11(19)
O(3)#1-Cl(2)-O(6)	109.71(17)
O(6)#1-Cl(2)-O(6)	104.81(19)
O(3)-Cl(2)-Pr(1)	123.93(18)
O(3)#1-Cl(2)-Pr(1)	123.93(19)
O(6)#1-Cl(2)-Pr(1)	52.40(10)
O(6)-Cl(2)-Pr(1)	52.40(10)
C(2)-O(4)-C(4)	112.1(2)
C(2)-O(4)-Pr(1)	117.39(16)
C(4)-O(4)-Pr(1)	126.04(19)
C(3)-O(5)-C(1)	112.2(3)
C(3)-O(5)-Pr(1)	124.01(19)
C(1)-O(5)-Pr(1)	122.27(19)
Cl(2)-O(6)-Pr(1)	100.54(11)
O(4)-C(2)-C(3)	109.0(3)

O(5)-C(3)-C(2) 108.4(3)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

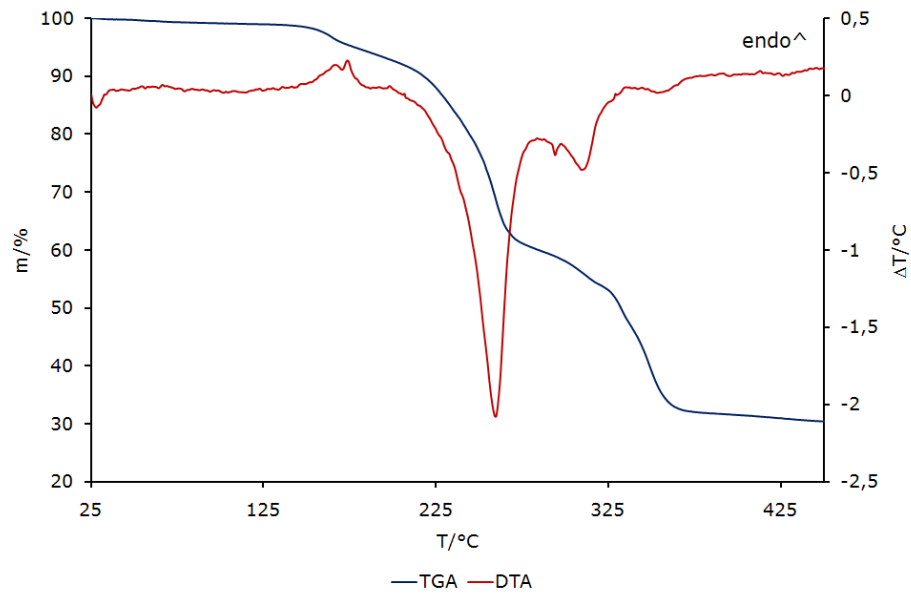
#1 -x+1,y,-z+3/2

2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

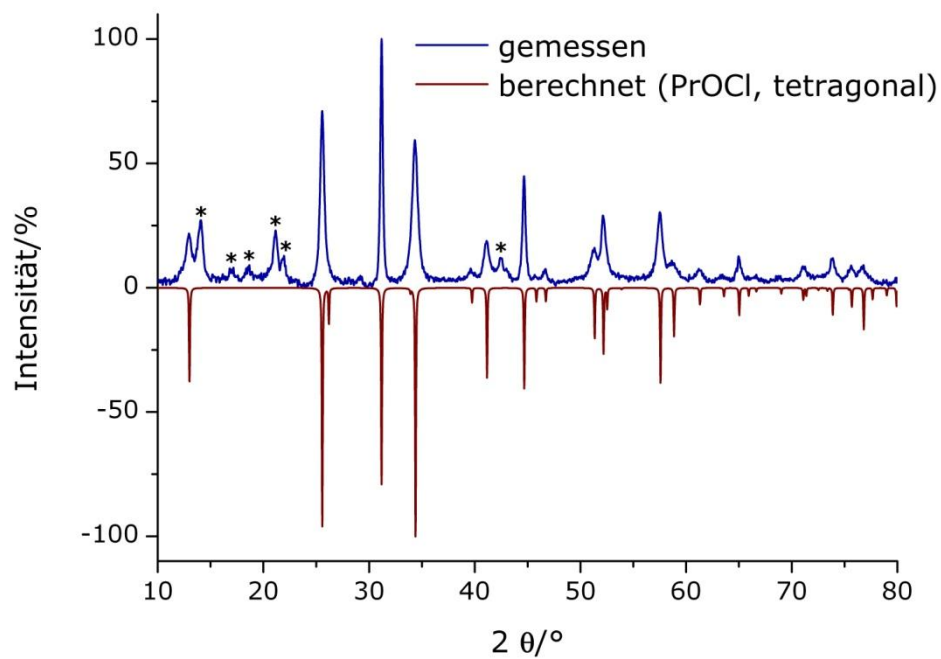
Table 2.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for PrCIDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2}U^{11} + \dots + 2hka^*b^*U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Pr(1)	12(1)	13(1)	23(1)	0	4(1)	0
Cl(1)	27(1)	35(1)	25(1)	-2(1)	0(1)	-8(1)
O(1)	17(1)	37(1)	26(1)	-1(1)	3(1)	0(1)
O(2)	28(1)	37(2)	33(1)	-11(1)	10(1)	-6(1)
Cl(2)	21(1)	14(1)	104(1)	0	18(1)	0
O(3)	37(2)	31(2)	158(4)	-44(2)	19(2)	-9(1)
O(4)	18(1)	29(1)	31(1)	7(1)	8(1)	3(1)
O(5)	25(1)	20(1)	35(1)	6(1)	8(1)	6(1)
O(6)	18(1)	18(1)	72(2)	-7(1)	15(1)	-1(1)
O(7)	54(2)	53(2)	29(1)	7(1)	-4(1)	-9(1)
O(8)	40(1)	45(2)	48(1)	-5(1)	-6(1)	-21(1)
C(1)	36(2)	32(2)	60(2)	9(2)	12(2)	18(2)
C(2)	33(2)	41(2)	30(1)	13(1)	12(1)	5(1)
C(3)	35(2)	36(2)	56(2)	24(2)	16(2)	3(2)
C(4)	25(1)	39(2)	35(2)	2(1)	12(1)	12(1)

2.6 Thermische Analyse

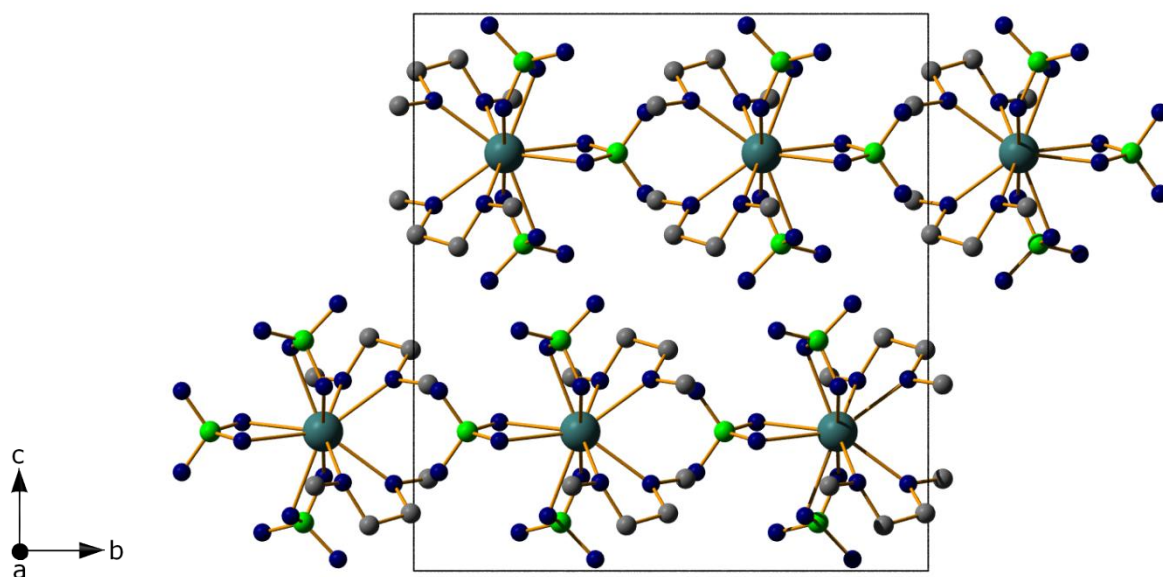
2.7 Pulverdiffraktogramm des Oxidchlorid-Rückstandes PrOCl [41]

* = Messartefakte vom Diffraktometer bei Flächenträgermessungen

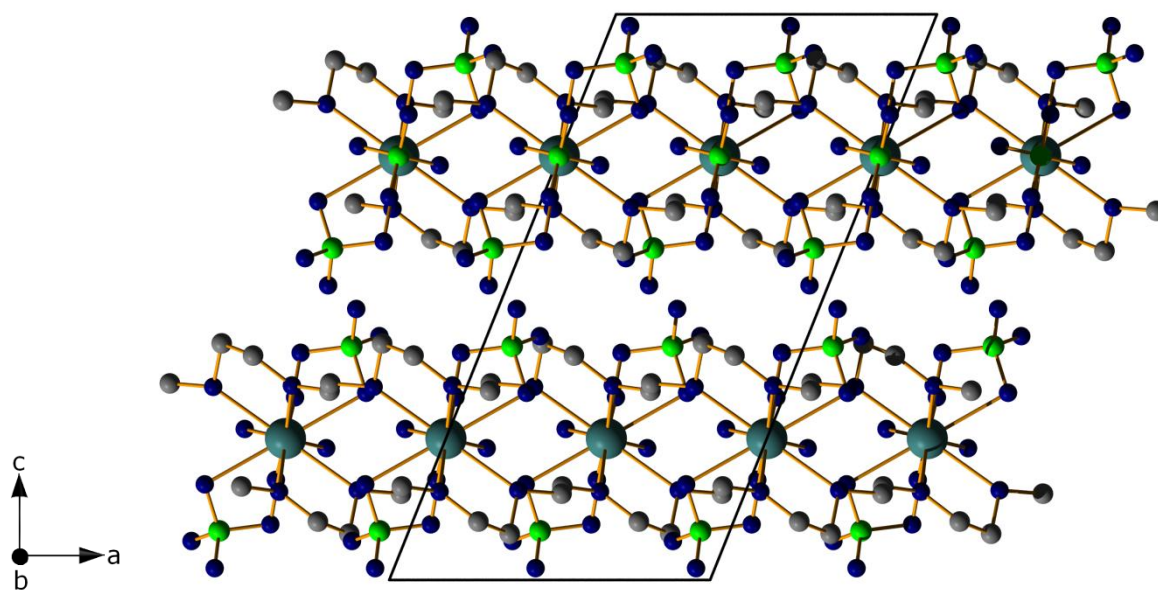


3. $\text{Nd}(\text{ClO}_4)_3(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_2$ - NdCIDME

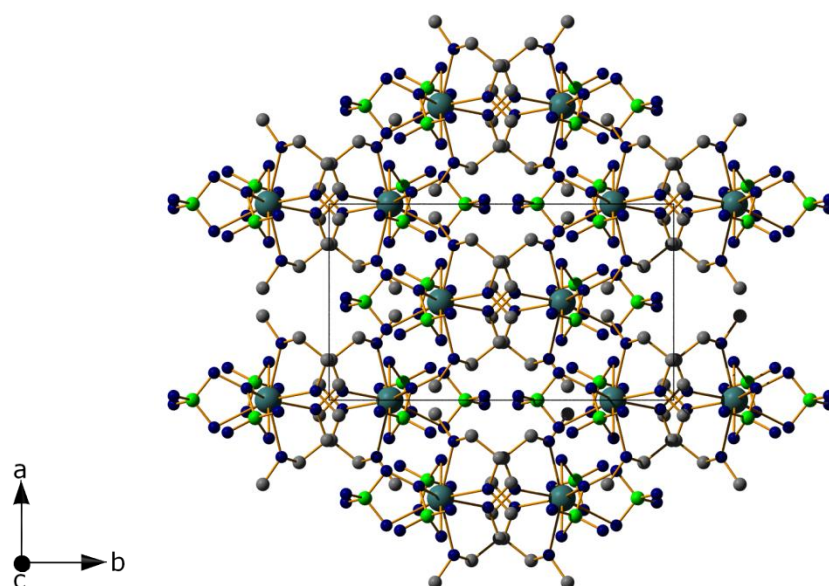
3.1 Diamond Bilder



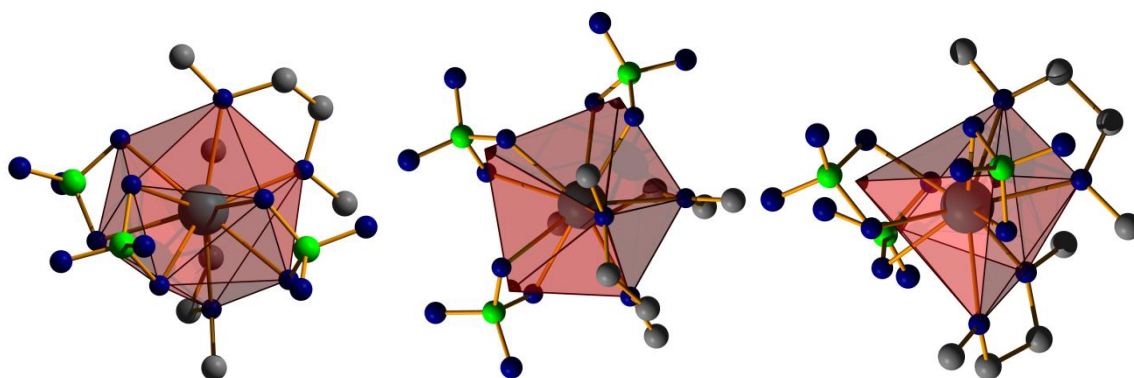
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



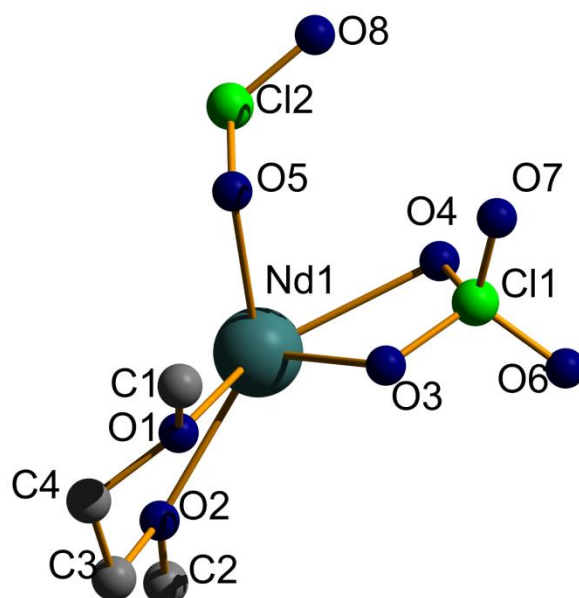
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Zehnfache Koordination und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 13.2 Crystal data and structure refinement for NdCIDME:

Empirical formula	Nd(ClO ₄) ₃ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₂	
Formula weight	622.83	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	C2/c (No. 15)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 889.51(3) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1447.56(4) pm	$\beta = 111.8620(10)^\circ$
	<i>c</i> = 1688.34(5) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	2.01760(11) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	2.050 Mg/m ³	
Absorption coefficient	3.045 mm ⁻¹	
F(000)	1228	
Theta range for data collection	3.10 to 40.11°.	
Index ranges	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 15, -26 ≤ <i>k</i> ≤ 26, -30 ≤ <i>l</i> ≤ 29	
Reflections collected	23127	
Independent reflections	6211 [R(int) = 0.0516]	
Completeness to theta = 40.11°	98.4 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	6211 / 0 / 128	
Goodness-of-fit on F ²	1.021	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0287, wR2 = 0.0724	
R indices (all data)	R1 = 0.0372, wR2 = 0.0765	
Largest diff. peak and hole	0.981 and -1.605 e.Å ⁻³	

3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 3.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for NdCIDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Nd(1)	5000	6765(1)	7500	14(1)
Cl(1)	4090(1)	7144(1)	9133(1)	25(1)
Cl(2)	5000	8957(1)	7500	37(1)
O(1)	2102(1)	6379(1)	6587(1)	21(1)
O(2)	4535(2)	5389(1)	6561(1)	24(1)
O(3)	3057(2)	6744(1)	8309(1)	24(1)
O(4)	5599(2)	7393(1)	9016(1)	28(1)
O(5)	3610(2)	8334(1)	7330(1)	30(1)
O(6)	4414(3)	6471(2)	9791(1)	40(1)
O(7)	3353(2)	7943(1)	9311(1)	39(1)
C(1)	708(2)	6922(2)	6525(2)	31(1)
C(2)	5776(3)	4717(2)	6654(2)	36(1)
C(3)	2953(3)	5058(2)	6033(2)	34(1)
C(4)	1823(2)	5866(2)	5817(1)	30(1)
O(8)	5217(3)	9509(1)	8229(2)	64(1)

3.4 Bindungslängen und -winkel

Table 3. Bond lengths [pm] and angles [$^\circ$] for NdCIDME:

Nd(1)-O(2)	248.24(13)
Nd(1)-O(2)#1	248.24(13)
Nd(1)-O(1)	252.51(12)
Nd(1)-O(1)#1	252.51(12)
Nd(1)-O(5)#1	255.07(14)
Nd(1)-O(5)	255.07(14)
Nd(1)-O(3)	257.15(14)
Nd(1)-O(3)#1	257.15(14)
Nd(1)-O(4)	257.79(14)
Nd(1)-O(4)#1	257.79(14)
Nd(1)-Cl(2)	317.26(7)

Nd(1)-Cl(1)	319.69(4)
Cl(1)-O(7)	141.56(18)
Cl(1)-O(6)	142.47(18)
Cl(1)-O(4)	147.21(16)
Cl(1)-O(3)	147.05(15)
Cl(2)-O(8)	141.9(2)
Cl(2)-O(8)#1	141.9(2)
Cl(2)-O(5)	146.93(15)
Cl(2)-O(5)#1	146.93(15)
O(1)-C(4)	143.6(2)
O(1)-C(1)	143.9(2)
O(2)-C(3)	143.9(3)
O(2)-C(2)	143.6(2)
C(3)-C(4)	149.6(3)

O(2)-Nd(1)-O(2)#1	73.30(7)
O(2)-Nd(1)-O(1)	62.82(4)
O(2)#1-Nd(1)-O(1)	95.85(5)
O(2)-Nd(1)-O(1)#1	95.85(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(1)#1	62.82(4)
O(1)-Nd(1)-O(1)#1	154.45(7)
O(2)-Nd(1)-O(5)#1	138.13(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(5)#1	133.18(5)
O(1)-Nd(1)-O(5)#1	127.40(5)
O(1)#1-Nd(1)-O(5)#1	77.67(5)
O(2)-Nd(1)-O(5)	133.18(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(5)	138.13(5)
O(1)-Nd(1)-O(5)	77.67(5)
O(1)#1-Nd(1)-O(5)	127.40(5)
O(5)#1-Nd(1)-O(5)	54.12(6)
O(2)-Nd(1)-O(3)	110.16(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(3)	68.68(5)
O(1)-Nd(1)-O(3)	65.57(4)
O(1)#1-Nd(1)-O(3)	114.10(4)
O(5)#1-Nd(1)-O(3)	110.15(5)
O(5)-Nd(1)-O(3)	71.13(5)
O(2)-Nd(1)-O(3)#1	68.68(5)

O(2)#1-Nd(1)-O(3)#1 110.16(5)
O(1)-Nd(1)-O(3)#1 114.10(4)
O(1)#1-Nd(1)-O(3)#1 65.57(4)
O(5)#1-Nd(1)-O(3)#1 71.13(5)
O(5)-Nd(1)-O(3)#1 110.15(5)
O(3)-Nd(1)-O(3)#1 178.65(7)
O(2)-Nd(1)-O(4) 147.19(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(4) 74.03(5)
O(1)-Nd(1)-O(4) 118.09(4)
O(1)#1-Nd(1)-O(4) 71.64(5)
O(5)#1-Nd(1)-O(4) 70.28(6)
O(5)-Nd(1)-O(4) 73.14(6)
O(3)-Nd(1)-O(4) 53.70(5)
O(3)#1-Nd(1)-O(4) 126.90(5)
O(2)-Nd(1)-O(4)#1 74.03(5)
O(2)#1-Nd(1)-O(4)#1 147.19(5)
O(1)-Nd(1)-O(4)#1 71.64(5)
O(1)#1-Nd(1)-O(4)#1 118.09(4)
O(5)#1-Nd(1)-O(4)#1 73.14(6)
O(5)-Nd(1)-O(4)#1 70.28(6)
O(3)-Nd(1)-O(4)#1 126.90(5)
O(3)#1-Nd(1)-O(4)#1 53.70(5)
O(4)-Nd(1)-O(4)#1 138.74(8)
O(2)-Nd(1)-Cl(2) 143.35(3)
O(2)#1-Nd(1)-Cl(2) 143.35(3)
O(1)-Nd(1)-Cl(2) 102.77(3)
O(1)#1-Nd(1)-Cl(2) 102.77(3)
O(5)#1-Nd(1)-Cl(2) 27.06(3)
O(5)-Nd(1)-Cl(2) 27.06(3)
O(3)-Nd(1)-Cl(2) 90.67(3)
O(3)#1-Nd(1)-Cl(2) 90.67(3)
O(4)-Nd(1)-Cl(2) 69.37(4)
O(4)#1-Nd(1)-Cl(2) 69.37(4)
O(2)-Nd(1)-Cl(1) 130.77(4)
O(2)#1-Nd(1)-Cl(1) 67.82(4)
O(1)-Nd(1)-Cl(1) 92.05(3)
O(1)#1-Nd(1)-Cl(1) 92.30(3)

O(5)#1-Nd(1)-Cl(1)	91.04(4)
O(5)-Nd(1)-Cl(1)	71.10(4)
O(3)-Nd(1)-Cl(1)	26.84(3)
O(3)#1-Nd(1)-Cl(1)	153.68(3)
O(4)-Nd(1)-Cl(1)	26.90(3)
O(4)#1-Nd(1)-Cl(1)	140.42(4)
Cl(2)-Nd(1)-Cl(1)	80.114(9)
O(7)-Cl(1)-O(6)	111.60(11)
O(7)-Cl(1)-O(4)	110.27(11)
O(6)-Cl(1)-O(4)	109.98(11)
O(7)-Cl(1)-O(3)	110.31(11)
O(6)-Cl(1)-O(3)	110.01(11)
O(4)-Cl(1)-O(3)	104.43(8)
O(7)-Cl(1)-Nd(1)	127.55(8)
O(6)-Cl(1)-Nd(1)	120.85(8)
O(4)-Cl(1)-Nd(1)	52.41(6)
O(3)-Cl(1)-Nd(1)	52.15(5)
O(8)-Cl(2)-O(8)#1	111.5(2)
O(8)-Cl(2)-O(5)	110.30(11)
O(8)#1-Cl(2)-O(5)	110.09(13)
O(8)-Cl(2)-O(5)#1	110.09(13)
O(8)#1-Cl(2)-O(5)#1	110.30(11)
O(5)-Cl(2)-O(5)#1	104.34(12)
O(8)-Cl(2)-Nd(1)	124.26(11)
O(8)#1-Cl(2)-Nd(1)	124.26(11)
O(5)-Cl(2)-Nd(1)	52.17(6)
O(5)#1-Cl(2)-Nd(1)	52.17(6)
C(4)-O(1)-C(1)	111.34(15)
C(4)-O(1)-Nd(1)	117.41(10)
C(1)-O(1)-Nd(1)	125.43(12)
C(3)-O(2)-C(2)	112.13(16)
C(3)-O(2)-Nd(1)	123.69(11)
C(2)-O(2)-Nd(1)	122.39(13)
Cl(1)-O(3)-Nd(1)	101.01(7)
Cl(1)-O(4)-Nd(1)	100.68(7)
Cl(2)-O(5)-Nd(1)	100.77(7)
O(2)-C(3)-C(4)	107.74(17)

O(1)-C(4)-C(3) 108.08(17)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

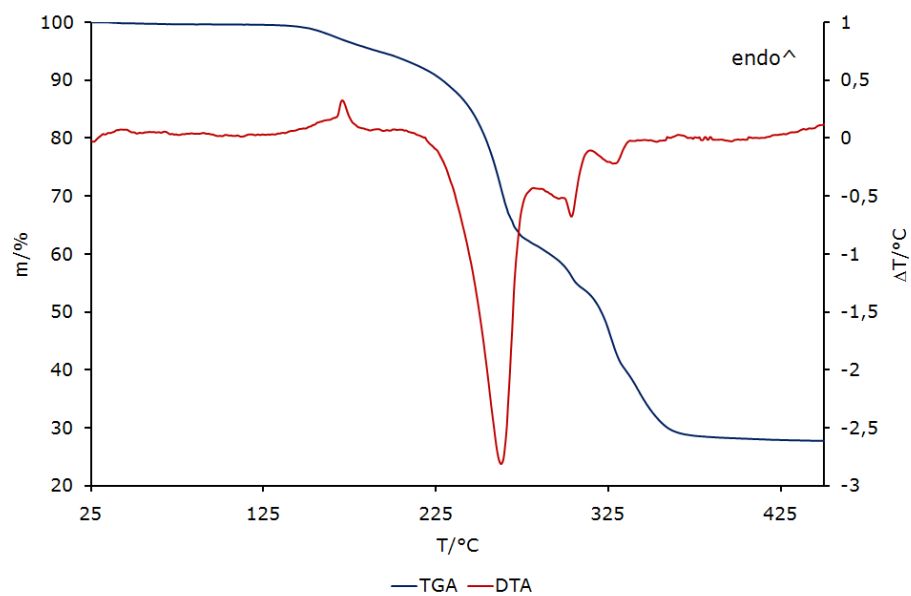
#1 -x+1,y,-z+3/2

3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

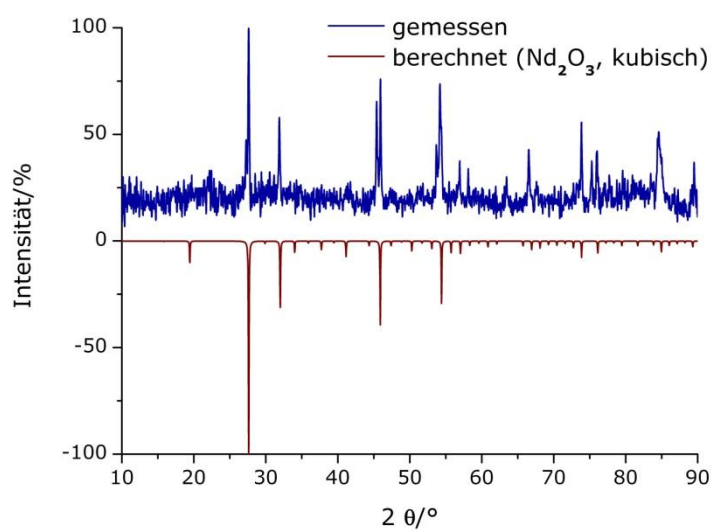
Table 3.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for NdCIDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2}U^{11} + \dots + 2hka^*b^*U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Nd(1)	12(1)	12(1)	19(1)	0	8(1)	0
Cl(1)	29(1)	29(1)	21(1)	0(1)	12(1)	7(1)
Cl(2)	29(1)	13(1)	80(1)	0	33(1)	0
O(1)	15(1)	24(1)	25(1)	-5(1)	7(1)	0(1)
O(2)	21(1)	18(1)	32(1)	-6(1)	10(1)	1(1)
O(3)	18(1)	33(1)	22(1)	1(1)	9(1)	0(1)
O(4)	23(1)	31(1)	29(1)	-8(1)	8(1)	-1(1)
O(5)	20(1)	17(1)	58(1)	4(1)	21(1)	1(1)
O(6)	55(1)	42(1)	25(1)	10(1)	17(1)	10(1)
O(7)	51(1)	37(1)	40(1)	-2(1)	28(1)	16(1)
C(1)	19(1)	40(1)	32(1)	-4(1)	6(1)	8(1)
C(2)	34(1)	23(1)	53(1)	-9(1)	19(1)	8(1)
C(3)	29(1)	29(1)	44(1)	-17(1)	14(1)	-8(1)
C(4)	21(1)	38(1)	26(1)	-12(1)	5(1)	-3(1)
O(8)	50(1)	30(1)	128(2)	-38(1)	53(1)	-9(1)

3.6 Thermische Analyse

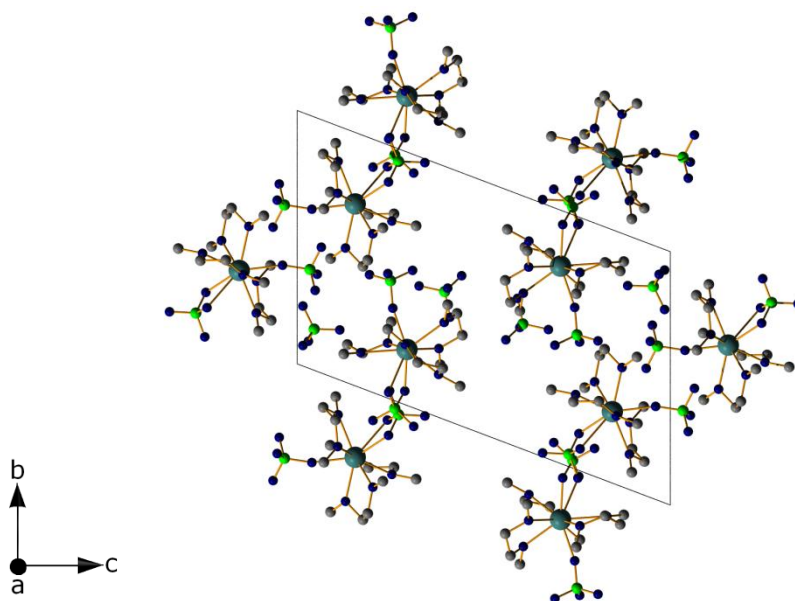


3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes [26]

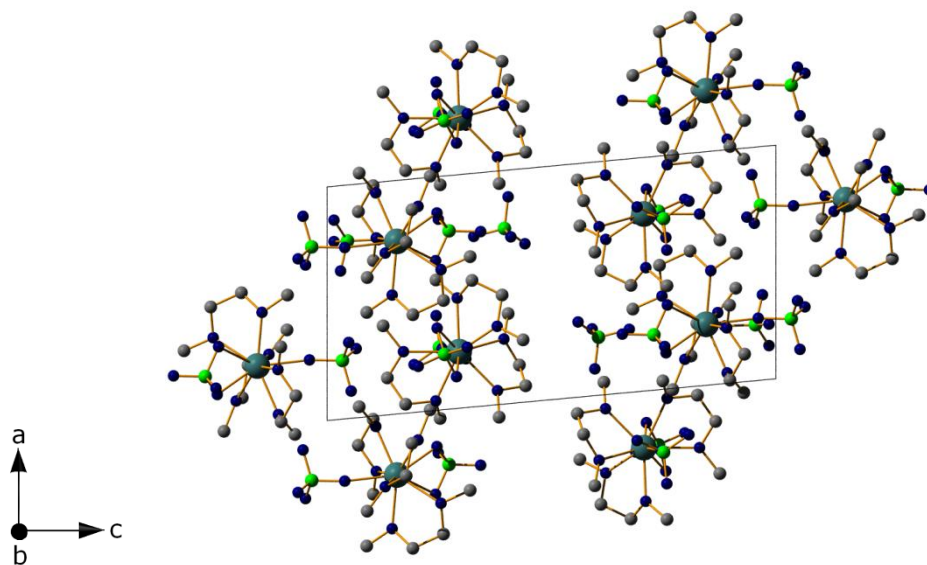


4. $[\text{Eu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_9)_3]\text{ClO}_4$ - EuCIDME

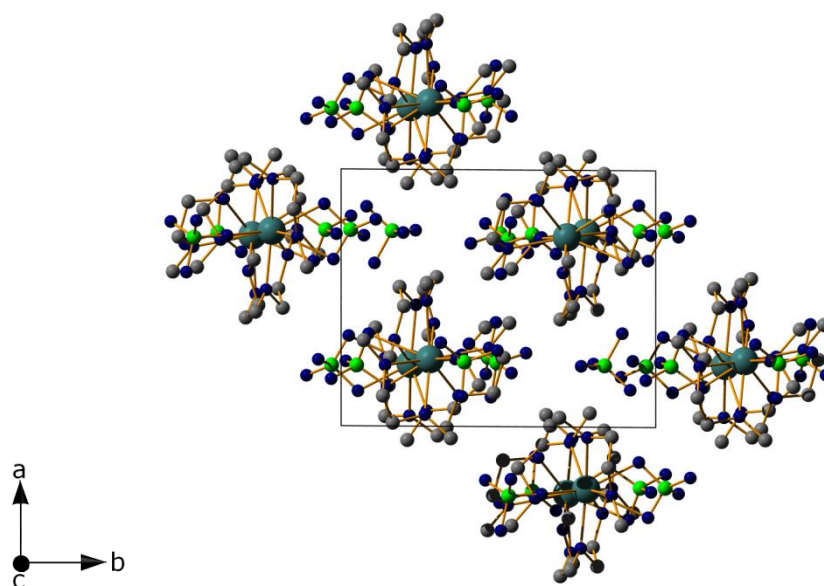
4.1 Diamond Bilder



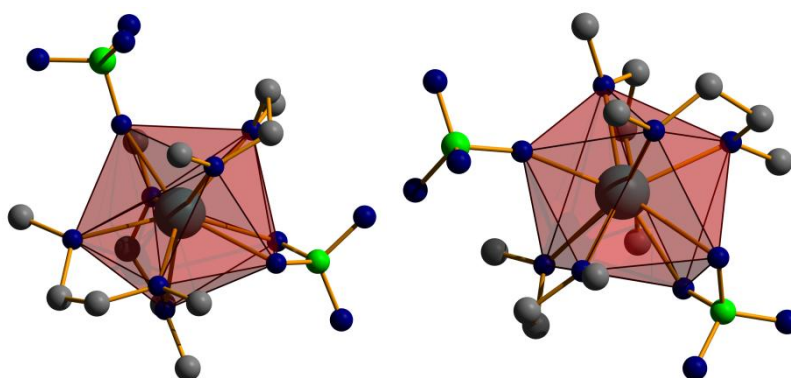
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



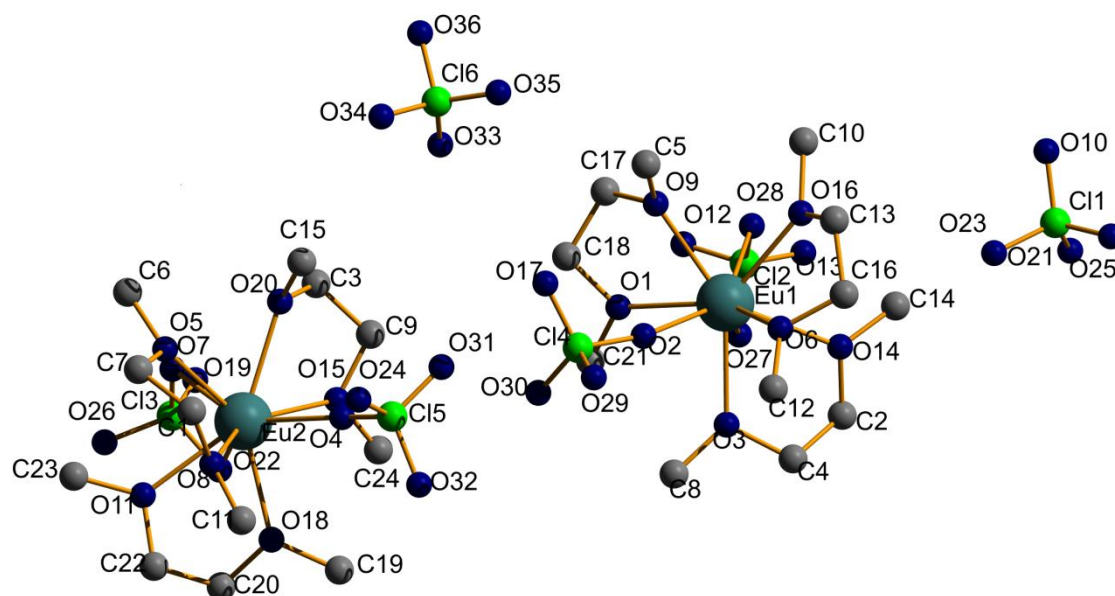
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Neufache Koordination



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 4.2 Crystal data and structure refinement for EuCIDME:

Empirical formula	[Eu(ClO ₄) ₂ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₃]ClO ₄	
Formula weight	720.67	
Temperature	145(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	triclinic	
Space group	<i>P</i> -1 (No. 2)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1038.1(3) pm	α = 69.147(11)°
	<i>b</i> = 1352.7(3) pm	β = 84.176(17)°
	<i>c</i> = 2139.2(3) pm	γ = 87.587(16)°
Volume	2.7925(10) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.714 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.604 mm ⁻¹	
F(000)	1440	
Crystal size	0.20 x 0.10 x 0.10 mm ³	
Theta range for data collection	2.19 to 25.34°.	
Index ranges	-8 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -15 ≤ <i>k</i> ≤ 16, -25 ≤ <i>l</i> ≤ 21	
Reflections collected	17861	
Independent reflections	9840 [R(int) = 0.0494]	
Completeness to theta = 25.34°	96.3 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	9840 / 0 / 614	
Goodness-of-fit on F ²	0.938	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0736, wR2 = 0.2106	
R indices (all data)	R1 = 0.0900, wR2 = 0.2243	
Extinction coefficient	0.00000(17)	
Largest diff. peak and hole	7.061 and -1.794 e.Å ⁻³	

4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 4.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuCIDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Eu(1)	7390(1)	2821(1)	1554(1)	19(1)
Eu(2)	7578(1)	2209(1)	7058(1)	19(1)
Cl(1)	7515(3)	4946(2)	3952(1)	25(1)
Cl(2)	7633(3)	493(2)	2717(1)	28(1)
Cl(3)	7637(3)	9698(2)	7383(2)	28(1)
Cl(4)	7494(3)	3918(2)	9657(1)	22(1)
Cl(5)	7303(3)	4677(2)	7499(2)	32(1)
O(1)	7624(8)	1397(6)	1096(4)	26(2)
O(2)	7336(9)	3675(7)	393(4)	29(2)
O(3)	5111(7)	2714(6)	1450(4)	20(2)
O(4)	7378(10)	3627(8)	7438(5)	42(2)
O(5)	9396(8)	2723(6)	6203(4)	23(2)
O(6)	6935(8)	4706(6)	1295(4)	24(2)
O(7)	8638(8)	535(6)	7116(4)	28(2)
O(8)	7215(8)	3831(7)	6061(4)	31(2)
O(9)	9552(8)	2659(6)	1085(4)	25(2)
O(10)	8855(9)	4762(8)	4034(5)	45(3)
O(11)	6644(9)	1696(7)	6210(4)	33(2)
O(12)	8174(9)	9685(7)	2477(4)	33(2)
O(13)	7476(11)	150(8)	3422(5)	49(3)
O(14)	6005(8)	2948(6)	2538(4)	24(2)
O(15)	7357(9)	1393(7)	8399(4)	29(2)
O(16)	8804(8)	3735(6)	2027(4)	23(2)
O(17)	8836(9)	3837(8)	9463(4)	37(2)
O(18)	5274(8)	2383(7)	7102(4)	34(2)
O(19)	8046(10)	8899(8)	7969(5)	42(2)
O(20)	9595(8)	2171(6)	7577(4)	24(2)
O(21)	6779(10)	4065(8)	4408(5)	44(2)
O(22)	6486(9)	243(8)	7548(5)	38(2)
O(23)	7297(10)	5105(8)	3267(4)	44(3)
O(24)	7909(11)	5414(8)	6907(5)	49(3)

O(25)	7130(10)	5877(7)	4094(4)	39(2)
O(26)	7423(10)	9273(8)	6877(5)	41(2)
O(27)	6411(9)	871(7)	2418(5)	37(2)
O(28)	8449(9)	1457(7)	2448(4)	34(2)
O(29)	7036(10)	4966(7)	9353(4)	37(2)
O(30)	6743(10)	3169(7)	9519(4)	37(2)
C(1)	8389(12)	4379(9)	5716(6)	24(3)
C(2)	4676(12)	2633(9)	2594(5)	24(3)
C(3)	9614(12)	1399(10)	8251(5)	27(3)
C(4)	4189(11)	3032(10)	1911(6)	24(3)
C(5)	464(12)	3486(10)	715(6)	29(3)
C(6)	540(12)	2101(10)	6167(6)	29(3)
C(7)	9301(13)	3596(10)	5575(5)	28(3)
C(8)	4471(12)	2721(10)	883(6)	29(3)
C(9)	8416(13)	1511(11)	8657(6)	32(3)
C(10)	50(13)	3352(11)	2297(7)	34(3)
C(11)	6143(13)	4583(10)	5967(6)	32(3)
C(12)	5962(13)	5347(9)	894(6)	28(3)
C(13)	8686(12)	4853(10)	1891(6)	29(3)
C(14)	6445(15)	2775(12)	3187(6)	39(3)
C(15)	360(14)	3064(11)	7481(7)	39(3)
O(31)	7953(15)	4601(11)	8062(5)	80(5)
C(16)	7317(13)	5169(10)	1761(6)	28(3)
C(17)	9872(12)	1641(10)	1024(6)	30(3)
C(18)	8818(12)	1328(10)	697(6)	29(3)
C(19)	4416(14)	2721(12)	7574(7)	43(4)
C(20)	4578(13)	1856(12)	6772(8)	45(4)
O(32)	5943(12)	4919(10)	7570(7)	71(4)
C(21)	6663(15)	717(11)	1032(8)	40(3)
C(22)	5322(16)	2000(14)	6101(9)	52(4)
C(23)	7327(16)	1554(13)	5433(7)	46(4)
C(24)	6168(15)	1085(13)	8752(7)	47(4)
Cl(6)	2393(3)	1625(3)	9546(2)	36(1)
O(33)	1449(10)	810(8)	9847(5)	46(3)
O(34)	2462(14)	1976(10)	8859(5)	69(4)
O(35)	2369(16)	2369(12)	9847(7)	100(6)
O(36)	3652(14)	1061(14)	9700(7)	92(5)

4.4 Bindungslängen und -winkel

Table 4.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for EuCIDME:

Eu(1)-O(2)	234.3(8)
Eu(1)-O(9)	239.8(8)
Eu(1)-O(3)	241.4(8)
Eu(1)-O(1)	244.6(8)
Eu(1)-O(6)	244.5(8)
Eu(1)-O(28)	245.2(9)
Eu(1)-O(16)	246.0(8)
Eu(1)-O(14)	247.9(7)
Eu(1)-O(27)	278.9(10)
Eu(1)-C(17)	328.9(11)
Eu(1)-Cl(2)	326.3(3)
Eu(2)-O(4)	232.9(9)
Eu(2)-O(18)	239.0(8)
Eu(2)-O(5)	242.8(8)
Eu(2)-O(7)	244.4(8)
Eu(2)-O(15)	247.6(8)
Eu(2)-O(20)	245.7(8)
Eu(2)-O(11)	245.4(9)
Eu(2)-O(8)	250.3(8)
Eu(2)-O(22)	273.5(10)
Eu(2)-Cl(3)	321.4(3)
Eu(2)-C(20)	332.0(14)
Cl(1)-O(10)	142.0(10)
Cl(1)-O(25)	143.0(9)
Cl(1)-O(21)	143.2(10)
Cl(1)-O(23)	144.3(9)
Cl(2)-O(12)	143.6(9)
Cl(2)-O(13)	140.4(10)
Cl(2)-O(28)	148.6(9)
Cl(2)-O(27)	146.8(9)
Cl(3)-O(19)	142.2(9)
Cl(3)-O(26)	143.3(10)
Cl(3)-O(22)	145.6(10)
Cl(3)-O(7)	148.5(9)
Cl(4)-O(17)	142.4(9)
Cl(4)-O(29)	141.7(9)

Cl(4)-O(30)	143.3(9)
Cl(4)-O(2)	148.1(8)
Cl(5)-O(24)	140.9(10)
Cl(5)-O(32)	144.0(12)
Cl(5)-O(31)	141.1(12)
Cl(5)-O(4)	147.0(10)
O(1)-C(21)	143.3(15)
O(1)-C(18)	145.2(15)
O(3)-C(8)	143.9(14)
O(3)-C(4)	146.5(13)
O(5)-C(7)	144.7(13)
O(5)-C(6)	143.8(14)
O(6)-C(12)	144.2(14)
O(6)-C(16)	144.5(14)
O(8)-C(1)	144.4(14)
O(8)-C(11)	145.5(15)
O(9)-C(17)	145.1(14)
O(9)-C(5)	144.3(14)
O(11)-C(23)	143.0(16)
O(11)-C(22)	143.5(17)
O(14)-C(2)	144.2(15)
O(14)-C(14)	144.2(15)
O(15)-C(9)	144.6(16)
O(15)-C(24)	146.6(15)
O(16)-C(13)	143.7(14)
O(16)-C(10)	146.9(15)
O(18)-C(20)	142.7(17)
O(18)-C(19)	145.9(15)
O(20)-C(15)	141.6(15)
O(20)-C(3)	145.0(13)
C(1)-C(7)	148.2(16)
C(2)-C(4)	149.9(17)
C(3)-C(9)	147.7(17)
C(13)-C(16)	149.1(18)
C(17)-C(18)	150.7(18)
C(20)-C(22)	151(2)
Cl(6)-O(35)	137.3(12)

Cl(6)-O(34)	136.7(11)
Cl(6)-O(33)	143.0(10)
Cl(6)-O(36)	149.1(14)

O(2)-Eu(1)-O(9)	75.1(3)
O(2)-Eu(1)-O(3)	79.4(3)
O(9)-Eu(1)-O(3)	145.8(3)
O(2)-Eu(1)-O(1)	75.3(3)
O(9)-Eu(1)-O(1)	67.1(3)
O(3)-Eu(1)-O(1)	84.7(3)
O(2)-Eu(1)-O(6)	70.0(3)
O(9)-Eu(1)-O(6)	107.5(3)
O(3)-Eu(1)-O(6)	84.2(3)
O(1)-Eu(1)-O(6)	144.9(3)
O(2)-Eu(1)-O(28)	145.9(3)
O(9)-Eu(1)-O(28)	74.2(3)
O(3)-Eu(1)-O(28)	120.7(3)
O(1)-Eu(1)-O(28)	79.3(3)
O(6)-Eu(1)-O(28)	134.3(3)
O(2)-Eu(1)-O(16)	111.9(3)
O(9)-Eu(1)-O(16)	73.5(3)
O(3)-Eu(1)-O(16)	138.3(3)
O(1)-Eu(1)-O(16)	136.5(3)
O(6)-Eu(1)-O(16)	64.6(3)
O(28)-Eu(1)-O(16)	72.8(3)
O(2)-Eu(1)-O(14)	132.9(3)
O(9)-Eu(1)-O(14)	146.3(3)
O(3)-Eu(1)-O(14)	67.3(3)
O(1)-Eu(1)-O(14)	130.4(3)
O(6)-Eu(1)-O(14)	74.2(3)
O(28)-Eu(1)-O(14)	81.2(3)
O(16)-Eu(1)-O(14)	77.5(3)
O(2)-Eu(1)-O(27)	131.0(3)
O(9)-Eu(1)-O(27)	111.7(3)
O(3)-Eu(1)-O(27)	69.7(3)
O(1)-Eu(1)-O(27)	65.0(3)
O(6)-Eu(1)-O(27)	139.2(3)

O(28)-Eu(1)-O(27)	51.7(3)
O(16)-Eu(1)-O(27)	116.5(3)
O(14)-Eu(1)-O(27)	67.0(3)
O(2)-Eu(1)-C(17)	80.6(3)
O(9)-Eu(1)-C(17)	23.5(3)
O(3)-Eu(1)-C(17)	129.7(3)
O(1)-Eu(1)-C(17)	45.5(3)
O(6)-Eu(1)-C(17)	129.9(3)
O(28)-Eu(1)-C(17)	65.3(3)
O(16)-Eu(1)-C(17)	92.0(3)
O(14)-Eu(1)-C(17)	146.5(3)
O(27)-Eu(1)-C(17)	90.7(3)
O(2)-Eu(1)-Cl(2)	142.7(2)
O(9)-Eu(1)-Cl(2)	90.5(2)
O(3)-Eu(1)-Cl(2)	96.32(19)
O(1)-Eu(1)-Cl(2)	67.41(19)
O(6)-Eu(1)-Cl(2)	146.99(18)
O(28)-Eu(1)-Cl(2)	25.4(2)
O(16)-Eu(1)-Cl(2)	95.94(19)
O(14)-Eu(1)-Cl(2)	75.66(19)
O(27)-Eu(1)-Cl(2)	26.63(19)
C(17)-Eu(1)-Cl(2)	73.9(2)
O(4)-Eu(2)-O(18)	82.1(3)
O(4)-Eu(2)-O(5)	102.8(3)
O(18)-Eu(2)-O(5)	137.0(3)
O(4)-Eu(2)-O(7)	148.4(3)
O(18)-Eu(2)-O(7)	120.9(3)
O(5)-Eu(2)-O(7)	75.9(3)
O(4)-Eu(2)-O(15)	74.9(3)
O(18)-Eu(2)-O(15)	88.2(3)
O(5)-Eu(2)-O(15)	134.7(3)
O(7)-Eu(2)-O(15)	83.8(3)
O(4)-Eu(2)-O(20)	75.5(3)
O(18)-Eu(2)-O(20)	149.3(3)
O(5)-Eu(2)-O(20)	69.7(3)
O(7)-Eu(2)-O(20)	74.5(3)
O(15)-Eu(2)-O(20)	66.0(3)

O(4)-Eu(2)-O(11)	136.7(3)
O(18)-Eu(2)-O(11)	66.9(3)
O(5)-Eu(2)-O(11)	82.7(3)
O(7)-Eu(2)-O(11)	74.9(3)
O(15)-Eu(2)-O(11)	130.4(3)
O(20)-Eu(2)-O(11)	142.8(3)
O(4)-Eu(2)-O(8)	73.1(3)
O(18)-Eu(2)-O(8)	76.4(3)
O(5)-Eu(2)-O(8)	64.9(3)
O(7)-Eu(2)-O(8)	130.1(3)
O(15)-Eu(2)-O(8)	146.0(3)
O(20)-Eu(2)-O(8)	115.7(3)
O(11)-Eu(2)-O(8)	70.8(3)
O(4)-Eu(2)-O(22)	131.8(3)
O(18)-Eu(2)-O(22)	70.6(3)
O(5)-Eu(2)-O(22)	124.4(3)
O(7)-Eu(2)-O(22)	52.9(3)
O(15)-Eu(2)-O(22)	65.6(3)
O(20)-Eu(2)-O(22)	109.8(3)
O(11)-Eu(2)-O(22)	65.8(3)
O(8)-Eu(2)-O(22)	132.9(3)
O(4)-Eu(2)-Cl(3)	149.4(3)
O(18)-Eu(2)-Cl(3)	95.7(2)
O(5)-Eu(2)-Cl(3)	99.5(2)
O(7)-Eu(2)-Cl(3)	26.2(2)
O(15)-Eu(2)-Cl(3)	74.5(2)
O(20)-Eu(2)-Cl(3)	93.1(2)
O(11)-Eu(2)-Cl(3)	66.7(2)
O(8)-Eu(2)-Cl(3)	136.3(2)
O(22)-Eu(2)-Cl(3)	26.8(2)
O(4)-Eu(2)-C(20)	103.5(4)
O(18)-Eu(2)-C(20)	22.1(4)
O(5)-Eu(2)-C(20)	124.8(3)
O(7)-Eu(2)-C(20)	102.7(3)
O(15)-Eu(2)-C(20)	98.9(4)
O(20)-Eu(2)-C(20)	164.7(3)
O(11)-Eu(2)-C(20)	45.9(3)

O(8)-Eu(2)-C(20)	78.0(3)
O(22)-Eu(2)-C(20)	59.1(3)
Cl(3)-Eu(2)-C(20)	80.0(3)
O(10)-Cl(1)-O(25)	108.6(6)
O(10)-Cl(1)-O(21)	109.9(6)
O(25)-Cl(1)-O(21)	109.2(6)
O(10)-Cl(1)-O(23)	109.3(6)
O(25)-Cl(1)-O(23)	109.3(6)
O(21)-Cl(1)-O(23)	110.4(6)
O(12)-Cl(2)-O(13)	112.4(6)
O(12)-Cl(2)-O(28)	110.7(6)
O(13)-Cl(2)-O(28)	109.7(6)
O(12)-Cl(2)-O(27)	109.0(6)
O(13)-Cl(2)-O(27)	112.1(6)
O(28)-Cl(2)-O(27)	102.6(5)
O(12)-Cl(2)-Eu(1)	114.7(4)
O(13)-Cl(2)-Eu(1)	132.3(5)
O(28)-Cl(2)-Eu(1)	45.1(4)
O(27)-Cl(2)-Eu(1)	58.4(4)
O(19)-Cl(3)-O(26)	111.4(6)
O(19)-Cl(3)-O(22)	110.9(6)
O(26)-Cl(3)-O(22)	111.1(6)
O(19)-Cl(3)-O(7)	109.1(6)
O(26)-Cl(3)-O(7)	109.7(5)
O(22)-Cl(3)-O(7)	104.3(5)
O(19)-Cl(3)-Eu(2)	127.1(4)
O(26)-Cl(3)-Eu(2)	120.8(4)
O(22)-Cl(3)-Eu(2)	57.9(4)
O(7)-Cl(3)-Eu(2)	46.6(3)
O(17)-Cl(4)-O(29)	110.9(6)
O(17)-Cl(4)-O(30)	111.7(6)
O(29)-Cl(4)-O(30)	111.6(6)
O(17)-Cl(4)-O(2)	107.9(5)
O(29)-Cl(4)-O(2)	106.9(5)
O(30)-Cl(4)-O(2)	107.6(5)
O(24)-Cl(5)-O(32)	110.4(8)
O(24)-Cl(5)-O(31)	111.0(7)

O(32)-Cl(5)-O(31)	113.7(9)
O(24)-Cl(5)-O(4)	108.6(6)
O(32)-Cl(5)-O(4)	105.9(7)
O(31)-Cl(5)-O(4)	106.9(7)
C(21)-O(1)-C(18)	110.3(10)
C(21)-O(1)-Eu(1)	129.9(8)
C(18)-O(1)-Eu(1)	118.4(7)
Cl(4)-O(2)-Eu(1)	162.8(5)
C(8)-O(3)-C(4)	109.4(9)
C(8)-O(3)-Eu(1)	129.5(7)
C(4)-O(3)-Eu(1)	117.7(6)
Cl(5)-O(4)-Eu(2)	165.7(7)
C(7)-O(5)-C(6)	110.7(8)
C(7)-O(5)-Eu(2)	121.6(7)
C(6)-O(5)-Eu(2)	126.1(6)
C(12)-O(6)-C(16)	110.9(9)
C(12)-O(6)-Eu(1)	128.3(7)
C(16)-O(6)-Eu(1)	116.9(7)
Cl(3)-O(7)-Eu(2)	107.3(5)
C(1)-O(8)-C(11)	109.4(9)
C(1)-O(8)-Eu(2)	113.9(6)
C(11)-O(8)-Eu(2)	128.8(7)
C(17)-O(9)-C(5)	114.5(9)
C(17)-O(9)-Eu(1)	115.2(7)
C(5)-O(9)-Eu(1)	128.5(7)
C(23)-O(11)-C(22)	111.5(11)
C(23)-O(11)-Eu(2)	126.6(8)
C(22)-O(11)-Eu(2)	116.3(8)
C(2)-O(14)-C(14)	111.6(9)
C(2)-O(14)-Eu(1)	115.8(6)
C(14)-O(14)-Eu(1)	124.9(8)
C(9)-O(15)-C(24)	110.9(10)
C(9)-O(15)-Eu(2)	117.9(7)
C(24)-O(15)-Eu(2)	128.3(8)
C(13)-O(16)-C(10)	109.5(9)
C(13)-O(16)-Eu(1)	121.5(7)
C(10)-O(16)-Eu(1)	126.8(7)

C(20)-O(18)-C(19)	111.5(11)
C(20)-O(18)-Eu(2)	118.7(8)
C(19)-O(18)-Eu(2)	127.5(9)
C(15)-O(20)-C(3)	111.8(9)
C(15)-O(20)-Eu(2)	125.2(7)
C(3)-O(20)-Eu(2)	114.4(7)
Cl(3)-O(22)-Eu(2)	95.2(4)
Cl(2)-O(27)-Eu(1)	95.0(5)
Cl(2)-O(28)-Eu(1)	109.5(5)
O(8)-C(1)-C(7)	107.9(10)
C(4)-C(2)-O(14)	109.2(9)
C(9)-C(3)-O(20)	109.0(10)
C(2)-C(4)-O(3)	108.5(9)
O(5)-C(7)-C(1)	107.2(9)
O(15)-C(9)-C(3)	106.0(10)
O(16)-C(13)-C(16)	107.9(10)
O(6)-C(16)-C(13)	108.2(10)
O(9)-C(17)-C(18)	109.3(10)
O(9)-C(17)-Eu(1)	41.2(5)
C(18)-C(17)-Eu(1)	80.6(6)
O(1)-C(18)-C(17)	105.2(9)
O(18)-C(20)-C(22)	107.6(12)
O(18)-C(20)-Eu(2)	39.1(5)
C(22)-C(20)-Eu(2)	77.9(8)
O(11)-C(22)-C(20)	108.5(12)
O(35)-Cl(6)-O(34)	117.8(9)
O(35)-Cl(6)-O(33)	113.9(6)
O(34)-Cl(6)-O(33)	111.9(7)
O(35)-Cl(6)-O(36)	104.2(11)
O(34)-Cl(6)-O(36)	103.3(9)
O(33)-Cl(6)-O(36)	103.8(8)

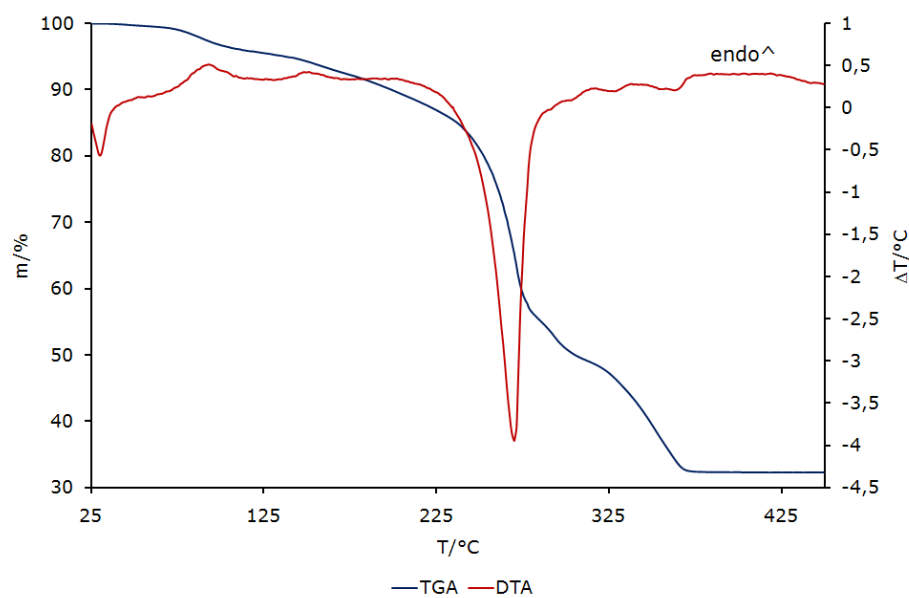
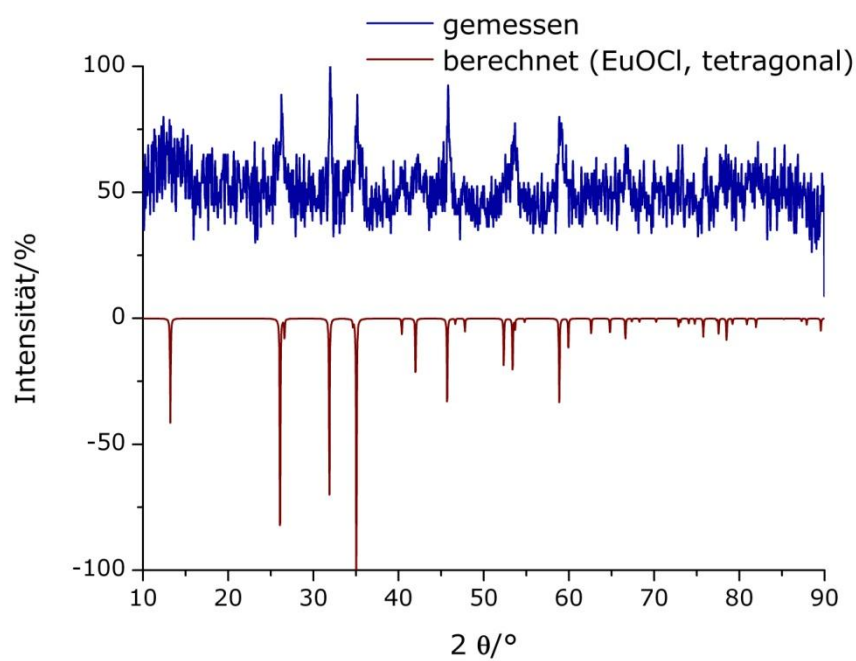
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 4.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for EuCIDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Eu(1)	18(1)	23(1)	19(1)	-10(1)	0(1)	-2(1)
Eu(2)	18(1)	19(1)	17(1)	-4(1)	0(1)	-1(1)
Cl(1)	25(2)	29(2)	18(1)	-4(1)	-4(1)	-2(1)
Cl(2)	28(2)	20(1)	29(2)	-2(1)	-1(1)	1(1)
Cl(3)	28(2)	23(2)	32(2)	-9(1)	-5(1)	-4(1)
Cl(4)	24(2)	23(1)	18(1)	-8(1)	-1(1)	2(1)
Cl(5)	46(2)	26(2)	27(2)	-14(1)	3(1)	-2(1)
O(1)	31(5)	23(4)	26(4)	-10(3)	-5(3)	-4(4)
O(2)	40(6)	31(5)	18(4)	-12(4)	-2(4)	5(4)
O(3)	16(4)	24(4)	21(4)	-10(3)	-4(3)	2(3)
O(4)	42(6)	34(5)	57(6)	-22(5)	-15(5)	14(5)
O(5)	24(5)	23(4)	19(4)	-2(3)	-4(3)	0(4)
O(6)	30(5)	22(4)	21(4)	-9(3)	-7(3)	2(4)
O(7)	26(5)	21(4)	38(5)	-10(4)	-3(4)	-7(4)
O(8)	17(4)	39(5)	25(4)	2(4)	0(3)	2(4)
O(9)	16(4)	23(4)	33(5)	-11(3)	7(3)	-2(3)
O(10)	23(5)	55(7)	45(6)	-6(5)	0(4)	1(5)
O(11)	33(5)	37(5)	33(5)	-17(4)	-10(4)	9(4)
O(12)	32(5)	24(5)	41(5)	-10(4)	2(4)	8(4)
O(13)	65(8)	40(6)	30(5)	3(4)	1(5)	4(5)
O(14)	31(5)	26(4)	17(4)	-10(3)	2(3)	-5(4)
O(15)	33(5)	35(5)	16(4)	-8(3)	7(3)	-6(4)
O(16)	20(4)	24(4)	28(4)	-11(3)	-6(3)	-3(3)
O(17)	26(5)	49(6)	30(5)	-10(4)	3(4)	5(4)
O(18)	16(5)	38(5)	39(5)	-6(4)	0(4)	5(4)
O(19)	48(6)	33(5)	40(5)	-2(4)	-14(4)	-5(5)
O(20)	24(5)	24(4)	20(4)	0(3)	-4(3)	-3(4)
O(21)	43(6)	44(6)	38(5)	-5(4)	0(4)	-11(5)
O(22)	28(5)	44(6)	40(5)	-16(4)	4(4)	-3(4)
O(23)	59(7)	51(6)	25(5)	-13(4)	-15(4)	-1(5)
O(24)	71(8)	42(6)	30(5)	-7(4)	-3(5)	-19(5)

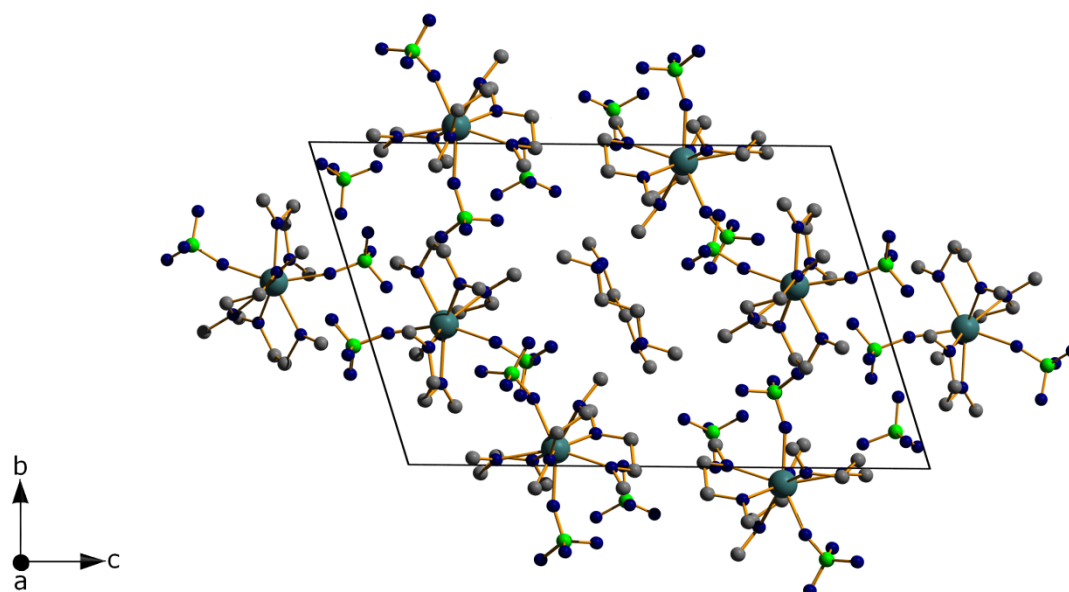
O(25)	51(6)	35(5)	33(5)	-15(4)	-6(4)	7(5)
O(26)	49(6)	35(5)	41(5)	-15(4)	-3(4)	-18(5)
O(27)	25(5)	36(5)	56(6)	-22(5)	-12(4)	6(4)
O(28)	43(6)	29(5)	24(4)	0(4)	-6(4)	-16(4)
O(29)	46(6)	32(5)	28(5)	-6(4)	-12(4)	14(4)
O(30)	46(6)	35(5)	35(5)	-17(4)	-4(4)	-11(4)
C(1)	26(7)	22(6)	20(6)	-3(5)	0(5)	-6(5)
C(2)	27(7)	18(6)	20(6)	0(4)	7(5)	0(5)
C(3)	34(7)	30(7)	17(6)	-5(5)	-16(5)	1(6)
C(4)	15(6)	28(6)	32(6)	-16(5)	7(5)	-2(5)
C(5)	20(7)	28(7)	36(7)	-10(5)	3(5)	-7(5)
C(6)	21(7)	28(7)	33(7)	-5(5)	1(5)	4(5)
C(7)	34(7)	33(7)	11(5)	-1(5)	4(5)	7(6)
C(8)	26(7)	30(7)	31(7)	-12(5)	-2(5)	-1(5)
C(9)	38(8)	33(7)	21(6)	-7(5)	-2(5)	4(6)
C(10)	26(7)	36(8)	41(8)	-13(6)	-13(6)	-2(6)
C(11)	26(7)	32(7)	32(7)	-3(5)	-6(5)	6(6)
C(12)	33(7)	22(6)	26(6)	-5(5)	-6(5)	6(5)
C(13)	30(7)	28(7)	33(7)	-16(5)	0(5)	0(6)
C(14)	51(9)	46(8)	24(7)	-16(6)	-2(6)	-6(7)
C(15)	38(8)	37(8)	36(8)	-3(6)	-9(6)	-19(6)
O(31)	132(13)	86(10)	23(6)	-12(6)	-13(6)	-56(9)
C(16)	39(8)	24(6)	27(6)	-17(5)	2(5)	-7(6)
C(17)	27(7)	23(6)	39(7)	-15(5)	9(5)	5(5)
C(18)	32(7)	24(6)	32(7)	-13(5)	-2(5)	5(5)
C(19)	28(8)	46(9)	45(8)	-11(7)	17(6)	10(7)
C(20)	16(7)	44(9)	79(11)	-24(8)	-15(7)	0(6)
O(32)	45(7)	66(8)	116(11)	-55(8)	17(7)	-1(6)
C(21)	43(9)	27(7)	58(9)	-22(7)	-12(7)	-5(6)
C(22)	45(10)	51(10)	73(12)	-32(9)	-32(8)	2(8)
C(23)	63(11)	46(9)	35(8)	-20(7)	-10(7)	-2(8)
C(24)	43(9)	53(10)	36(8)	-7(7)	12(6)	-8(8)
Cl(6)	47(2)	37(2)	26(2)	-17(1)	13(1)	-19(2)
O(33)	47(7)	36(6)	54(6)	-22(5)	18(5)	-18(5)
O(34)	111(11)	64(8)	30(6)	-18(5)	13(6)	-32(8)
O(35)	123(13)	105(11)	100(11)	-84(10)	75(9)	-82(10)
O(36)	55(9)	122(13)	90(10)	-29(9)	-8(7)	24(9)

4.6 Thermische Analyse

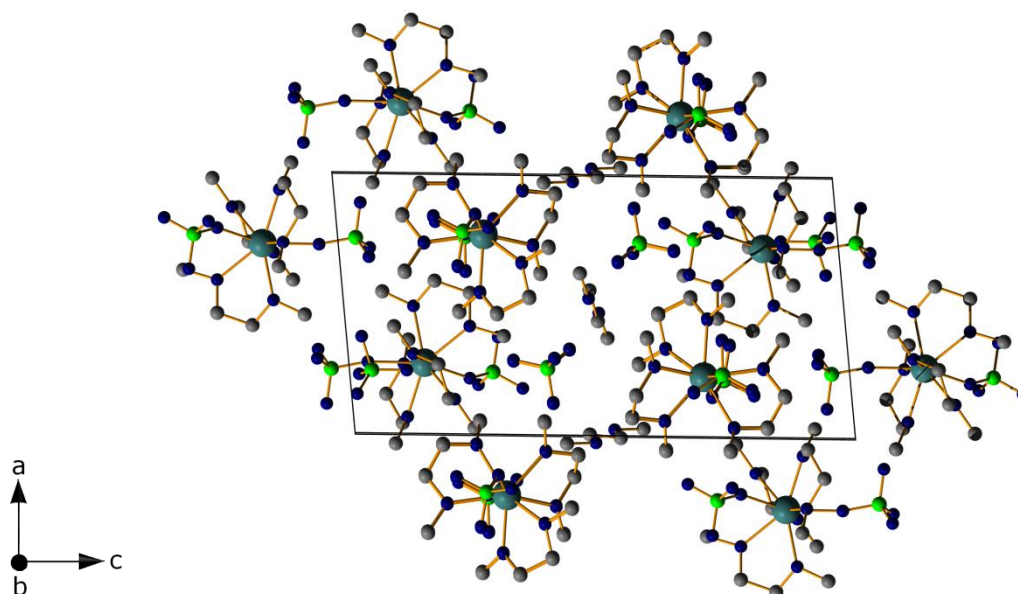
4.7 Pulverdiffraktogramm des Oxidchlorid-Rückstandes EuOCl [36]

5. $[\text{Er}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - ErCIDME

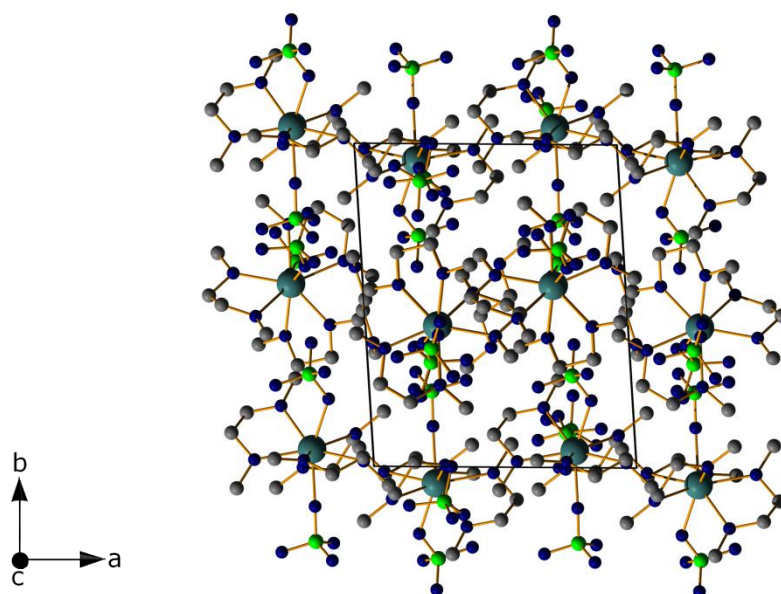
5.1 Diamond Bilder



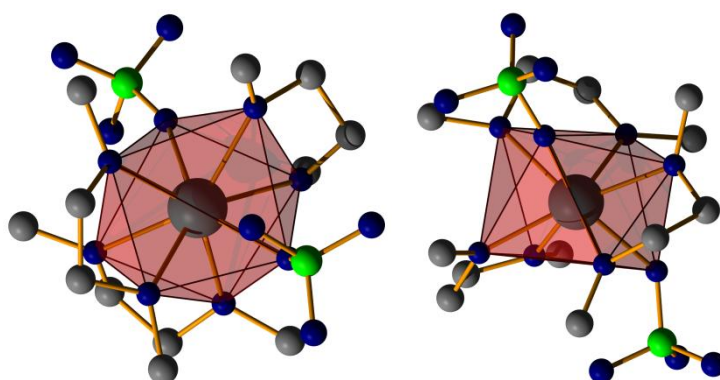
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



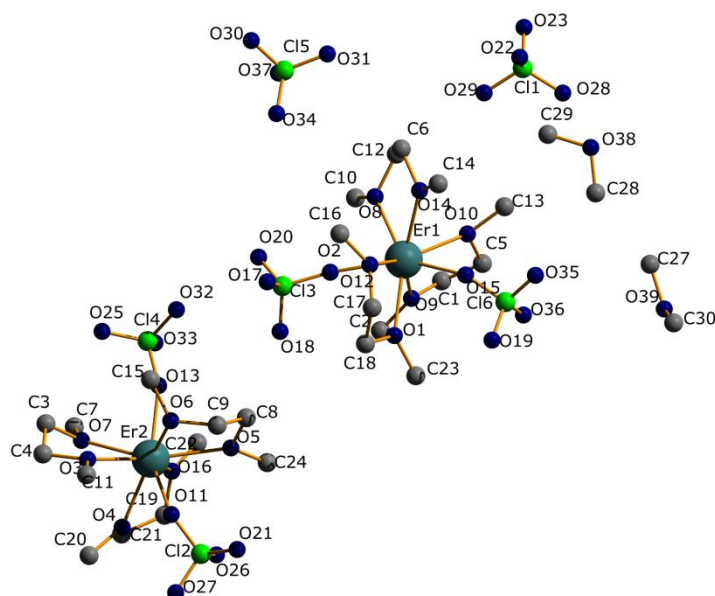
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Verzerrtes quadratisches Antiprisma



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 5.2 Crystal data and structure refinement for ErCIDME

Empirical formula	[Er(ClO ₄) ₂ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₃]ClO ₄ (O ₂ C ₄ H ₁₀) _{0.5}	
Formula weight	780.86	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	triclinic	
Space group	<i>P</i> -1 (No. 2)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1049.28(4) pm	α = 107.325(6)°.
	<i>b</i> = 1351.82(6) pm	β = 94.768(6)°.
	<i>c</i> = 2096.66(12) pm	γ = 92.269(5)°.
Volume	2.8228(2) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.038 mg/m ³	
Absorption coefficient	1.672 mm ⁻¹	
F(000)	980	
Crystal size	0.4 x 0.18 x 0.03 mm ³	
Theta range for data collection	2.43 to 28.26°.	
Index ranges	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -17 ≤ <i>k</i> ≤ 18, -27 ≤ <i>l</i> ≤ 27	
Reflections collected	43302	
Independent reflections	12777 [R(int) = 0.0668]	
Completeness to theta = 28.26°	91.5 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	12777 / 220 / 667	
Goodness-of-fit on F ²	0.809	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0305, wR2 = 0.0626	
R indices (all data)	R1 = 0.0561, wR2 = 0.0657	
Largest diff. peak and hole	1.000 and -1.324 e.Å ⁻³	

5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 5.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ErCIDME U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Er(1)	2746(1)	4367(1)	1513(1)	17(1)
Er(2)	2313(1)	9486(1)	7077(1)	17(1)
Cl(1)	2598(1)	8921(1)	3969(1)	28(1)
Cl(2)	2232(1)	7155(1)	7474(1)	29(1)
Cl(3)	2488(1)	3675(1)	9639(1)	24(1)
Cl(4)	2379(1)	2340(1)	7457(1)	29(1)
Cl(5)	2430(1)	8854(1)	448(1)	34(1)
Cl(6)	2427(1)	3234(1)	2870(1)	36(1)
O(1)	2707(3)	2526(2)	1099(2)	28(1)
O(2)	2763(4)	4080(2)	383(2)	32(1)
O(3)	612(3)	8991(2)	6217(2)	24(1)
O(4)	3392(3)	8147(2)	6363(2)	30(1)
O(5)	2650(4)	9828(3)	8283(2)	30(1)
O(6)	372(3)	9840(2)	7592(2)	24(1)
O(7)	2704(3)	51(2)	6107(2)	27(1)
O(8)	3083(3)	5986(2)	1305(2)	26(1)
O(9)	4924(3)	4056(2)	1394(2)	25(1)
O(10)	4165(3)	5383(2)	2485(2)	27(1)
O(11)	1564(3)	7921(2)	7209(2)	26(1)
O(12)	678(3)	3653(2)	1080(2)	31(1)
O(13)	2331(4)	1253(2)	7459(2)	32(1)
O(14)	1354(3)	5630(2)	2055(2)	28(1)
O(15)	2174(4)	3822(3)	2392(2)	38(1)
O(16)	4531(3)	9818(2)	7251(2)	29(1)
O(17)	1145(4)	3394(3)	9485(2)	42(1)
O(18)	3226(4)	2795(3)	9409(2)	43(1)
O(19)	1939(5)	2179(3)	2554(3)	54(1)
O(20)	2864(4)	4485(3)	9377(2)	40(1)
O(21)	1651(5)	7091(4)	8048(3)	65(1)
O(22)	1259(4)	8797(4)	4019(2)	54(1)
O(23)	2955(5)	6(3)	4121(2)	54(1)
O(24)	3552(4)	7511(3)	7646(2)	49(1)

O(25)	1708(5)	2388(3)	6849(2)	56(1)
O(26)	2097(5)	6188(3)	6967(3)	64(1)
O(27)	3320(4)	8521(3)	4438(2)	55(1)
C(1)	5895(5)	4752(3)	1861(3)	25(1)
O(28)	2870(5)	8409(3)	3298(2)	60(1)
C(2)	5470(5)	3436(4)	796(3)	28(1)
C(3)	1562(5)	132(3)	5693(2)	25(1)
C(4)	730(5)	9163(4)	5572(2)	29(1)
C(5)	5440(5)	5035(3)	2545(2)	25(1)
C(6)	1368(5)	6639(3)	1936(3)	33(1)
C(7)	3776(5)	685(4)	6007(3)	30(1)
C(8)	1594(6)	250(4)	8665(3)	35(1)
O(29)	1499(6)	9316(3)	114(3)	74(2)
C(9)	384(5)	9726(4)	8260(3)	29(1)
O(30)	2428(5)	9247(4)	1148(2)	74(2)
C(10)	4123(5)	6260(3)	969(3)	30(1)
C(11)	9491(5)	8299(4)	6190(3)	31(1)
C(12)	2680(5)	6893(3)	1790(3)	30(1)
C(13)	3796(6)	5927(4)	3148(3)	41(1)
C(14)	263(6)	5475(4)	2401(3)	44(1)
C(15)	9473(5)	575(4)	7481(3)	38(1)
O(31)	1798(5)	2925(3)	8020(2)	58(1)
O(32)	3705(5)	2677(3)	7503(3)	63(1)
C(16)	9640(5)	4107(4)	795(3)	34(1)
O(33)	2273(6)	7774(3)	190(3)	90(2)
C(17)	438(5)	2549(3)	969(3)	41(1)
C(18)	1552(5)	2000(3)	692(3)	38(1)
C(19)	5347(5)	8991(4)	6948(3)	41(1)
C(20)	2788(7)	7297(4)	5898(3)	45(1)
C(21)	4715(6)	8364(4)	6275(3)	40(1)
C(22)	5275(6)	710(4)	7699(3)	44(1)
O(34)	1808(7)	3696(4)	3435(3)	84(2)
C(23)	3642(5)	1823(3)	1231(3)	36(1)
C(24)	3763(6)	9787(5)	8720(3)	46(1)
O(35)	3771(5)	3305(4)	3032(4)	101(2)
O(36)	3708(7)	9164(6)	304(4)	103(2)
O(37)	9738(7)	6174(4)	4802(3)	88(2)

O(38)	4736(7)	3704(4)	5089(3)	80(2)
C(25)	4411(9)	4691(6)	5057(5)	83(3)
C(26)	59(10)	5171(6)	4695(4)	79(3)
C(27)	9690(13)	6485(7)	4219(5)	113(4)
C(28)	3771(12)	3091(7)	5218(6)	111(4)

5.4 Bindungslängen und -winkel

Table 5.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for ErCIDME

Er(1)-O(2)	228.5(3)
Er(1)-O(15)	229.4(3)
Er(1)-O(12)	233.4(3)
Er(1)-O(9)	235.9(3)
Er(1)-O(8)	237.4(3)
Er(1)-O(1)	237.7(3)
Er(1)-O(14)	237.9(3)
Er(1)-O(10)	243.4(3)
Er(2)-O(13)	228.2(3)
Er(2)-O(11)	232.9(3)
Er(2)-O(16)	233.0(3)
Er(2)-O(3)	235.2(3)
Er(2)-O(4)	237.2(3)
Er(2)-O(6)	238.2(3)
Er(2)-O(5)	242.5(3)
Er(2)-O(7)	243.5(3)
Cl(1)-O(22)	142.4(5)
Cl(1)-O(28)	142.8(4)
Cl(1)-O(23)	143.2(4)
Cl(1)-O(27)	143.6(4)
Cl(2)-O(26)	141.1(4)
Cl(2)-O(21)	141.8(5)
Cl(2)-O(24)	142.9(4)
Cl(2)-O(11)	148.5(3)
Cl(3)-O(20)	142.1(3)
Cl(3)-O(18)	142.8(3)
Cl(3)-O(17)	143.0(4)

Cl(3)-O(2)	148.9(4)
Cl(4)-O(31)	141.1(4)
Cl(4)-O(25)	142.4(4)
Cl(4)-O(32)	143.3(5)
Cl(4)-O(13)	147.0(3)
Cl(5)-O(33)	139.6(4)
Cl(5)-O(30)	140.5(5)
Cl(5)-O(29)	142.5(4)
Cl(5)-O(36)	147.1(7)
Cl(6)-O(34)	139.2(5)
Cl(6)-O(35)	141.5(5)
Cl(6)-O(19)	143.4(4)
Cl(6)-O(15)	146.6(3)
O(1)-C(18)	145.0(6)
O(1)-C(23)	145.8(5)
O(3)-C(4)	145.5(6)
O(3)-C(11)	146.0(6)
O(4)-C(20)	145.9(7)
O(4)-C(21)	144.6(7)
O(5)-C(24)	143.6(6)
O(5)-C(8)	145.7(6)
O(6)-C(15)	145.1(5)
O(6)-C(9)	145.2(6)
O(7)-C(3)	144.8(6)
O(7)-C(7)	145.3(6)
O(8)-C(10)	144.2(6)
O(8)-C(12)	144.3(6)
O(9)-C(1)	144.7(6)
O(9)-C(2)	146.0(6)
O(10)-C(5)	144.4(6)
O(10)-C(13)	145.8(6)
O(12)-C(16)	144.3(5)
O(12)-C(17)	144.9(5)
O(14)-C(14)	144.6(7)
O(14)-C(6)	145.7(5)
O(16)-C(22)	144.1(6)
O(16)-C(19)	145.9(6)

C(1)-C(5)	149.4(7)
C(3)-C(4)	148.9(7)
C(6)-C(12)	148.4(8)
C(8)-C(9)	149.2(8)
C(17)-C(18)	147.6(8)
C(19)-C(21)	149.6(9)
O(37)-C(26)	136.7(8)
O(37)-C(27)	140.4(9)
O(38)-C(28)	137.7(12)
O(38)-C(25)	141.0(8)
C(25)-C(25)#1	153.9(18)
C(26)-C(26)#2	149.7(16)

O(2)-Er(1)-O(15)	149.78(13)
O(2)-Er(1)-O(12)	76.54(14)
O(15)-Er(1)-O(12)	80.62(14)
O(2)-Er(1)-O(9)	79.83(13)
O(15)-Er(1)-O(9)	107.75(13)
O(12)-Er(1)-O(9)	141.90(11)
O(2)-Er(1)-O(8)	71.12(11)
O(15)-Er(1)-O(8)	136.30(12)
O(12)-Er(1)-O(8)	109.69(11)
O(9)-Er(1)-O(8)	89.99(11)
O(2)-Er(1)-O(1)	77.71(12)
O(15)-Er(1)-O(1)	75.79(13)
O(12)-Er(1)-O(1)	69.10(11)
O(9)-Er(1)-O(1)	76.97(11)
O(8)-Er(1)-O(1)	147.91(12)
O(2)-Er(1)-O(14)	115.71(12)
O(15)-Er(1)-O(14)	76.15(12)
O(12)-Er(1)-O(14)	74.71(12)
O(9)-Er(1)-O(14)	143.18(11)
O(8)-Er(1)-O(14)	66.81(12)
O(1)-Er(1)-O(14)	137.01(12)
O(2)-Er(1)-O(10)	133.38(13)
O(15)-Er(1)-O(10)	74.45(13)
O(12)-Er(1)-O(10)	147.51(13)

O(9)-Er(1)-O(10)	67.30(11)
O(8)-Er(1)-O(10)	76.58(11)
O(1)-Er(1)-O(10)	122.62(10)
O(14)-Er(1)-O(10)	79.30(11)
O(13)-Er(2)-O(11)	146.17(13)
O(13)-Er(2)-O(16)	82.79(12)
O(11)-Er(2)-O(16)	115.14(11)
O(13)-Er(2)-O(3)	104.52(11)
O(11)-Er(2)-O(3)	79.57(11)
O(16)-Er(2)-O(3)	141.68(12)
O(13)-Er(2)-O(4)	140.62(13)
O(11)-Er(2)-O(4)	72.65(12)
O(16)-Er(2)-O(4)	67.95(12)
O(3)-Er(2)-O(4)	85.18(12)
O(13)-Er(2)-O(6)	74.92(12)
O(11)-Er(2)-O(6)	74.46(10)
O(16)-Er(2)-O(6)	143.82(12)
O(3)-Er(2)-O(6)	72.64(12)
O(4)-Er(2)-O(6)	143.03(11)
O(13)-Er(2)-O(5)	77.80(12)
O(11)-Er(2)-O(5)	77.75(12)
O(16)-Er(2)-O(5)	79.64(13)
O(3)-Er(2)-O(5)	138.60(12)
O(4)-Er(2)-O(5)	119.62(11)
O(6)-Er(2)-O(5)	68.14(12)
O(13)-Er(2)-O(7)	75.34(12)
O(11)-Er(2)-O(7)	133.88(12)
O(16)-Er(2)-O(7)	79.33(11)
O(3)-Er(2)-O(7)	66.86(11)
O(4)-Er(2)-O(7)	73.84(11)
O(6)-Er(2)-O(7)	120.57(10)
O(5)-Er(2)-O(7)	147.61(12)
O(22)-Cl(1)-O(28)	109.7(3)
O(22)-Cl(1)-O(23)	108.6(3)
O(28)-Cl(1)-O(23)	108.5(3)
O(22)-Cl(1)-O(27)	110.6(3)
O(28)-Cl(1)-O(27)	110.7(3)

O(23)-Cl(1)-O(27)	108.7(3)
O(26)-Cl(2)-O(21)	110.8(3)
O(26)-Cl(2)-O(24)	110.8(3)
O(21)-Cl(2)-O(24)	110.7(3)
O(26)-Cl(2)-O(11)	108.1(2)
O(21)-Cl(2)-O(11)	108.1(2)
O(24)-Cl(2)-O(11)	108.3(2)
O(20)-Cl(3)-O(18)	111.2(3)
O(20)-Cl(3)-O(17)	111.3(2)
O(18)-Cl(3)-O(17)	111.4(2)
O(20)-Cl(3)-O(2)	107.0(2)
O(18)-Cl(3)-O(2)	107.6(2)
O(17)-Cl(3)-O(2)	108.2(2)
O(31)-Cl(4)-O(25)	110.9(3)
O(31)-Cl(4)-O(32)	110.9(3)
O(25)-Cl(4)-O(32)	111.3(3)
O(31)-Cl(4)-O(13)	107.9(3)
O(25)-Cl(4)-O(13)	108.7(2)
O(32)-Cl(4)-O(13)	107.0(2)
O(33)-Cl(5)-O(30)	114.8(4)
O(33)-Cl(5)-O(29)	110.0(3)
O(30)-Cl(5)-O(29)	111.0(3)
O(33)-Cl(5)-O(36)	106.9(4)
O(30)-Cl(5)-O(36)	105.4(4)
O(29)-Cl(5)-O(36)	108.3(4)
O(34)-Cl(6)-O(35)	110.9(5)
O(34)-Cl(6)-O(19)	111.3(3)
O(35)-Cl(6)-O(19)	111.6(3)
O(34)-Cl(6)-O(15)	107.5(3)
O(35)-Cl(6)-O(15)	107.1(3)
O(19)-Cl(6)-O(15)	108.3(3)
C(18)-O(1)-C(23)	113.8(3)
C(18)-O(1)-Er(1)	116.4(2)
C(23)-O(1)-Er(1)	129.7(3)
Cl(3)-O(2)-Er(1)	164.2(2)
C(4)-O(3)-C(11)	111.4(4)
C(4)-O(3)-Er(2)	120.9(3)

C(11)-O(3)-Er(2)	126.3(3)
C(20)-O(4)-C(21)	111.1(4)
C(20)-O(4)-Er(2)	125.8(3)
C(21)-O(4)-Er(2)	118.3(3)
C(24)-O(5)-C(8)	111.2(4)
C(24)-O(5)-Er(2)	131.9(4)
C(8)-O(5)-Er(2)	116.6(3)
C(15)-O(6)-C(9)	112.7(4)
C(15)-O(6)-Er(2)	125.4(3)
C(9)-O(6)-Er(2)	115.4(3)
C(3)-O(7)-C(7)	110.8(3)
C(3)-O(7)-Er(2)	114.9(3)
C(7)-O(7)-Er(2)	129.6(3)
C(10)-O(8)-C(12)	110.9(3)
C(10)-O(8)-Er(1)	125.2(2)
C(12)-O(8)-Er(1)	117.2(3)
C(1)-O(9)-C(2)	111.2(4)
C(1)-O(9)-Er(1)	118.9(3)
C(2)-O(9)-Er(1)	127.3(3)
C(5)-O(10)-C(13)	109.9(4)
C(5)-O(10)-Er(1)	116.2(2)
C(13)-O(10)-Er(1)	126.8(3)
Cl(2)-O(11)-Er(2)	131.1(2)
C(16)-O(12)-C(17)	113.0(4)
C(16)-O(12)-Er(1)	129.2(3)
C(17)-O(12)-Er(1)	116.9(3)
Cl(4)-O(13)-Er(2)	160.0(2)
C(14)-O(14)-C(6)	111.1(3)
C(14)-O(14)-Er(1)	127.7(3)
C(6)-O(14)-Er(1)	120.0(3)
Cl(6)-O(15)-Er(1)	150.4(3)
C(22)-O(16)-C(19)	111.4(4)
C(22)-O(16)-Er(2)	129.0(3)
C(19)-O(16)-Er(2)	119.1(3)
O(9)-C(1)-C(5)	108.5(4)
O(7)-C(3)-C(4)	107.4(3)
O(3)-C(4)-C(3)	107.8(4)

O(10)-C(5)-C(1)	107.1(4)
O(14)-C(6)-C(12)	108.1(3)
O(5)-C(8)-C(9)	107.1(4)
O(6)-C(9)-C(8)	108.8(4)
O(8)-C(12)-C(6)	107.7(4)
O(12)-C(17)-C(18)	109.4(5)
O(1)-C(18)-C(17)	108.7(4)
O(16)-C(19)-C(21)	109.0(4)
O(4)-C(21)-C(19)	106.8(5)
C(26)-O(37)-C(27)	113.1(6)
C(28)-O(38)-C(25)	116.2(7)
O(38)-C(25)-C(25)#1	110.7(8)
O(37)-C(26)-C(26)#2	111.3(8)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,-y+1,-z+1 #2 -x,-y+1,-z+1

5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

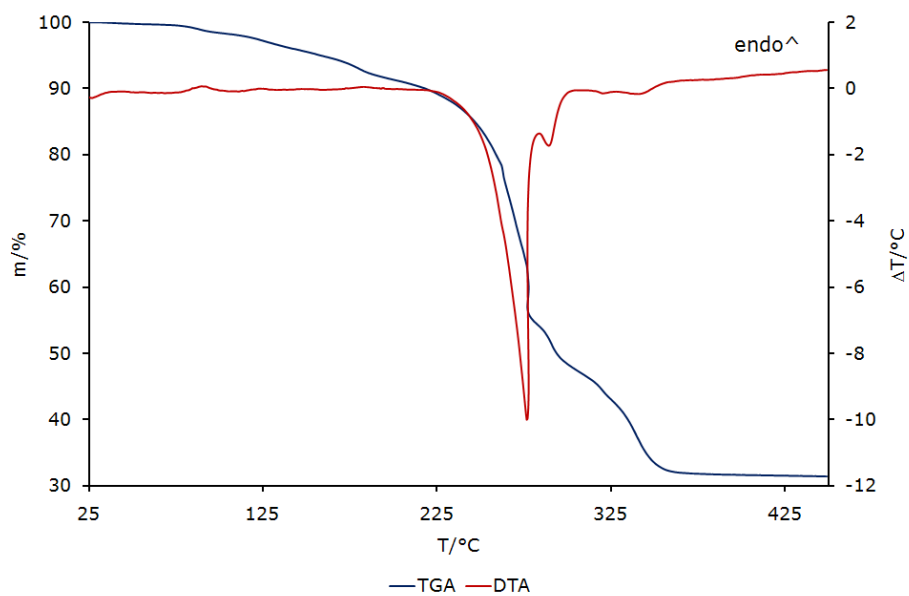
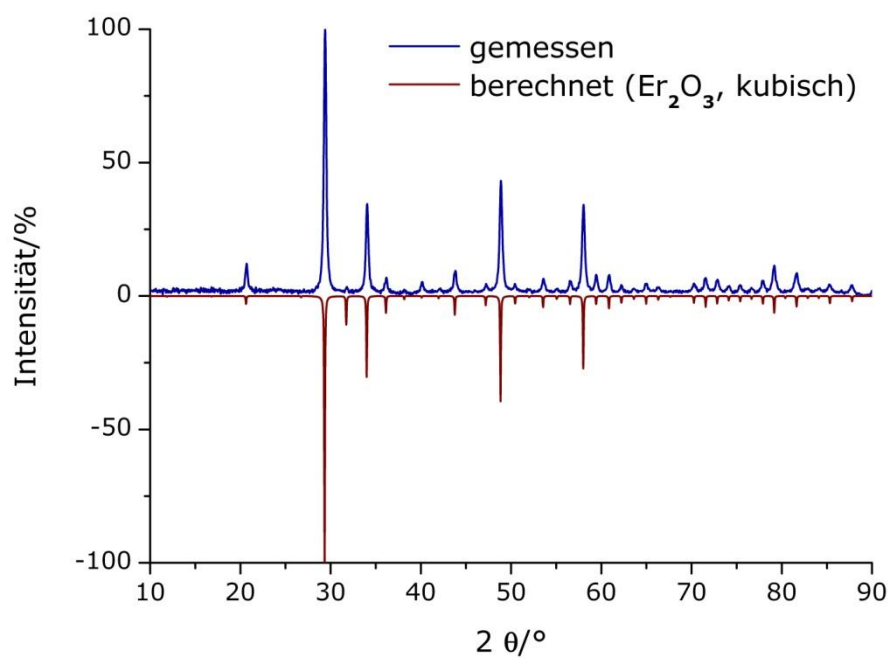
Table 5.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ErClDME the anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Er(1)	18(1)	13(1)	20(1)	5(1)	2(1)	2(1)
Er(2)	17(1)	16(1)	19(1)	8(1)	1(1)	2(1)
Cl(1)	26(1)	33(1)	25(1)	10(1)	6(1)	6(1)
Cl(2)	30(1)	23(1)	39(1)	18(1)	4(1)	6(1)
Cl(3)	28(1)	23(1)	20(1)	6(1)	2(1)	-2(1)
Cl(4)	42(1)	15(1)	29(1)	5(1)	0(1)	4(1)
Cl(5)	41(1)	24(1)	33(1)	5(1)	-9(1)	2(1)
Cl(6)	38(1)	34(1)	48(1)	29(1)	13(1)	7(1)
O(1)	26(1)	14(1)	42(2)	7(1)	-2(1)	3(1)
O(2)	44(2)	31(1)	19(1)	6(1)	-2(1)	-4(1)
O(3)	22(1)	29(1)	23(1)	11(1)	-1(1)	-3(1)
O(4)	31(1)	25(1)	34(1)	8(1)	12(1)	9(1)
O(5)	31(1)	39(1)	21(1)	12(1)	-1(1)	5(1)

O(6)	24(1)	25(1)	26(1)	12(1)	6(1)	9(1)
O(7)	25(1)	34(1)	28(1)	20(1)	0(1)	-3(1)
O(8)	33(2)	16(1)	32(1)	12(1)	5(1)	2(1)
O(9)	21(1)	17(1)	33(1)	1(1)	2(1)	4(1)
O(10)	29(1)	23(1)	23(1)	0(1)	-4(1)	7(1)
O(11)	26(1)	19(1)	39(2)	17(1)	7(1)	4(1)
O(12)	20(1)	21(1)	50(2)	11(1)	-4(1)	0(1)
O(13)	40(2)	16(1)	40(1)	8(1)	5(1)	0(1)
O(14)	22(1)	20(1)	43(2)	7(1)	9(1)	6(1)
O(15)	57(2)	32(1)	33(1)	20(1)	12(1)	1(1)
O(16)	19(1)	37(1)	36(2)	19(1)	-2(1)	-1(1)
O(17)	30(1)	57(2)	35(2)	9(2)	-3(1)	-10(1)
O(18)	54(2)	31(1)	38(2)	2(1)	2(2)	13(2)
O(19)	59(3)	31(1)	85(3)	29(1)	27(2)	3(1)
O(20)	57(2)	33(1)	32(2)	17(2)	6(2)	-7(1)
O(21)	65(3)	87(3)	76(2)	67(2)	31(2)	26(3)
O(22)	27(1)	87(3)	55(3)	34(2)	6(2)	-1(2)
O(23)	67(3)	35(1)	57(3)	13(1)	1(2)	-5(2)
O(24)	30(1)	55(2)	68(3)	31(2)	-6(2)	2(1)
O(25)	88(3)	46(2)	34(2)	13(2)	-7(2)	25(2)
O(26)	86(3)	19(1)	78(2)	8(1)	-17(2)	12(2)
O(27)	49(2)	68(2)	59(2)	35(2)	-4(2)	16(2)
C(1)	19(1)	26(2)	32(2)	14(1)	-2(1)	-2(1)
O(28)	76(3)	64(2)	37(1)	2(2)	23(2)	24(2)
C(2)	23(2)	30(2)	33(2)	9(1)	10(2)	8(2)
C(3)	30(2)	29(2)	20(2)	13(2)	1(2)	3(1)
C(4)	31(2)	35(2)	20(2)	11(2)	-4(1)	-3(1)
C(5)	24(2)	22(2)	29(1)	10(1)	-5(1)	-1(1)
C(6)	34(2)	19(2)	47(3)	8(2)	5(2)	12(1)
C(7)	30(2)	32(2)	33(3)	19(2)	7(2)	-3(2)
C(8)	47(2)	38(2)	19(1)	6(2)	7(1)	10(2)
O(29)	103(3)	36(2)	73(3)	16(2)	-47(3)	10(2)
C(9)	34(2)	31(2)	31(2)	17(2)	15(1)	8(2)
O(30)	71(4)	109(3)	34(1)	11(2)	-1(2)	27(3)
C(10)	41(3)	25(2)	30(3)	15(2)	6(2)	-1(2)
C(11)	25(2)	34(2)	33(3)	12(2)	-5(2)	-9(2)
C(12)	41(2)	16(1)	34(2)	9(2)	5(2)	4(2)

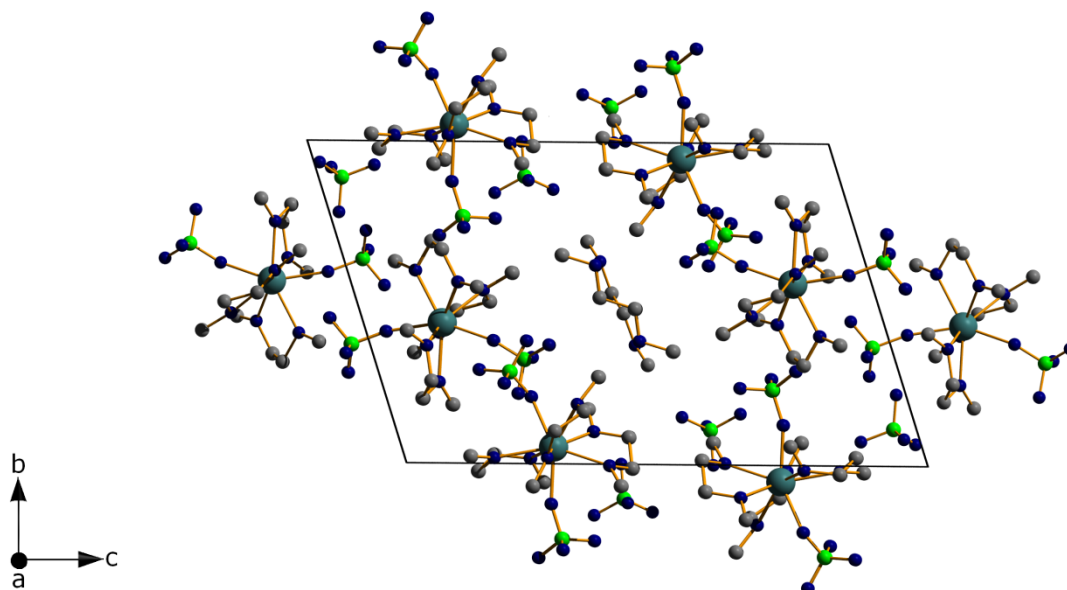
C(13)	45(3)	46(3)	21(2)	-3(2)	-6(1)	18(3)
C(14)	37(3)	42(3)	57(4)	16(3)	27(2)	15(2)
C(15)	30(3)	46(3)	45(3)	22(2)	9(2)	23(2)
O(31)	82(3)	49(2)	36(2)	-3(2)	4(2)	41(2)
O(32)	51(1)	34(2)	104(4)	27(2)	2(2)	-14(1)
C(16)	19(2)	37(2)	47(3)	14(2)	-3(2)	4(2)
O(33)	99(4)	25(1)	121(4)	4(2)	-58(3)	8(2)
C(17)	25(1)	23(1)	71(4)	14(2)	-3(2)	-7(1)
C(18)	34(2)	16(1)	57(4)	4(2)	-6(2)	-4(1)
C(19)	18(1)	48(2)	68(3)	32(2)	9(2)	8(1)
C(20)	61(3)	27(2)	41(3)	-2(1)	11(2)	10(2)
C(21)	36(2)	36(2)	57(3)	21(2)	27(2)	16(1)
C(22)	26(2)	48(2)	59(4)	24(2)	-15(2)	-13(2)
O(34)	139(4)	75(2)	42(2)	17(2)	49(3)	-17(3)
C(23)	33(3)	22(1)	60(4)	21(2)	10(2)	12(2)
C(24)	42(3)	72(4)	27(2)	21(3)	-9(2)	7(3)
O(35)	44(1)	71(3)	210(7)	87(4)	-25(2)	-1(2)
O(36)	68(2)	141(5)	92(5)	24(4)	22(3)	-28(3)
O(37)	173(7)	48(2)	41(3)	12(2)	10(4)	4(3)
O(38)	114(5)	59(3)	72(4)	18(3)	31(4)	29(3)
C(25)	102(8)	73(4)	79(6)	25(4)	14(6)	40(4)
C(26)	122(8)	59(3)	48(5)	4(3)	-4(5)	16(4)
C(27)	216(14)	71(5)	53(5)	29(4)	-2(7)	-34(6)
C(28)	123(9)	79(5)	121(10)	14(5)	20(7)	-6(5)

5.6 Thermische Analyse

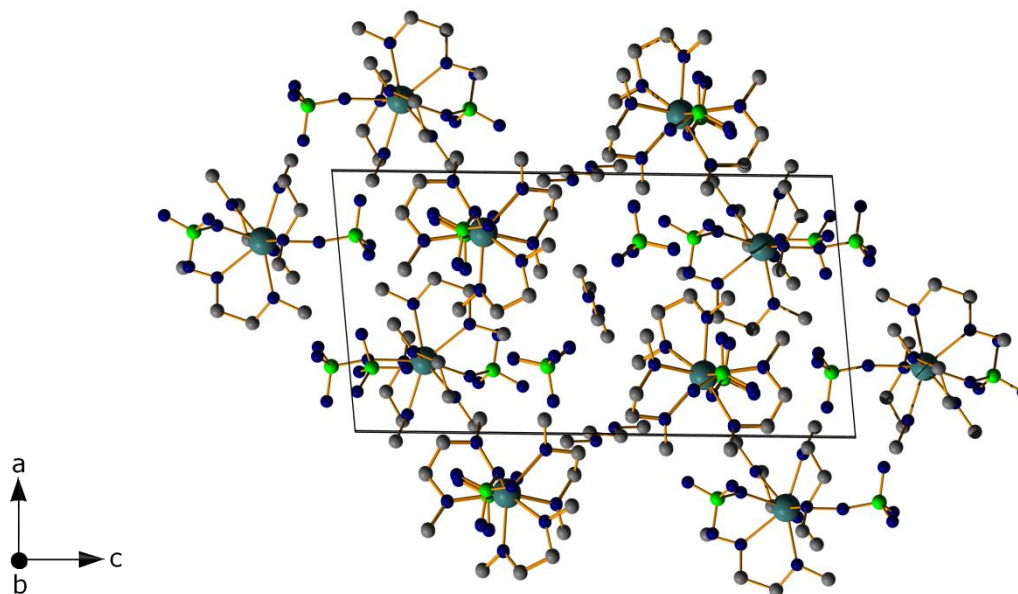
5.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Er_2O_3 [37]

6. $[\text{Lu}(\text{ClO}_4)_2(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_3]\text{ClO}_4(\text{O}_2\text{C}_4\text{H}_{10})_{0.5}$ - LuCIDME

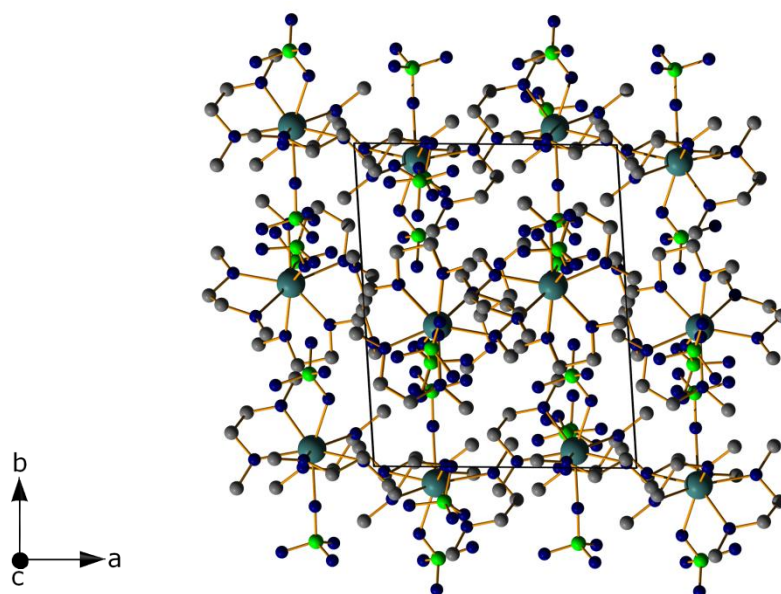
6.1 Diamond Bilder



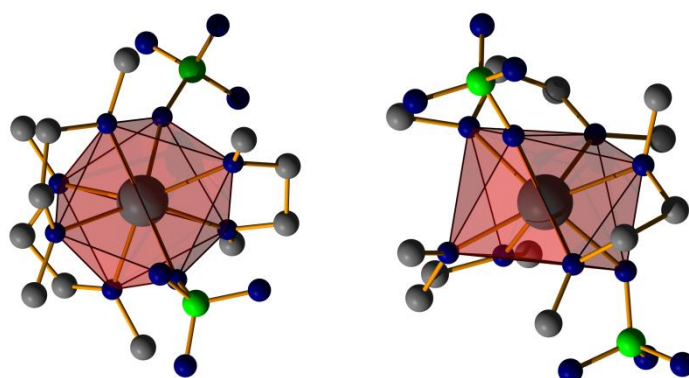
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



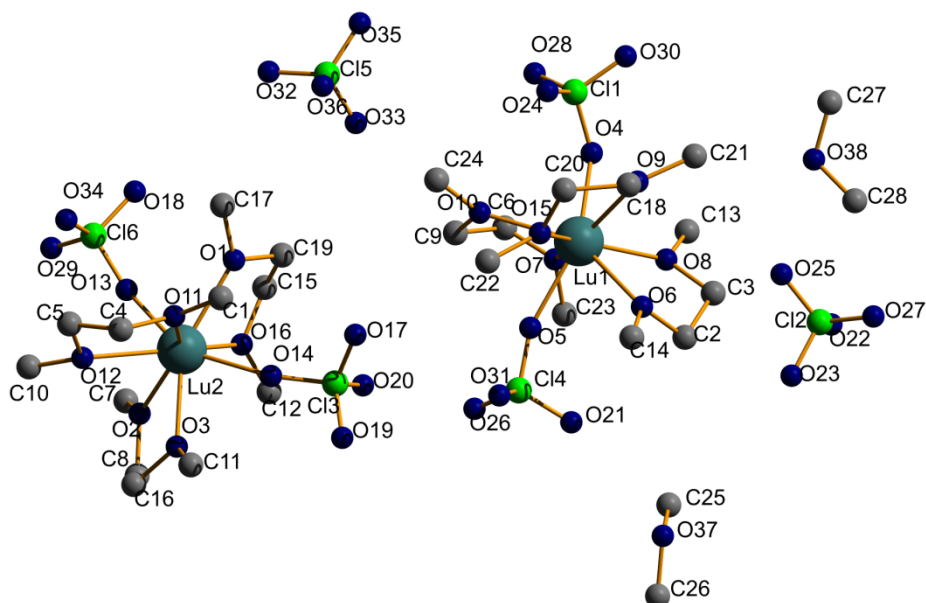
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Verzerrtes quadratisches Antiprisma



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

6.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 6.2 Crystal data and structure refinement for LuCIDME:

Empirical formula	[Lu(ClO ₄) ₂ (O ₂ C ₄ H ₁₀) ₃]ClO ₄ (O ₂ C ₄ H ₁₀) _{0.5}	
Formula weight	788.74	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	triclinic	
Space group	<i>P</i> -1 (No. 2)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1044.13(5) pm	α = 107.202(7)°
	<i>b</i> = 1347.67(6) pm	β = 94.991(7)°
	<i>c</i> = 2088.12(14) pm	γ = 92.097(6)°
Volume	2.7902(3) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.878 Mg/m ³	
Absorption coefficient	3.904 mm ⁻¹	
F(000)	1572	
Crystal size	0.5 x 0.2 x 0.07 mm ³	
Theta range for data collection	2.60 to 28.24°.	
Index ranges	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -17 ≤ <i>k</i> ≤ 17, -27 ≤ <i>l</i> ≤ 27	
Reflections collected	42596	
Independent reflections	12605 [R(int) = 0.0709]	
Completeness to theta = 28.24°	91.5 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	12605 / 220 / 667	
Goodness-of-fit on F ²	0.941	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0276, wR2 = 0.0539	
R indices (all data)	R1 = 0.0508, wR2 = 0.0559	
Largest diff. peak and hole	1.052 and -1.131 e.Å ⁻³	

6.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 6.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LuCIDME: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Lu(1)	2709(1)	10492(1)	2919(1)	15(1)
Lu(2)	2244(1)	5638(1)	8485(1)	15(1)
Cl(1)	2777(1)	2831(1)	2522(1)	27(1)
Cl(2)	2365(1)	1064(1)	6024(1)	26(1)
Cl(3)	2520(1)	6317(1)	354(1)	23(1)
Cl(4)	2666(1)	7655(1)	2541(1)	27(1)
Cl(5)	2562(1)	1156(1)	9555(1)	33(1)
Cl(6)	2553(1)	6778(1)	7131(1)	32(1)
O(1)	2260(3)	7467(3)	8905(2)	26(1)
O(2)	3611(3)	4394(3)	7937(2)	26(1)
O(3)	1901(3)	4033(3)	8689(2)	23(1)
O(4)	3411(3)	2046(3)	2778(2)	24(1)
O(5)	2710(3)	8741(3)	2533(2)	30(1)
O(6)	2312(3)	9917(3)	3874(2)	25(1)
O(7)	4632(3)	165(3)	2409(2)	22(1)
O(8)	4386(3)	1012(3)	3774(2)	23(1)
O(9)	1642(3)	1816(3)	3631(2)	28(1)
O(10)	2350(3)	146(3)	1720(2)	29(1)
O(11)	92(3)	5945(2)	8612(2)	23(1)
O(12)	836(3)	4624(3)	7508(2)	26(1)
O(13)	2774(3)	6195(3)	7618(2)	35(1)
O(14)	2236(3)	5915(3)	9611(2)	30(1)
O(15)	528(3)	10152(3)	2734(2)	27(1)
O(16)	4300(3)	6343(3)	8907(2)	30(1)
O(17)	1773(3)	7191(3)	588(2)	38(1)
O(18)	3040(4)	7838(3)	7468(2)	51(1)
O(19)	2159(3)	5485(3)	610(2)	37(1)
O(20)	3858(3)	6607(3)	506(2)	41(1)
O(21)	3342(4)	7609(3)	3149(2)	53(1)
O(22)	3707(3)	1220(4)	5985(2)	52(1)
O(23)	2043(4)	9971(3)	5853(2)	51(1)

O(24)	1438(3)	2535(4)	2379(2)	47(1)
O(25)	1647(4)	1471(4)	5559(2)	52(1)
O(26)	3233(4)	7059(4)	1977(2)	53(1)
C(1)	9537(4)	6556(4)	9203(3)	29(1)
O(27)	2057(4)	1550(4)	6694(2)	54(1)
C(2)	3451(4)	9853(4)	4299(2)	24(1)
C(3)	4277(4)	836(4)	4425(2)	27(1)
C(4)	9113(4)	5245(4)	8138(2)	25(1)
C(5)	9561(4)	4964(4)	7453(2)	24(1)
C(6)	4612(4)	271(4)	1742(2)	28(1)
C(7)	4712(4)	4574(5)	7594(3)	37(1)
C(8)	3615(4)	3392(4)	8047(3)	31(1)
C(9)	3394(5)	9714(5)	1332(2)	34(1)
C(10)	1204(5)	4089(5)	6839(3)	38(1)
C(11)	871(4)	3774(4)	9039(2)	28(1)
O(28)	3323(4)	2857(4)	1928(2)	62(1)
O(29)	3200(5)	6303(4)	6567(2)	70(1)
O(30)	2998(5)	3815(3)	3022(3)	62(1)
O(31)	1345(4)	7322(3)	2502(3)	60(1)
C(12)	5333(4)	5884(4)	9199(3)	32(1)
C(13)	5496(4)	1708(4)	3807(3)	31(1)
C(14)	1251(4)	9270(4)	3967(3)	31(1)
C(15)	4530(4)	7444(4)	9021(3)	36(1)
C(16)	2295(5)	3125(4)	8207(3)	29(1)
O(32)	2579(4)	751(5)	8852(2)	70(2)
C(17)	1354(4)	8178(4)	8768(3)	34(1)
O(33)	3493(5)	688(4)	9882(3)	71(2)
C(18)	313(4)	1595(5)	3716(3)	35(1)
C(19)	3423(4)	8008(4)	9307(3)	34(1)
C(20)	9675(4)	961(5)	3044(3)	37(1)
C(21)	2203(5)	2709(4)	4177(3)	42(1)
O(34)	1213(4)	6717(4)	6955(3)	87(2)
O(35)	2730(5)	2243(4)	9810(3)	89(2)
C(22)	9793(5)	9244(5)	2273(3)	43(1)
O(36)	1300(5)	850(6)	9700(3)	97(2)
O(37)	230(5)	6285(4)	4923(3)	72(1)
C(23)	5543(4)	9436(5)	2522(3)	35(1)

C(24)	1276(5)	246(6)	1279(3)	46(2)
C(25)	1195(9)	6896(7)	4793(4)	84(2)
C(26)	548(6)	5314(6)	4952(4)	68(2)
O(38)	5302(6)	3825(4)	5187(2)	83(2)
C(27)	4939(9)	4825(7)	5298(4)	82(3)
C(28)	5340(12)	3490(8)	5762(4)	110(4)

6.4 Bindungslängen und -winkel

Table 6.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for LuCIDME:

Lu(1)-O(5)	225.7(3)
Lu(1)-O(15)	228.3(3)
Lu(1)-O(4)	230.2(3)
Lu(1)-O(8)	231.7(3)
Lu(1)-O(9)	234.5(3)
Lu(1)-O(7)	234.9(3)
Lu(1)-O(10)	240.0(3)
Lu(1)-O(6)	240.5(3)
Lu(2)-O(13)	225.7(3)
Lu(2)-O(14)	227.0(3)
Lu(2)-O(16)	230.5(3)
Lu(2)-O(11)	232.3(3)
Lu(2)-O(2)	234.1(3)
Lu(2)-O(3)	234.6(3)
Lu(2)-O(1)	235.8(3)
Lu(2)-O(12)	242.3(3)
Cl(1)-O(28)	142.0(4)
Cl(1)-O(30)	142.0(5)
Cl(1)-O(24)	142.1(3)
Cl(1)-O(4)	147.2(3)
Cl(2)-O(22)	142.3(4)
Cl(2)-O(25)	142.4(4)
Cl(2)-O(27)	142.8(4)
Cl(2)-O(23)	142.8(4)
Cl(3)-O(20)	141.9(3)
Cl(3)-O(17)	142.3(4)

Cl(3)-O(19)	143.1(4)
Cl(3)-O(14)	148.3(3)
Cl(4)-O(26)	140.8(4)
Cl(4)-O(21)	141.5(4)
Cl(4)-O(31)	142.3(4)
Cl(4)-O(5)	146.8(4)
Cl(5)-O(35)	140.0(5)
Cl(5)-O(32)	140.9(5)
Cl(5)-O(33)	141.3(4)
Cl(5)-O(36)	145.0(5)
Cl(6)-O(29)	140.5(5)
Cl(6)-O(34)	140.9(4)
Cl(6)-O(18)	144.1(4)
Cl(6)-O(13)	146.6(4)
O(1)-C(17)	144.2(6)
O(1)-C(19)	145.1(5)
O(2)-C(8)	143.6(6)
O(2)-C(7)	145.7(5)
O(3)-C(16)	143.6(6)
O(3)-C(11)	144.0(5)
O(6)-C(2)	144.2(5)
O(6)-C(14)	144.6(5)
O(7)-C(6)	144.1(5)
O(7)-C(23)	144.7(6)
O(8)-C(13)	144.8(5)
O(8)-C(3)	146.1(5)
O(9)-C(18)	144.6(5)
O(9)-C(21)	145.3(6)
O(10)-C(24)	142.5(5)
O(10)-C(9)	145.1(6)
O(11)-C(1)	144.7(6)
O(11)-C(4)	145.5(5)
O(12)-C(5)	143.0(5)
O(12)-C(10)	146.2(6)
O(15)-C(22)	145.4(6)
O(15)-C(20)	146.8(6)
O(16)-C(15)	144.0(6)

O(16)-C(12)	144.0(5)
C(2)-C(3)	149.6(6)
C(4)-C(5)	148.7(7)
C(6)-C(9)	150.8(7)
C(8)-C(16)	150.1(7)
C(15)-C(19)	147.9(7)
C(18)-C(20)	149.4(8)
O(37)-C(25)	137.3(9)
O(37)-C(26)	137.9(9)
C(26)-C(26)#1	146.1(15)
O(38)-C(27)	137.2(10)
O(38)-C(28)	140.0(9)
C(27)-C(27)#2	146.9(17)

O(5)-Lu(1)-O(15)	82.68(12)
O(5)-Lu(1)-O(4)	145.78(13)
O(15)-Lu(1)-O(4)	114.29(11)
O(5)-Lu(1)-O(8)	105.56(12)
O(15)-Lu(1)-O(8)	142.14(11)
O(4)-Lu(1)-O(8)	79.67(11)
O(5)-Lu(1)-O(9)	141.12(12)
O(15)-Lu(1)-O(9)	68.77(12)
O(4)-Lu(1)-O(9)	72.42(12)
O(8)-Lu(1)-O(9)	84.07(11)
O(5)-Lu(1)-O(7)	75.08(12)
O(15)-Lu(1)-O(7)	143.32(11)
O(4)-Lu(1)-O(7)	74.34(11)
O(8)-Lu(1)-O(7)	73.04(11)
O(9)-Lu(1)-O(7)	142.37(11)
O(5)-Lu(1)-O(10)	77.19(13)
O(15)-Lu(1)-O(10)	78.53(11)
O(4)-Lu(1)-O(10)	77.59(12)
O(8)-Lu(1)-O(10)	139.17(10)
O(9)-Lu(1)-O(10)	119.82(12)
O(7)-Lu(1)-O(10)	68.40(10)
O(5)-Lu(1)-O(6)	75.45(13)
O(15)-Lu(1)-O(6)	79.28(10)

O(4)-Lu(1)-O(6)	134.81(12)
O(8)-Lu(1)-O(6)	67.79(10)
O(9)-Lu(1)-O(6)	73.77(12)
O(7)-Lu(1)-O(6)	121.30(11)
O(10)-Lu(1)-O(6)	146.58(11)
O(13)-Lu(2)-O(14)	149.72(13)
O(13)-Lu(2)-O(16)	80.77(13)
O(14)-Lu(2)-O(16)	76.90(12)
O(13)-Lu(2)-O(11)	107.38(13)
O(14)-Lu(2)-O(11)	79.38(12)
O(16)-Lu(2)-O(11)	141.84(12)
O(13)-Lu(2)-O(2)	76.53(13)
O(14)-Lu(2)-O(2)	116.19(13)
O(16)-Lu(2)-O(2)	74.86(11)
O(11)-Lu(2)-O(2)	143.10(10)
O(13)-Lu(2)-O(3)	136.96(13)
O(14)-Lu(2)-O(3)	71.01(12)
O(16)-Lu(2)-O(3)	110.24(11)
O(11)-Lu(2)-O(3)	89.36(11)
O(2)-Lu(2)-O(3)	67.40(12)
O(13)-Lu(2)-O(1)	75.81(13)
O(14)-Lu(2)-O(1)	77.36(12)
O(16)-Lu(2)-O(1)	69.51(11)
O(11)-Lu(2)-O(1)	76.42(10)
O(2)-Lu(2)-O(1)	137.62(11)
O(3)-Lu(2)-O(1)	147.22(12)
O(13)-Lu(2)-O(12)	73.99(12)
O(14)-Lu(2)-O(12)	133.70(11)
O(16)-Lu(2)-O(12)	146.74(12)
O(11)-Lu(2)-O(12)	68.13(11)
O(2)-Lu(2)-O(12)	78.42(11)
O(3)-Lu(2)-O(12)	76.40(11)
O(1)-Lu(2)-O(12)	122.79(11)
O(28)-Cl(1)-O(30)	110.2(3)
O(28)-Cl(1)-O(24)	110.6(3)
O(30)-Cl(1)-O(24)	110.9(3)
O(28)-Cl(1)-O(4)	108.2(2)

O(30)-Cl(1)-O(4)	108.7(2)
O(24)-Cl(1)-O(4)	108.3(2)
O(22)-Cl(2)-O(25)	110.0(3)
O(22)-Cl(2)-O(27)	110.2(3)
O(25)-Cl(2)-O(27)	110.4(3)
O(22)-Cl(2)-O(23)	108.5(3)
O(25)-Cl(2)-O(23)	108.9(3)
O(27)-Cl(2)-O(23)	108.8(3)
O(20)-Cl(3)-O(17)	111.1(2)
O(20)-Cl(3)-O(19)	111.5(2)
O(17)-Cl(3)-O(19)	111.7(2)
O(20)-Cl(3)-O(14)	108.3(2)
O(17)-Cl(3)-O(14)	107.7(2)
O(19)-Cl(3)-O(14)	106.3(2)
O(26)-Cl(4)-O(21)	111.2(3)
O(26)-Cl(4)-O(31)	110.5(3)
O(21)-Cl(4)-O(31)	110.9(3)
O(26)-Cl(4)-O(5)	108.3(3)
O(21)-Cl(4)-O(5)	108.8(2)
O(31)-Cl(4)-O(5)	107.0(2)
O(35)-Cl(5)-O(32)	114.9(4)
O(35)-Cl(5)-O(33)	110.4(3)
O(32)-Cl(5)-O(33)	109.4(3)
O(35)-Cl(5)-O(36)	107.5(4)
O(32)-Cl(5)-O(36)	106.1(3)
O(33)-Cl(5)-O(36)	108.1(4)
O(29)-Cl(6)-O(34)	111.0(4)
O(29)-Cl(6)-O(18)	112.0(3)
O(34)-Cl(6)-O(18)	111.1(3)
O(29)-Cl(6)-O(13)	107.9(3)
O(34)-Cl(6)-O(13)	106.9(3)
O(18)-Cl(6)-O(13)	107.6(2)
C(17)-O(1)-C(19)	112.0(4)
C(17)-O(1)-Lu(2)	130.6(3)
C(19)-O(1)-Lu(2)	116.9(3)
C(8)-O(2)-C(7)	111.2(4)
C(8)-O(2)-Lu(2)	120.6(3)

C(7)-O(2)-Lu(2)	126.8(3)
C(16)-O(3)-C(11)	111.4(3)
C(16)-O(3)-Lu(2)	117.4(3)
C(11)-O(3)-Lu(2)	125.0(3)
Cl(1)-O(4)-Lu(1)	133.93(17)
Cl(4)-O(5)-Lu(1)	159.2(2)
C(2)-O(6)-C(14)	110.7(3)
C(2)-O(6)-Lu(1)	114.8(2)
C(14)-O(6)-Lu(1)	130.0(2)
C(6)-O(7)-C(23)	112.4(4)
C(6)-O(7)-Lu(1)	115.8(2)
C(23)-O(7)-Lu(1)	125.0(3)
C(13)-O(8)-C(3)	110.9(3)
C(13)-O(8)-Lu(1)	127.0(3)
C(3)-O(8)-Lu(1)	120.8(2)
C(18)-O(9)-C(21)	110.5(4)
C(18)-O(9)-Lu(1)	118.0(3)
C(21)-O(9)-Lu(1)	128.1(3)
C(24)-O(10)-C(9)	109.9(4)
C(24)-O(10)-Lu(1)	133.3(3)
C(9)-O(10)-Lu(1)	116.8(2)
C(1)-O(11)-C(4)	110.9(3)
C(1)-O(11)-Lu(2)	128.4(2)
C(4)-O(11)-Lu(2)	118.3(3)
C(5)-O(12)-C(10)	110.1(3)
C(5)-O(12)-Lu(2)	115.7(3)
C(10)-O(12)-Lu(2)	127.2(3)
Cl(6)-O(13)-Lu(2)	153.2(3)
Cl(3)-O(14)-Lu(2)	164.0(2)
C(22)-O(15)-C(20)	111.3(4)
C(22)-O(15)-Lu(1)	128.6(3)
C(20)-O(15)-Lu(1)	119.8(3)
C(15)-O(16)-C(12)	113.4(3)
C(15)-O(16)-Lu(2)	116.8(3)
C(12)-O(16)-Lu(2)	128.6(3)
O(6)-C(2)-C(3)	107.6(4)
O(8)-C(3)-C(2)	107.4(3)

O(11)-C(4)-C(5)	108.9(3)
O(12)-C(5)-C(4)	107.5(3)
O(7)-C(6)-C(9)	108.5(4)
O(2)-C(8)-C(16)	108.2(4)
O(10)-C(9)-C(6)	105.7(4)
O(16)-C(15)-C(19)	110.4(4)
O(3)-C(16)-C(8)	107.2(4)
O(9)-C(18)-C(20)	107.2(4)
O(1)-C(19)-C(15)	107.5(4)
O(15)-C(20)-C(18)	108.7(4)
C(25)-O(37)-C(26)	116.3(6)
O(37)-C(26)-C(26)#1	113.1(8)
C(27)-O(38)-C(28)	113.3(7)
O(38)-C(27)-C(27)#2	110.9(9)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x,-y+1,-z+1 #2 -x+1,-y+3,-z+1

6.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

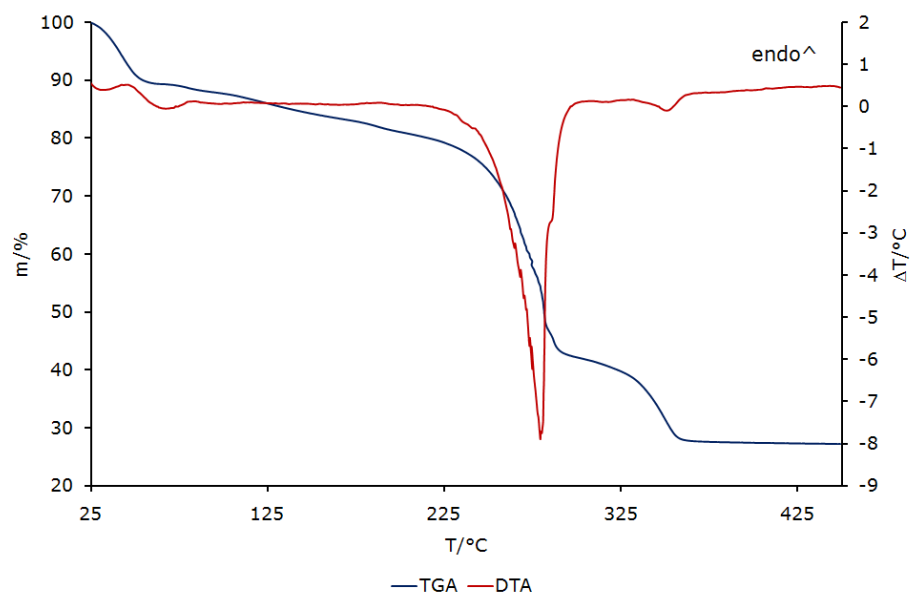
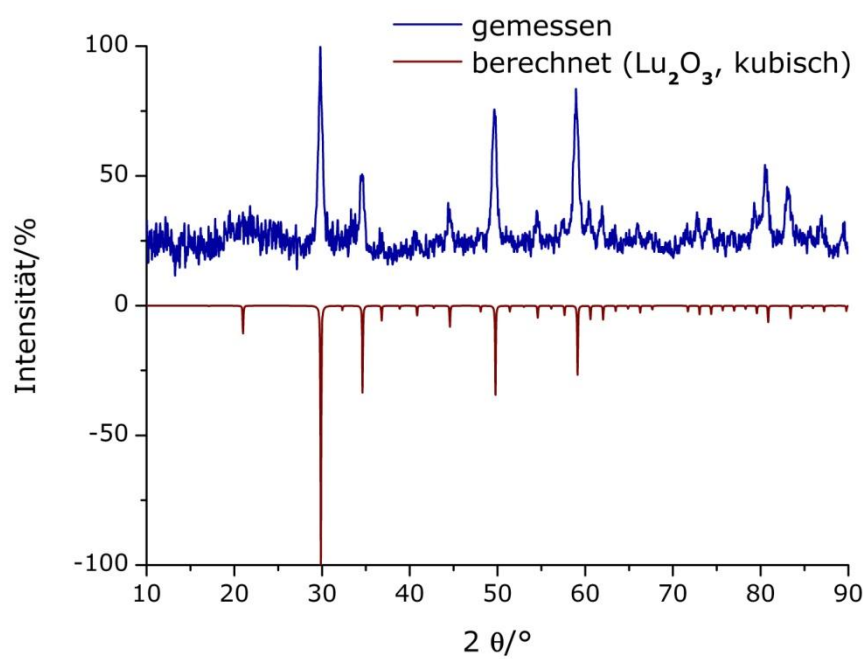
Table 6.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LuCIDME: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Lu(1)	14(1)	17(1)	15(1)	6(1)	0(1)	0(1)
Lu(2)	15(1)	14(1)	17(1)	4(1)	1(1)	1(1)
Cl(1)	25(1)	24(1)	39(1)	18(1)	5(1)	4(1)
Cl(2)	23(1)	34(1)	23(1)	8(1)	5(1)	5(1)
Cl(3)	25(1)	25(1)	17(1)	5(1)	1(1)	-3(1)
Cl(4)	36(1)	16(1)	25(1)	3(1)	-1(1)	2(1)
Cl(5)	37(1)	24(1)	31(1)	3(1)	-9(1)	0(1)
Cl(6)	34(1)	33(1)	40(1)	24(1)	12(1)	4(1)
O(1)	25(1)	14(1)	35(2)	4(1)	-1(1)	1(1)
O(2)	20(1)	21(1)	36(2)	6(1)	8(1)	5(1)

O(3)	28(1)	17(1)	28(1)	11(1)	2(1)	1(1)
O(4)	23(1)	20(1)	34(2)	14(1)	6(1)	3(1)
O(5)	37(1)	16(1)	36(1)	6(1)	5(1)	-1(1)
O(6)	20(1)	36(2)	24(1)	18(1)	0(1)	-3(1)
O(7)	21(1)	25(1)	23(1)	10(1)	7(1)	6(1)
O(8)	19(1)	32(2)	18(1)	9(1)	-2(1)	-6(1)
O(9)	28(1)	25(1)	32(1)	6(1)	13(1)	6(1)
O(10)	30(1)	41(2)	17(1)	9(1)	-3(1)	4(1)
O(11)	18(1)	18(1)	29(1)	-1(1)	0(1)	3(1)
O(12)	27(1)	23(2)	20(1)	-1(1)	-6(1)	6(1)
O(13)	54(2)	28(1)	27(1)	15(1)	11(1)	2(1)
O(14)	42(1)	30(1)	16(1)	6(1)	-2(1)	-2(1)
O(15)	15(1)	35(2)	32(1)	16(1)	-4(1)	-4(1)
O(16)	18(1)	22(1)	45(2)	7(1)	-5(1)	-2(1)
O(17)	45(2)	32(2)	32(2)	0(1)	2(2)	8(1)
O(18)	62(2)	30(1)	69(3)	24(1)	27(2)	0(2)
O(19)	51(2)	37(2)	28(2)	17(2)	0(2)	-8(1)
O(20)	26(1)	59(3)	33(2)	6(2)	-1(1)	-10(1)
O(21)	84(2)	42(2)	29(1)	9(2)	-8(2)	21(2)
O(22)	25(1)	88(3)	51(2)	33(2)	6(1)	-2(2)
O(23)	71(2)	34(1)	47(2)	10(1)	7(2)	-4(2)
O(24)	26(1)	62(3)	61(3)	34(2)	-6(1)	2(1)
O(25)	47(2)	65(3)	51(2)	30(2)	-8(2)	11(2)
O(26)	76(2)	44(2)	30(1)	-5(2)	2(2)	35(2)
C(1)	22(2)	31(3)	31(2)	4(2)	10(1)	3(2)
O(27)	60(2)	65(3)	29(1)	-2(2)	15(2)	11(2)
C(2)	25(1)	33(3)	19(2)	14(2)	1(1)	4(2)
C(3)	25(2)	39(3)	17(2)	10(2)	-4(1)	-3(2)
C(4)	17(1)	29(3)	29(2)	10(1)	-4(1)	-5(1)
C(5)	22(1)	25(3)	25(1)	9(2)	-7(1)	-1(1)
C(6)	34(1)	31(3)	28(2)	16(2)	15(1)	6(2)
C(7)	28(2)	42(3)	43(3)	11(2)	18(2)	11(2)
C(8)	30(2)	21(2)	40(3)	7(2)	3(2)	11(1)
C(9)	44(2)	42(4)	16(1)	9(2)	6(1)	10(2)
C(10)	41(2)	42(4)	21(2)	-6(2)	-4(1)	10(2)
C(11)	33(2)	24(2)	30(3)	14(2)	3(1)	-6(2)
O(28)	58(2)	93(4)	68(2)	64(2)	29(2)	29(2)

O(29)	108(3)	68(3)	35(2)	13(2)	38(2)	-13(3)
O(30)	77(3)	20(1)	80(2)	8(1)	-18(2)	10(2)
O(31)	49(1)	38(3)	93(4)	23(2)	3(1)	-18(2)
C(12)	17(1)	42(3)	35(3)	12(2)	-1(2)	5(2)
C(13)	22(2)	37(3)	32(3)	12(2)	-5(2)	-12(2)
C(14)	29(2)	42(3)	27(3)	21(2)	-1(2)	-10(2)
C(15)	24(1)	24(2)	53(3)	6(2)	-3(2)	-9(1)
C(16)	38(2)	16(1)	34(2)	10(2)	3(2)	4(2)
O(32)	59(2)	112(4)	32(1)	7(2)	0(2)	31(3)
C(17)	33(2)	18(1)	52(3)	11(2)	1(2)	6(2)
O(33)	96(3)	36(2)	68(3)	11(2)	-47(3)	8(2)
C(18)	29(1)	34(3)	49(2)	18(2)	22(2)	12(1)
C(19)	32(2)	17(1)	46(3)	2(2)	-7(2)	-5(1)
C(20)	17(1)	52(3)	54(3)	30(2)	7(1)	10(1)
C(21)	49(3)	33(3)	36(3)	-6(2)	17(2)	5(2)
O(34)	39(1)	72(4)	171(5)	75(4)	-16(2)	2(2)
O(35)	93(3)	25(1)	123(4)	2(2)	-54(3)	7(2)
C(22)	28(2)	47(3)	53(4)	21(2)	-18(2)	-18(2)
O(36)	64(2)	141(5)	79(3)	25(4)	18(2)	-29(3)
O(37)	96(4)	53(3)	72(3)	18(3)	32(3)	24(2)
C(23)	23(2)	47(3)	42(3)	22(3)	9(2)	17(2)
C(24)	46(2)	70(5)	24(2)	21(3)	-8(2)	14(3)
C(25)	108(6)	64(5)	77(6)	12(4)	28(5)	4(4)
C(26)	64(4)	56(4)	83(6)	16(4)	9(4)	21(3)
O(38)	160(5)	44(3)	41(3)	7(2)	18(3)	7(3)
C(27)	122(7)	60(4)	48(5)	-2(4)	-16(5)	25(4)
C(28)	207(11)	67(6)	53(5)	24(4)	2(6)	-28(6)

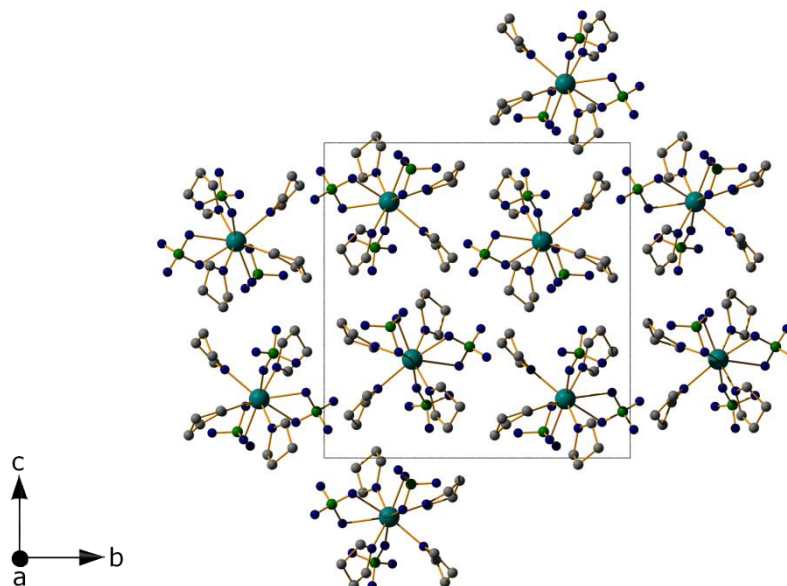
6.6 Thermische Analyse

6.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Lu_2O_3 [39]

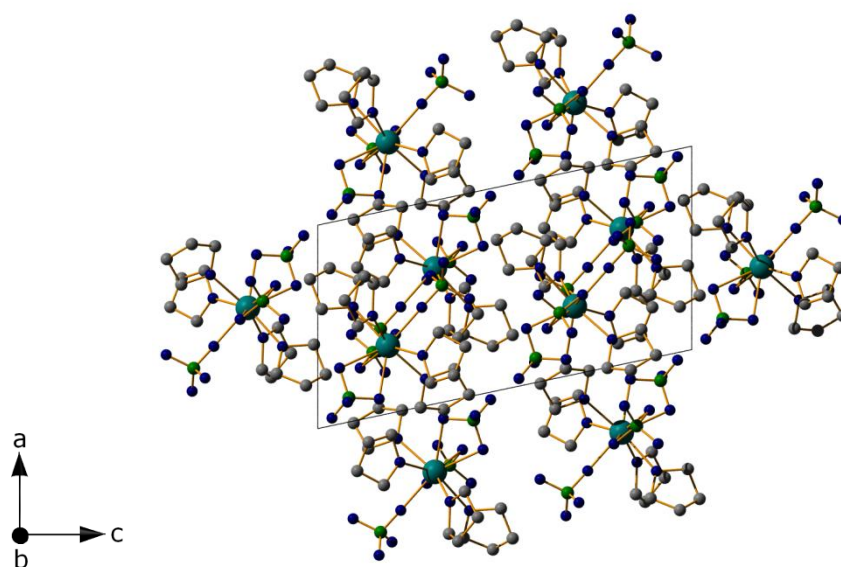
E: Selten-Erd-Perchlorat THF-Solvate

1. $\text{Ce}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4 - \text{CeClTHF}$

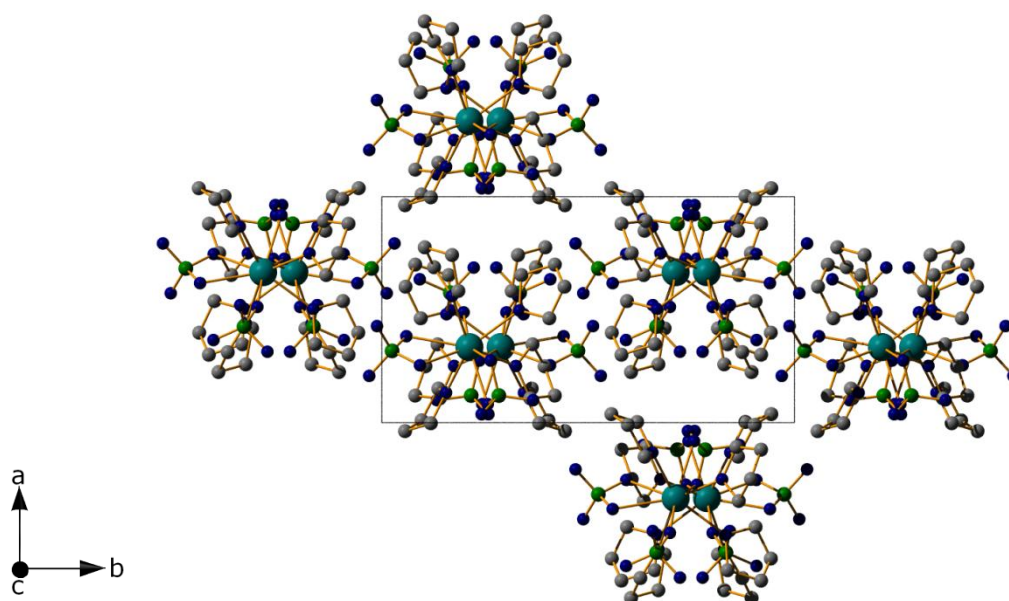
1.1 Diamond Bilder



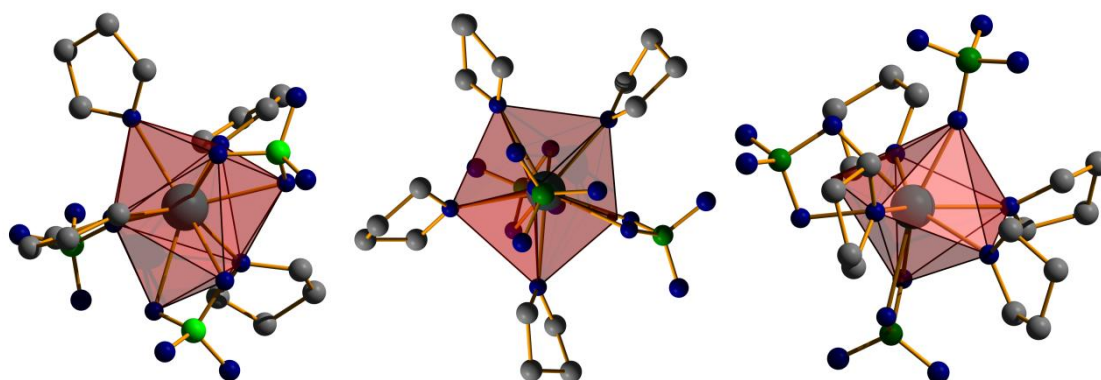
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



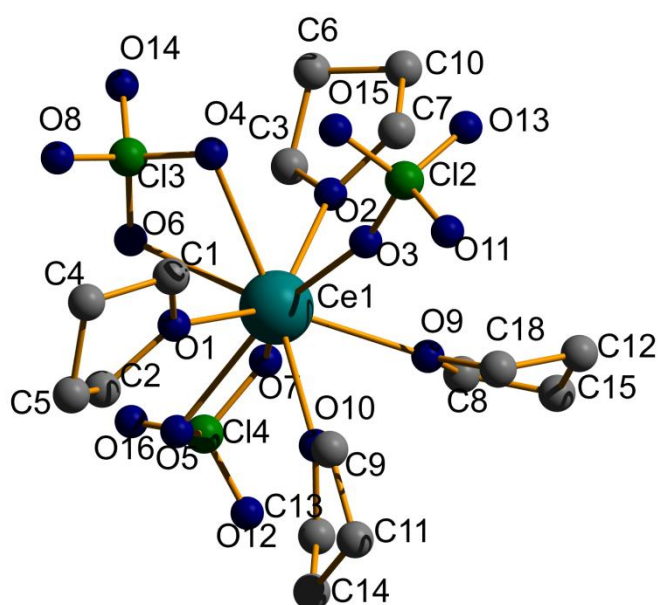
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Verzerrtes dreifach überkappedes trigonales Prisma und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

1.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 1.2 Crystal data and structure refinement for CeClTHF:

Empirical formula	Ce(ClO ₄) ₃ (OC ₄ H ₈) ₄
Formula weight	726.89
Temperature	153(2) K
Wavelength	71.073 pm
Crystal system	monoclinic
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> (No. 14)
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 939.03(5) pm α = 90° <i>b</i> = 1675.80(5) pm β = 101.930(6)° <i>c</i> = 1762.20(8) pm γ = 90°
Volume	2.7131(2) nm ³
Z	4
Density (calculated)	1.780 mg/m ³
Absorption coefficient	2.043 mm ⁻¹
F(000)	1460
Crystal size	0.71 x 0.48 x 0.46 mm ³
Theta range for data collection	2.22 to 26.11°
Index ranges	-11 ≤ <i>h</i> ≤ 11, -18 ≤ <i>k</i> ≤ 18, -21 ≤ <i>l</i> ≤ 21
Reflections collected	27942
Independent reflections	5063 [R(int) = 0.0470]
Completeness to theta = 26.11°	93.8 %
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	5063 / 0 / 325
Goodness-of-fit on F ²	0.935
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0259, wR2 = 0.0628
R indices (all data)	R1 = 0.0334, wR2 = 0.0643
Largest diff. peak and hole	0.715 and -0.961 e.Å ⁻³

1.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 1.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for CeCITHF. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Ce(1)	3343(1)	7879(1)	8128(1)	25(1)
Cl(2)	5749(1)	8341(1)	6679(1)	36(1)
Cl(3)	3176(1)	9753(1)	8530(1)	35(1)
Cl(4)	1199(1)	7165(1)	9168(1)	36(1)
O(1)	5606(2)	8299(1)	9055(1)	30(1)
O(2)	1323(2)	8444(2)	7125(1)	37(1)
O(3)	4880(2)	8019(1)	7219(1)	38(1)
O(4)	3826(2)	9406(1)	7920(1)	34(1)
O(5)	2748(2)	7364(2)	9419(1)	39(1)
O(6)	2538(2)	9076(2)	8868(1)	40(1)
O(7)	817(2)	7434(2)	8360(1)	43(1)
O(8)	4274(3)	118(2)	9101(1)	49(1)
O(9)	2509(3)	6753(2)	7195(2)	51(1)
O(10)	4965(3)	6668(2)	8536(2)	47(1)
O(11)	6861(3)	7774(2)	6637(2)	58(1)
O(12)	993(3)	6335(2)	9206(2)	57(1)
O(13)	4798(3)	8434(2)	5943(1)	65(1)
O(14)	2069(3)	306(2)	8202(2)	55(1)
O(15)	6344(3)	9082(2)	6983(2)	52(1)
O(16)	370(3)	7582(2)	9621(2)	56(1)
C(1)	6879(3)	8735(2)	8900(2)	36(1)
C(2)	5828(3)	8147(2)	9895(2)	33(1)
C(3)	972(3)	8813(2)	7251(2)	44(1)
C(4)	7760(3)	8961(2)	9683(2)	36(1)
C(5)	7419(3)	8299(2)	210(2)	33(1)
C(6)	623(4)	9438(3)	6629(2)	49(1)
C(7)	1507(4)	8632(3)	6348(2)	54(1)
C(8)	1075(4)	6404(3)	6972(2)	54(1)
C(9)	6531(4)	6619(3)	8508(3)	55(1)
C(10)	103(4)	9037(3)	5958(2)	56(1)
C(11)	6994(4)	5808(3)	8753(3)	62(1)

C(12)	2494(6)	6055(3)	6054(2)	67(1)
C(13)	4619(5)	5942(3)	8932(3)	71(1)
C(14)	6018(5)	5573(3)	9279(3)	69(1)
C(15)	1197(5)	5809(4)	6356(3)	94(2)
C(18)	3466(5)	6349(4)	6767(4)	115(3)

1.4 Bindungslängen und -winkel

Table 1.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for CeClTHF

Ce(1)-O(3)	237.9(2)
Ce(1)-O(2)	249.7(2)
Ce(1)-O(1)	250.0(2)
Ce(1)-O(9)	251.9(2)
Ce(1)-O(10)	255.1(2)
Ce(1)-O(6)	258.9(2)
Ce(1)-O(7)	259.8(2)
Ce(1)-O(5)	259.9(2)
Ce(1)-O(4)	263.8(2)
Cl(2)-O(15)	142.0(3)
Cl(2)-O(13)	142.5(3)
Cl(2)-O(11)	142.5(3)
Cl(2)-O(3)	147.6(2)
Cl(3)-O(8)	142.2(2)
Cl(3)-O(14)	142.3(3)
Cl(3)-O(4)	146.2(2)
Cl(3)-O(6)	146.6(3)
Cl(4)-O(12)	140.7(3)
Cl(4)-O(16)	140.9(3)
Cl(4)-O(7)	146.7(2)
Cl(4)-O(5)	146.9(2)
O(1)-C(2)	147.3(3)
O(1)-C(1)	147.4(4)
O(2)-C(7)	145.0(4)
O(2)-C(3)	147.0(4)
O(9)-C(8)	144.5(4)
O(9)-C(18)	145.5(5)

O(10)-C(13)	147.1(5)
O(10)-C(9)	148.4(4)
C(1)-C(4)	150.3(4)
C(2)-C(5)	150.3(4)
C(3)-C(6)	150.1(5)
C(4)-C(5)	152.4(4)
C(6)-C(10)	150.9(6)
C(7)-C(10)	151.5(5)
C(8)-C(15)	149.6(6)
C(9)-C(11)	146.4(6)
C(11)-C(14)	148.6(6)
C(12)-C(18)	147.6(7)
C(12)-C(15)	148.5(7)
C(13)-C(14)	146.6(6)

O(3)-Ce(1)-O(2)	87.92(8)
O(3)-Ce(1)-O(1)	81.98(7)
O(2)-Ce(1)-O(1)	140.80(8)
O(3)-Ce(1)-O(9)	77.55(8)
O(2)-Ce(1)-O(9)	74.58(9)
O(1)-Ce(1)-O(9)	138.18(8)
O(3)-Ce(1)-O(10)	81.85(8)
O(2)-Ce(1)-O(10)	145.46(8)
O(1)-Ce(1)-O(10)	70.24(8)
O(9)-Ce(1)-O(10)	71.02(9)
O(3)-Ce(1)-O(6)	122.95(8)
O(2)-Ce(1)-O(6)	78.74(7)
O(1)-Ce(1)-O(6)	75.50(7)
O(9)-Ce(1)-O(6)	145.64(8)
O(10)-Ce(1)-O(6)	133.93(8)
O(3)-Ce(1)-O(7)	146.59(7)
O(2)-Ce(1)-O(7)	68.64(8)
O(1)-Ce(1)-O(7)	131.19(7)
O(9)-Ce(1)-O(7)	73.54(8)
O(10)-Ce(1)-O(7)	103.79(8)
O(6)-Ce(1)-O(7)	76.84(8)
O(3)-Ce(1)-O(5)	153.12(8)

O(2)-Ce(1)-O(5)	118.46(7)
O(1)-Ce(1)-O(5)	80.13(7)
O(9)-Ce(1)-O(5)	103.19(9)
O(10)-Ce(1)-O(5)	73.30(8)
O(6)-Ce(1)-O(5)	71.24(8)
O(7)-Ce(1)-O(5)	53.04(7)
O(3)-Ce(1)-O(4)	70.44(7)
O(2)-Ce(1)-O(4)	70.17(7)
O(1)-Ce(1)-O(4)	70.75(7)
O(9)-Ce(1)-O(4)	132.49(8)
O(10)-Ce(1)-O(4)	134.54(8)
O(6)-Ce(1)-O(4)	52.77(7)
O(7)-Ce(1)-O(4)	119.30(8)
O(5)-Ce(1)-O(4)	121.20(7)
O(3)-Ce(1)-Cl(4)	163.24(6)
O(2)-Ce(1)-Cl(4)	94.09(6)
O(1)-Ce(1)-Cl(4)	106.22(5)
O(9)-Ce(1)-Cl(4)	86.94(6)
O(10)-Ce(1)-Cl(4)	87.19(6)
O(6)-Ce(1)-Cl(4)	73.68(6)
O(7)-Ce(1)-Cl(4)	26.54(5)
O(5)-Ce(1)-Cl(4)	26.59(5)
O(4)-Ce(1)-Cl(4)	125.81(5)
O(3)-Ce(1)-Cl(3)	96.64(6)
O(2)-Ce(1)-Cl(3)	73.87(6)
O(1)-Ce(1)-Cl(3)	69.89(5)
O(9)-Ce(1)-Cl(3)	148.09(7)
O(10)-Ce(1)-Cl(3)	139.91(6)
O(6)-Ce(1)-Cl(3)	26.36(5)
O(7)-Ce(1)-Cl(3)	99.07(6)
O(5)-Ce(1)-Cl(3)	95.86(6)
O(4)-Ce(1)-Cl(3)	26.46(5)
Cl(4)-Ce(1)-Cl(3)	99.90(2)
O(15)-Cl(2)-O(13)	111.75(19)
O(15)-Cl(2)-O(11)	111.50(17)
O(13)-Cl(2)-O(11)	110.71(18)
O(15)-Cl(2)-O(3)	107.73(14)

O(13)-Cl(2)-O(3)	107.53(16)
O(11)-Cl(2)-O(3)	107.38(17)
O(8)-Cl(3)-O(14)	111.61(17)
O(8)-Cl(3)-O(4)	109.86(14)
O(14)-Cl(3)-O(4)	110.00(15)
O(8)-Cl(3)-O(6)	110.03(16)
O(14)-Cl(3)-O(6)	110.10(16)
O(4)-Cl(3)-O(6)	105.04(13)
O(8)-Cl(3)-Ce(1)	120.84(12)
O(14)-Cl(3)-Ce(1)	127.54(12)
O(4)-Cl(3)-Ce(1)	53.54(9)
O(6)-Cl(3)-Ce(1)	51.64(9)
O(12)-Cl(4)-O(16)	111.46(17)
O(12)-Cl(4)-O(7)	109.90(17)
O(16)-Cl(4)-O(7)	110.22(17)
O(12)-Cl(4)-O(5)	110.32(17)
O(16)-Cl(4)-O(5)	110.25(16)
O(7)-Cl(4)-O(5)	104.48(13)
O(12)-Cl(4)-Ce(1)	120.12(11)
O(16)-Cl(4)-Ce(1)	128.43(14)
O(7)-Cl(4)-Ce(1)	52.32(9)
O(5)-Cl(4)-Ce(1)	52.38(9)
C(2)-O(1)-C(1)	108.7(2)
C(2)-O(1)-Ce(1)	122.22(17)
C(1)-O(1)-Ce(1)	129.10(16)
C(7)-O(2)-C(3)	109.1(3)
C(7)-O(2)-Ce(1)	122.0(2)
C(3)-O(2)-Ce(1)	127.27(18)
Cl(2)-O(3)-Ce(1)	164.16(15)
Cl(3)-O(4)-Ce(1)	99.99(11)
Cl(4)-O(5)-Ce(1)	101.03(11)
Cl(3)-O(6)-Ce(1)	102.00(10)
Cl(4)-O(7)-Ce(1)	101.14(11)
C(8)-O(9)-C(18)	108.2(3)
C(8)-O(9)-Ce(1)	128.8(2)
C(18)-O(9)-Ce(1)	123.0(2)
C(13)-O(10)-C(9)	106.7(3)

C(13)-O(10)-Ce(1)	127.9(2)
C(9)-O(10)-Ce(1)	124.9(2)
O(1)-C(1)-C(4)	105.6(2)
O(1)-C(2)-C(5)	105.4(2)
O(2)-C(3)-C(6)	104.3(3)
C(1)-C(4)-C(5)	103.3(3)
C(2)-C(5)-C(4)	102.5(2)
C(3)-C(6)-C(10)	101.9(3)
O(2)-C(7)-C(10)	105.3(3)
O(9)-C(8)-C(15)	105.1(3)
C(11)-C(9)-O(10)	106.1(3)
C(6)-C(10)-C(7)	102.5(3)
C(9)-C(11)-C(14)	104.2(4)
C(18)-C(12)-C(15)	101.4(4)
C(14)-C(13)-O(10)	106.2(4)
C(13)-C(14)-C(11)	104.1(4)
C(12)-C(15)-C(8)	105.4(4)
O(9)-C(18)-C(12)	104.9(4)

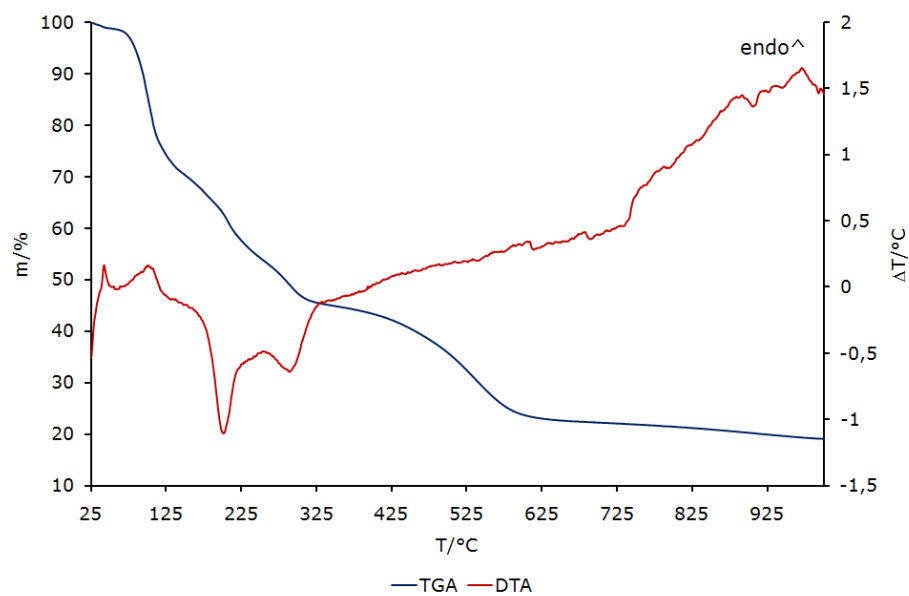
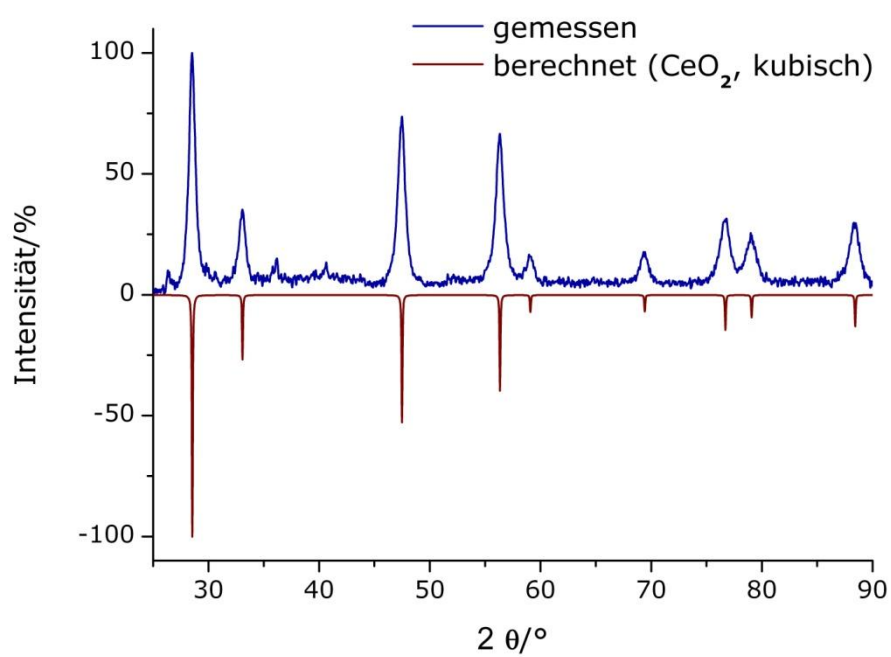
1.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 1.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for CeClTHF the anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
Ce(1)	21(1)	24(1)	30(1)	-4(1)	8(1)	-2(1)
Cl(2)	30(1)	48(1)	32(1)	-6(1)	13(1)	-8(1)
Cl(3)	34(1)	27(1)	44(1)	-10(1)	4(1)	3(1)
Cl(4)	31(1)	41(1)	39(1)	-1(1)	16(1)	-4(1)
O(1)	26(1)	36(1)	28(1)	1(1)	4(1)	-3(1)
O(2)	27(1)	44(2)	39(1)	-3(1)	2(1)	1(1)
O(3)	38(1)	41(2)	40(1)	-4(1)	18(1)	-8(1)
O(4)	39(1)	28(1)	33(1)	-3(1)	6(1)	0(1)
O(5)	31(1)	47(2)	40(1)	8(1)	7(1)	-3(1)
O(6)	39(1)	37(2)	48(1)	-8(1)	18(1)	2(1)
O(7)	29(1)	62(2)	37(1)	1(1)	7(1)	-10(1)

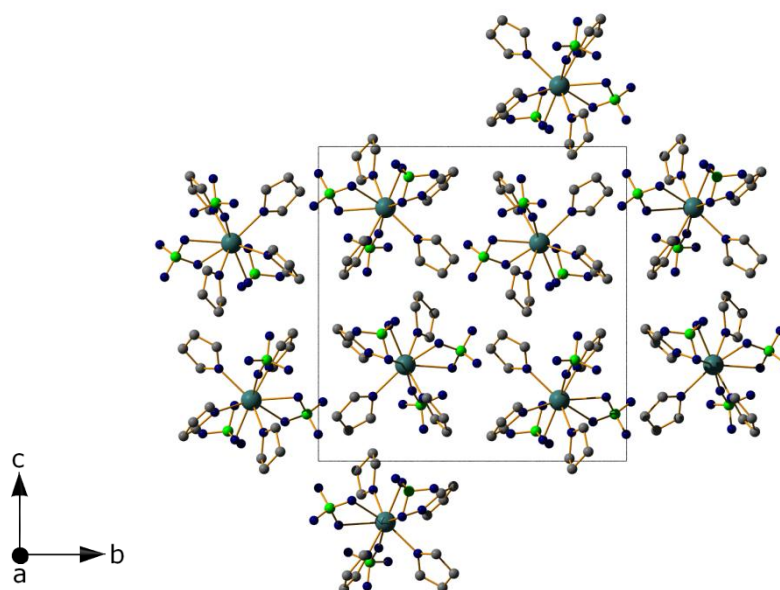
O(8)	47(1)	44(2)	53(1)	-24(1)	1(1)	-5(1)
O(9)	34(1)	46(2)	76(2)	-35(1)	19(1)	-14(1)
O(10)	39(1)	28(2)	77(2)	2(1)	19(1)	7(1)
O(11)	37(1)	69(2)	73(2)	-29(1)	23(1)	0(1)
O(12)	63(2)	38(2)	79(2)	3(1)	33(2)	-14(1)
O(13)	60(2)	99(3)	34(1)	3(1)	5(1)	-8(2)
O(14)	46(2)	36(2)	78(2)	-6(1)	2(1)	14(1)
O(15)	60(2)	45(2)	58(2)	-8(1)	27(1)	-18(1)
O(16)	51(2)	69(2)	55(2)	-4(1)	30(1)	6(1)
C(1)	29(2)	41(2)	36(2)	2(1)	7(1)	-4(1)
C(2)	35(2)	34(2)	29(1)	1(1)	8(1)	-4(1)
C(3)	24(2)	51(3)	55(2)	5(2)	8(1)	0(2)
C(4)	32(2)	35(2)	38(2)	6(1)	1(1)	-6(1)
C(5)	33(2)	30(2)	34(2)	2(1)	3(1)	0(1)
C(6)	35(2)	51(3)	61(2)	9(2)	9(2)	1(2)
C(7)	54(2)	71(3)	37(2)	-1(2)	10(2)	15(2)
C(8)	35(2)	61(3)	66(2)	-26(2)	8(2)	-15(2)
C(9)	35(2)	47(3)	86(3)	0(2)	18(2)	6(2)
C(10)	56(2)	64(3)	42(2)	5(2)	-4(2)	6(2)
C(11)	46(2)	59(3)	79(3)	6(2)	9(2)	12(2)
C(12)	94(4)	59(3)	54(2)	-4(2)	26(2)	19(3)
C(13)	61(3)	34(3)	128(4)	7(2)	40(3)	2(2)
C(14)	84(3)	56(3)	71(3)	7(2)	30(2)	23(3)
C(15)	47(2)	130(5)	105(4)	-82(4)	14(3)	-28(3)
C(18)	57(3)	132(6)	169(6)	-122(5)	57(3)	-41(3)

1.6 Thermische Analyse

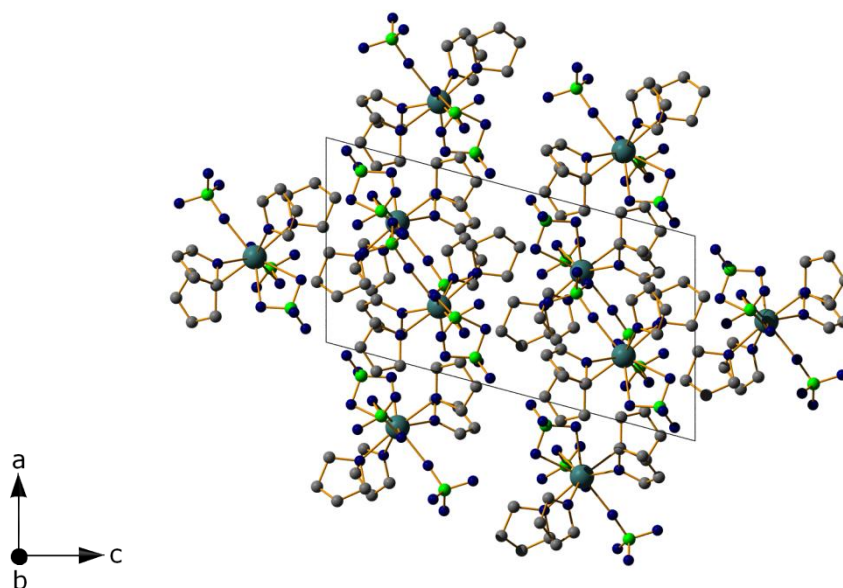
1.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes CeO_2 [38]

2. $\text{Sm}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - SmClTHF

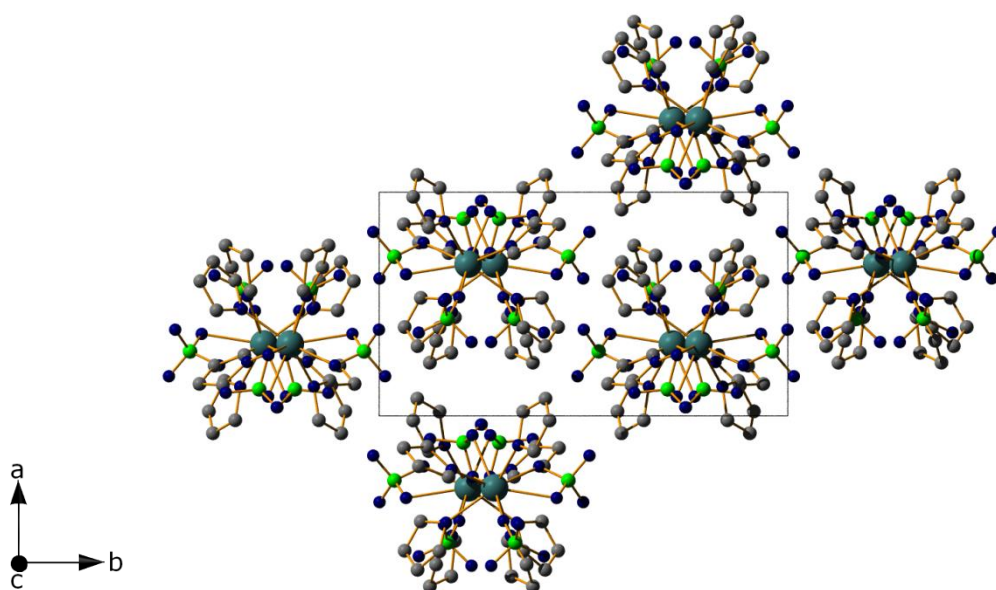
2.1 Diamond Bilder



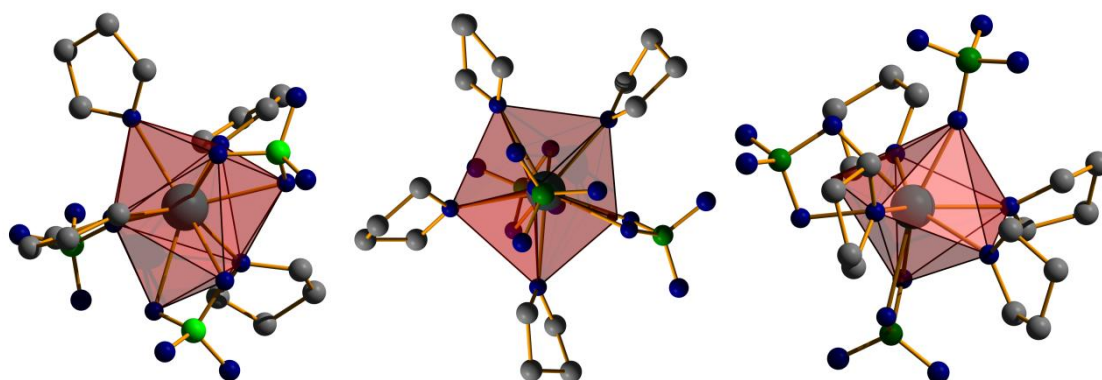
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



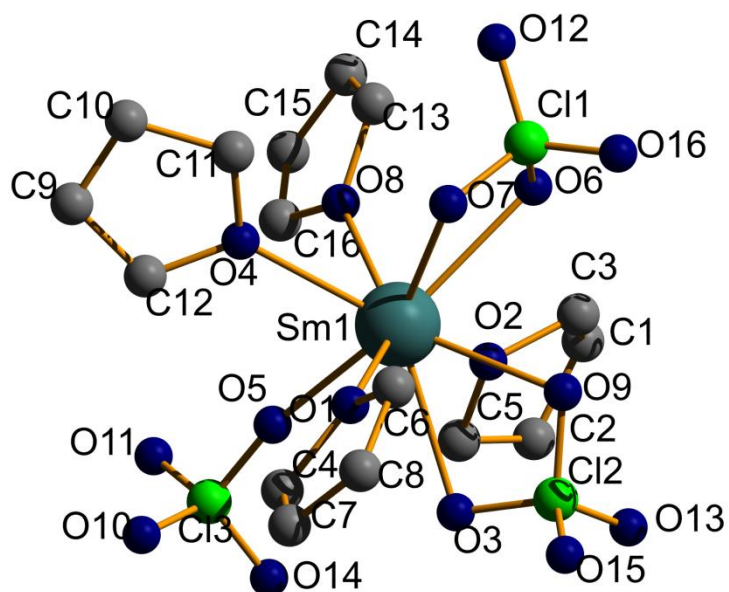
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Verzerrtes dreifach überkapptes trigonales Prisma und pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

2.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 2.2 Crystal data and structure refinement for SmClTHF:

Empirical formula	Sm(ClO ₄) ₃ (OC ₄ H ₈) ₄	
Formula weight	737.12	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> (No. 14)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 957.24(17) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1686.1(3) pm	$\beta = 105.006(9)^\circ$
	<i>c</i> = 1782.9(3) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	2.7795(9) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.761 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.469 mm ⁻¹	
F(000)	1476	
Theta range for data collection	1.69 to 36.38°.	
Index ranges	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 15, -28 ≤ <i>k</i> ≤ 28, -29 ≤ <i>l</i> ≤ 29	
Reflections collected	105533	
Independent reflections	13480 [R(int) = 0.1260]	
Completeness to theta = 36.38°	99.7 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	13480 / 0 / 326	
Goodness-of-fit on F ²	1.001	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0564, wR2 = 0.1412	
R indices (all data)	R1 = 0.1127, wR2 = 0.1847	
Extinction coefficient	0.0020(3)	
Largest diff. peak and hole	1.536 and -2.477 e.Å ⁻³	

2.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 2.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmClTHF: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Sm(1)	3216(1)	2177(1)	8064(1)	43(1)
Cl(1)	1188(2)	2937(1)	9045(1)	74(1)
Cl(2)	2884(2)	371(1)	8502(1)	87(1)
O(1)	1311(4)	1599(2)	7013(2)	58(1)
O(2)	5357(4)	1779(2)	9087(2)	63(1)
O(3)	3667(5)	656(2)	7963(2)	72(1)
O(4)	2412(5)	3232(2)	7060(2)	69(1)
O(5)	4692(4)	1957(2)	7237(2)	65(1)
O(6)	2719(6)	2714(3)	9322(3)	93(2)
O(7)	865(6)	2719(3)	8231(3)	87(1)
O(8)	4770(5)	3364(2)	8445(3)	81(1)
O(9)	2257(6)	1085(3)	8747(3)	92(1)
Cl(3)	5666(2)	1672(1)	6788(1)	69(1)
O(10)	4858(7)	1584(4)	6018(3)	121(2)
O(11)	6697(6)	2259(4)	6804(5)	128(3)
O(12)	1035(7)	3756(3)	9128(4)	119(2)
O(13)	3855(9)	7(4)	9147(4)	144(3)
O(14)	6277(8)	969(4)	7100(3)	122(2)
O(15)	1774(7)	9854(3)	8115(4)	131(2)
O(16)	385(8)	2509(5)	9446(4)	126(2)
C(1)	7174(9)	1763(4)	247(4)	93(2)
C(2)	7618(7)	1239(5)	9700(4)	92(2)
C(3)	5589(8)	1851(5)	9915(3)	87(2)
C(4)	1574(8)	1212(6)	6332(4)	94(2)
C(5)	6641(8)	1392(7)	8943(5)	114(3)
C(6)	9808(7)	1477(6)	7003(6)	107(3)
C(7)	204(8)	831(6)	5935(5)	109(3)
C(8)	9226(11)	930(9)	6362(7)	175(7)
C(9)	2249(15)	4028(6)	5980(5)	141(4)
C(10)	1432(13)	4398(7)	6424(7)	150(5)
C(11)	1376(14)	3826(9)	7043(9)	193(8)

C(12)	2720(30)	3301(8)	6364(9)	321(16)
C(13)	4720(16)	3982(7)	8976(9)	183(7)
C(14)	6025(19)	4378(8)	9202(9)	181(6)
C(15)	6878(13)	4062(8)	8762(11)	183(7)
C(16)	6050(20)	3528(10)	8284(15)	301(15)

2.4 Bindungslängen und -winkel

Table 2.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for SmCITHF:

Sm(1)-O(5)	232.1(3)
Sm(1)-O(1)	245.3(3)
Sm(1)-O(2)	245.8(3)
Sm(1)-O(8)	248.1(4)
Sm(1)-O(4)	250.0(3)
Sm(1)-O(9)	250.9(4)
Sm(1)-O(7)	251.7(5)
Sm(1)-O(6)	257.4(5)
Sm(1)-O(3)	261.4(4)
Sm(1)-Cl(2)	318.01(15)
Sm(1)-Cl(1)	319.89(14)
Cl(1)-O(16)	138.1(6)
Cl(1)-O(12)	140.0(5)
Cl(1)-O(7)	145.1(5)
Cl(1)-O(6)	147.0(6)
Cl(2)-O(15)	140.8(6)
Cl(2)-O(13)	141.9(6)
Cl(2)-O(3)	144.5(5)
Cl(2)-O(9)	146.2(5)
O(1)-C(6)	144.9(7)
O(1)-C(4)	145.7(7)
O(2)-C(3)	144.0(7)
O(2)-C(5)	147.2(9)
O(4)-C(12)	135.2(10)
O(4)-C(11)	140.3(11)
O(5)-Cl(3)	145.9(4)
O(8)-C(16)	135.7(12)

O(8)-C(13)	141.7(12)
Cl(3)-O(14)	137.3(5)
Cl(3)-O(11)	139.3(6)
Cl(3)-O(10)	139.8(6)
C(1)-C(2)	145.8(11)
C(1)-C(3)	148.6(10)
C(2)-C(5)	145.2(10)
C(4)-C(7)	146.7(9)
C(6)-C(8)	146.1(10)
C(7)-C(8)	136.1(11)
C(9)-C(10)	139.6(13)
C(9)-C(12)	141.9(12)
C(10)-C(11)	147.7(12)
C(13)-C(14)	138.2(16)
C(14)-C(15)	137.7(17)
C(15)-C(16)	134.8(18)

O(5)-Sm(1)-O(1)	84.61(14)
O(5)-Sm(1)-O(2)	84.25(14)
O(1)-Sm(1)-O(2)	140.39(14)
O(5)-Sm(1)-O(8)	83.24(16)
O(1)-Sm(1)-O(8)	143.53(14)
O(2)-Sm(1)-O(8)	72.03(14)
O(5)-Sm(1)-O(4)	77.55(14)
O(1)-Sm(1)-O(4)	72.89(13)
O(2)-Sm(1)-O(4)	140.24(14)
O(8)-Sm(1)-O(4)	70.95(15)
O(5)-Sm(1)-O(9)	123.40(16)
O(1)-Sm(1)-O(9)	77.65(16)
O(2)-Sm(1)-O(9)	77.22(16)
O(8)-Sm(1)-O(9)	136.69(17)
(4)-Sm(1)-O(9)	141.85(17)
O(5)-Sm(1)-O(7)	147.51(15)
O(1)-Sm(1)-O(7)	73.98(14)
O(2)-Sm(1)-O(7)	127.62(14)
O(8)-Sm(1)-O(7)	99.55(17)
O(4)-Sm(1)-O(7)	72.99(15)

O(9)-Sm(1)-O(7)	76.00(18)
O(5)-Sm(1)-O(6)	152.83(17)
O(1)-Sm(1)-O(6)	122.46(15)
O(2)-Sm(1)-O(6)	75.89(15)
O(8)-Sm(1)-O(6)	73.17(18)
O(4)-Sm(1)-O(6)	106.32(16)
O(9)-Sm(1)-O(6)	70.24(17)
O(7)-Sm(1)-O(6)	52.89(16)
O(5)-Sm(1)-O(3)	70.19(15)
O(1)-Sm(1)-O(3)	70.20(13)
O(2)-Sm(1)-O(3)	70.26(13)
O(8)-Sm(1)-O(3)	135.39(15)
O(4)-Sm(1)-O(3)	132.45(13)
O(9)-Sm(1)-O(3)	53.22(16)
O(7)-Sm(1)-O(3)	122.19(16)
O(6)-Sm(1)-O(3)	118.42(17)
O(5)-Sm(1)-Cl(2)	96.83(11)
O(1)-Sm(1)-Cl(2)	72.86(10)
O(2)-Sm(1)-Cl(2)	70.94(10)
O(8)-Sm(1)-Cl(2)	142.75(12)
O(4)-Sm(1)-Cl(2)	145.66(11)
O(9)-Sm(1)-Cl(2)	26.58(12)
O(7)-Sm(1)-Cl(2)	99.73(13)
O(6)-Sm(1)-Cl(2)	94.03(14)
O(3)-Sm(1)-Cl(2)	26.67(11)
O(5)-Sm(1)-Cl(1)	165.25(11)
O(1)-Sm(1)-Cl(1)	98.07(9)
O(2)-Sm(1)-Cl(1)	102.19(10)
O(8)-Sm(1)-Cl(1)	86.14(12)
O(4)-Sm(1)-Cl(1)	89.32(10)
O(9)-Sm(1)-Cl(1)	71.24(12)
O(7)-Sm(1)-Cl(1)	26.08(11)
O(6)-Sm(1)-Cl(1)	26.80(12)
O(3)-Sm(1)-Cl(1)	124.41(11)
Cl(2)-Sm(1)-Cl(1)	97.82(5)
O(16)-Cl(1)-O(12)	111.9(4)
O(16)-Cl(1)-O(7)	112.5(4)

O(12)-Cl(1)-O(7)	110.8(4)
O(16)-Cl(1)-O(6)	109.5(4)
O(12)-Cl(1)-O(6)	109.8(4)
O(7)-Cl(1)-O(6)	101.9(3)
O(16)-Cl(1)-Sm(1)	124.9(4)
O(12)-Cl(1)-Sm(1)	123.2(3)
O(7)-Cl(1)-Sm(1)	49.71(19)
O(6)-Cl(1)-Sm(1)	52.17(19)
O(15)-Cl(2)-O(13)	112.5(4)
O(15)-Cl(2)-O(3)	109.6(4)
O(13)-Cl(2)-O(3)	109.8(4)
O(15)-Cl(2)-O(9)	109.9(4)
O(13)-Cl(2)-O(9)	110.3(4)
O(3)-Cl(2)-O(9)	104.4(2)
O(15)-Cl(2)-Sm(1)	125.7(3)
O(13)-Cl(2)-Sm(1)	121.8(3)
O(3)-Cl(2)-Sm(1)	54.27(17)
O(9)-Cl(2)-Sm(1)	50.18(17)
C(6)-O(1)-C(4)	108.1(4)
C(6)-O(1)-Sm(1)	127.3(4)
C(4)-O(1)-Sm(1)	124.0(3)
C(3)-O(2)-C(5)	107.6(5)
C(3)-O(2)-Sm(1)	128.0(4)
C(5)-O(2)-Sm(1)	124.4(4)
Cl(2)-O(3)-Sm(1)	99.1(2)
C(12)-O(4)-C(11)	103.8(8)
C(12)-O(4)-Sm(1)	128.2(5)
C(11)-O(4)-Sm(1)	127.5(5)
Cl(3)-O(5)-Sm(1)	169.1(3)
Cl(1)-O(6)-Sm(1)	101.0(3)
Cl(1)-O(7)-Sm(1)	104.2(3)
C(16)-O(8)-C(13)	100.4(8)
C(16)-O(8)-Sm(1)	128.1(6)
C(13)-O(8)-Sm(1)	130.9(5)
Cl(2)-O(9)-Sm(1)	103.2(2)
O(14)-Cl(3)-O(11)	112.3(5)
O(14)-Cl(3)-O(10)	112.0(4)

O(11)-Cl(3)-O(10)	107.7(5)
O(14)-Cl(3)-O(5)	109.1(3)
O(11)-Cl(3)-O(5)	107.7(3)
O(10)-Cl(3)-O(5)	107.7(3)
C(2)-C(1)-C(3)	103.8(5)
C(5)-C(2)-C(1)	106.6(7)
O(2)-C(3)-C(1)	105.7(6)
O(1)-C(4)-C(7)	105.8(5)
C(2)-C(5)-O(2)	106.4(6)
O(1)-C(6)-C(8)	106.0(6)
C(8)-C(7)-C(4)	109.6(6)
C(7)-C(8)-C(6)	109.6(7)
C(10)-C(9)-C(12)	105.4(8)
C(9)-C(10)-C(11)	105.4(9)
O(4)-C(11)-C(10)	108.7(9)
O(4)-C(12)-C(9)	113.6(9)
C(14)-C(13)-O(8)	111.5(12)
C(15)-C(14)-C(13)	105.7(11)
C(16)-C(15)-C(14)	106.3(11)
C(15)-C(16)-O(8)	114.7(13)

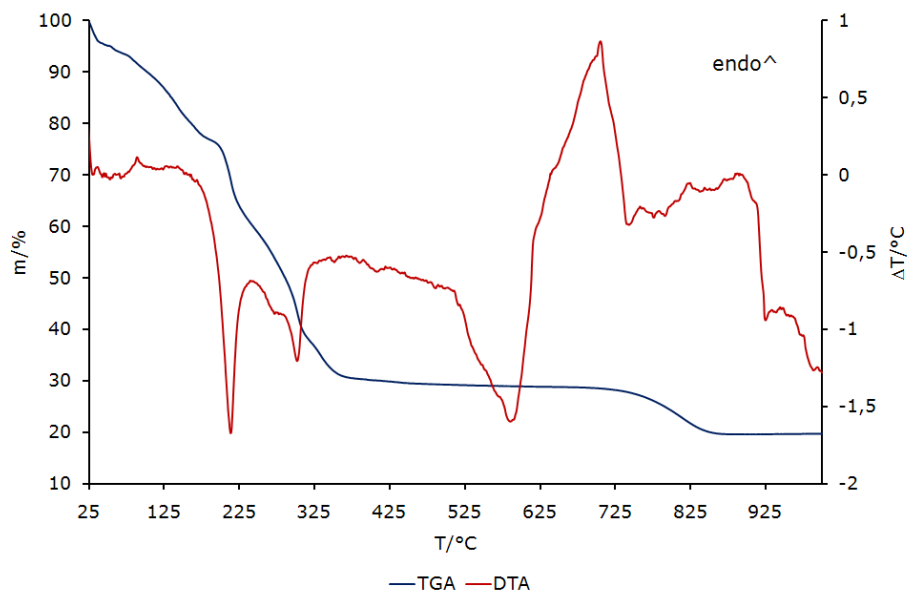
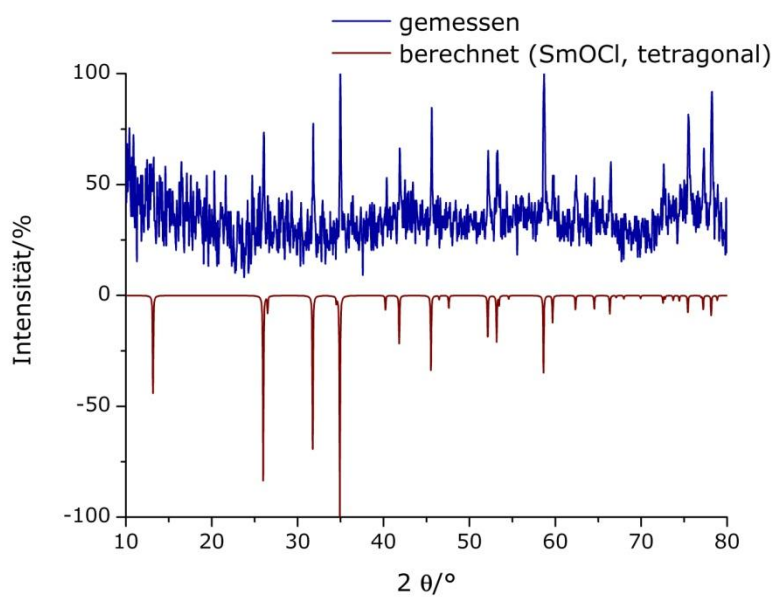
2.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 2.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for SmClTHF: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Sm(1)	42(1)	47(1)	42(1)	2(1)	12(1)	-1(1)
Cl(1)	77(1)	91(1)	63(1)	-5(1)	35(1)	13(1)
Cl(2)	110(1)	59(1)	86(1)	18(1)	15(1)	-21(1)
O(1)	43(2)	74(2)	53(2)	-9(2)	8(1)	-3(2)
O(2)	61(2)	73(2)	47(2)	3(2)	-1(2)	8(2)
O(3)	76(3)	61(2)	74(2)	5(2)	11(2)	7(2)
O(4)	86(3)	61(2)	59(2)	19(2)	18(2)	13(2)
O(5)	63(2)	78(2)	65(2)	0(2)	34(2)	7(2)
O(6)	80(3)	123(4)	74(3)	-29(3)	16(2)	16(3)

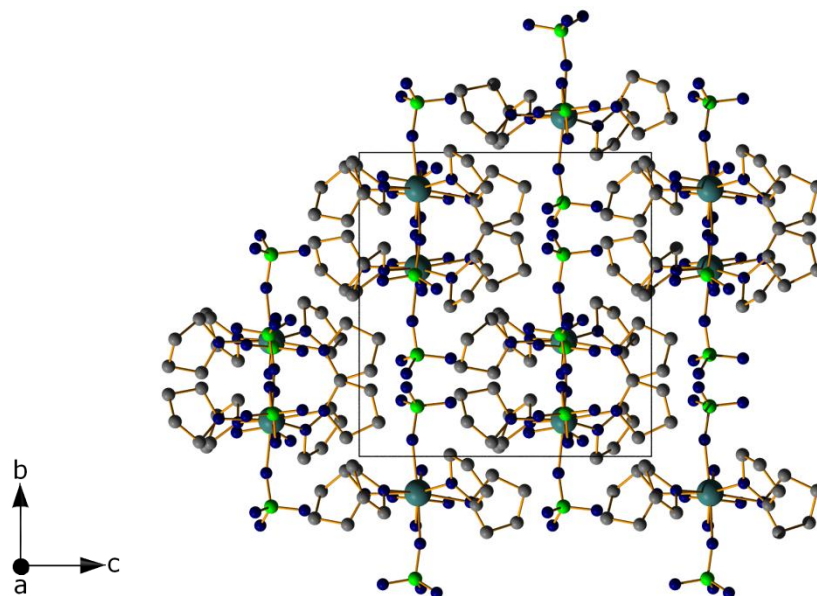
O(7)	84(3)	118(4)	63(3)	-3(2)	28(2)	30(3)
O(8)	76(3)	64(2)	100(3)	-8(2)	16(2)	-26(2)
O(9)	124(4)	80(3)	84(3)	16(2)	50(3)	-16(3)
Cl(3)	61(1)	87(1)	68(1)	7(1)	33(1)	15(1)
O(10)	132(5)	179(6)	55(3)	-3(3)	32(3)	29(4)
O(11)	86(5)	135(6)	189(8)	-5(4)	81(5)	-13(3)
O(12)	147(5)	89(3)	141(5)	-24(3)	70(4)	34(3)
O(13)	203(7)	93(4)	113(4)	59(3)	-1(5)	-3(4)
O(14)	161(5)	115(4)	109(4)	32(3)	70(4)	74(4)
O(15)	136(5)	87(3)	169(6)	-8(4)	37(5)	-55(4)
O(16)	136(6)	161(5)	110(5)	8(5)	84(4)	-5(5)
C(1)	108(6)	79(4)	71(4)	-3(3)	-15(4)	-9(4)
C(2)	58(4)	133(6)	76(4)	5(4)	3(3)	11(4)
C(3)	97(5)	109(5)	50(3)	-8(3)	7(3)	32(4)
C(4)	68(4)	151(7)	68(4)	-30(4)	25(3)	-22(4)
C(5)	71(4)	186(9)	73(4)	-6(5)	-5(3)	34(5)
C(6)	43(3)	148(7)	131(7)	-64(6)	23(3)	-9(4)
C(7)	79(5)	155(8)	94(5)	-60(5)	25(4)	-35(5)
C(8)	91(6)	261(15)	188(11)	-157(11)	64(7)	-79(8)
C(9)	238(14)	104(6)	95(6)	46(5)	69(7)	49(7)
C(10)	159(10)	139(8)	170(10)	100(8)	74(8)	63(7)
C(11)	145(10)	236(14)	231(14)	169(13)	108(10)	129(10)
C(12)	690(40)	169(11)	215(14)	149(11)	330(20)	251(19)
C(13)	193(13)	129(9)	252(16)	-80(10)	102(12)	-95(9)
C(14)	231(17)	127(10)	167(12)	-40(9)	17(11)	-81(11)
C(15)	96(8)	129(10)	310(20)	-42(11)	31(10)	-55(7)
C(16)	280(20)	239(17)	490(30)	-230(20)	300(20)	-205(17)

2.6 Thermische Analyse

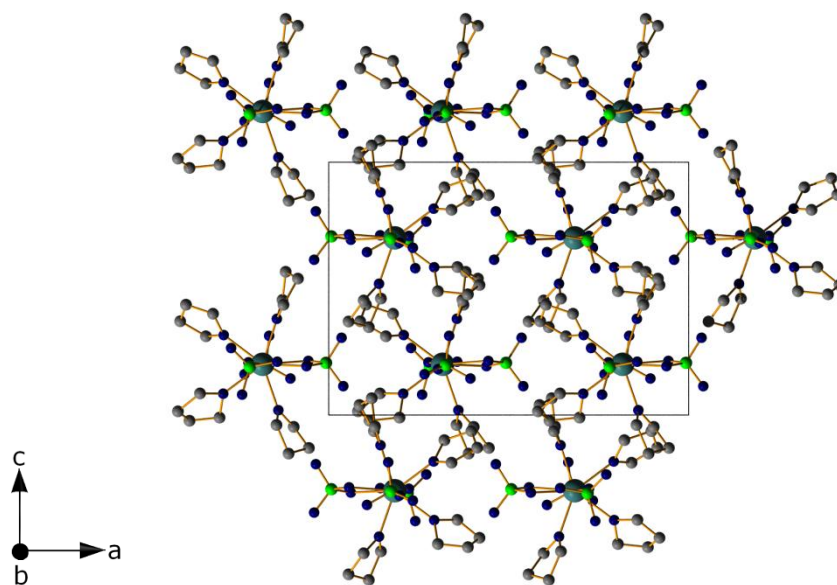
2.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Sm_2O_3 [35]

3. $\text{Er}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4$ - ErCITHF

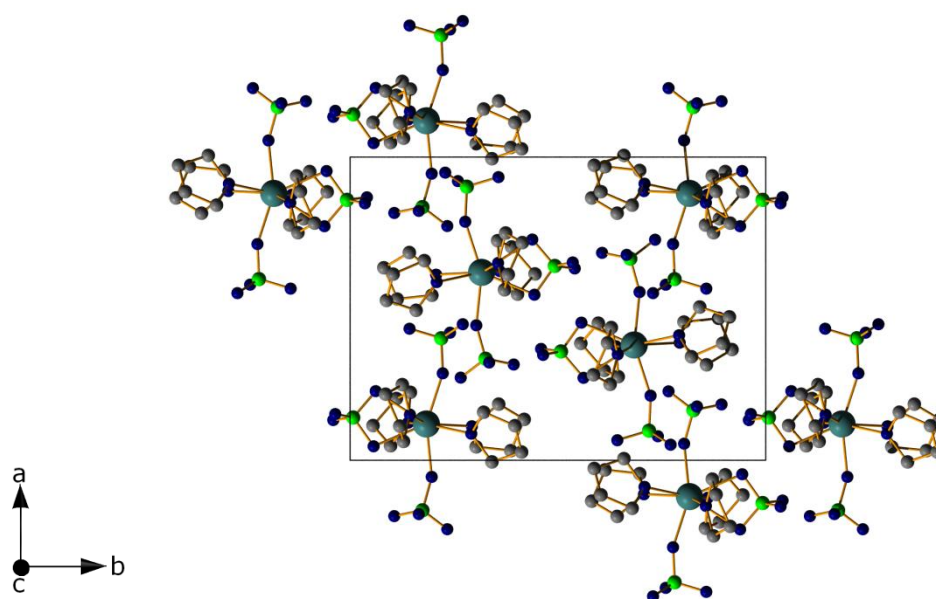
3.1 Diamond Bilder



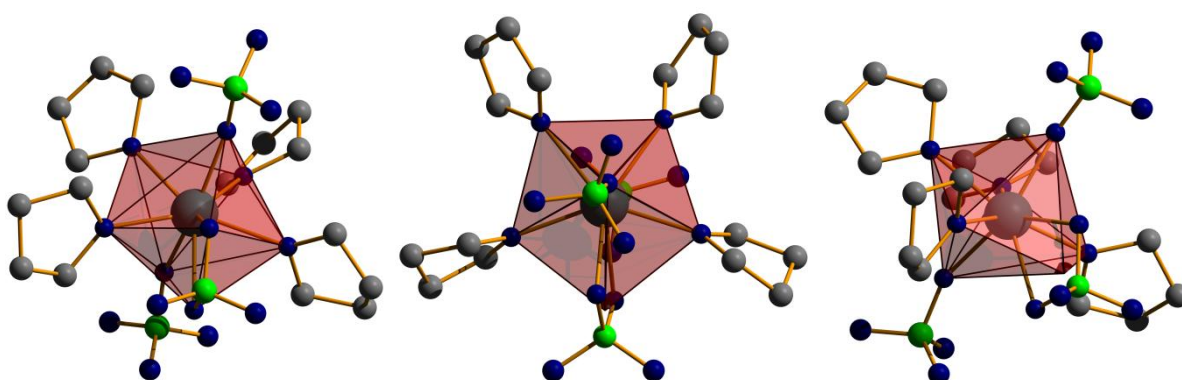
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



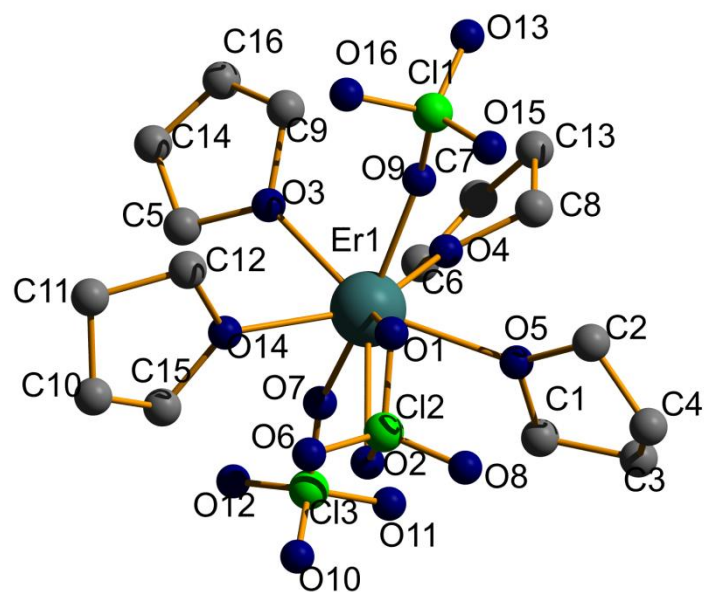
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Achtfache Koordination und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

3.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 3.2 Crystal data and structure refinement for ErClTHF:

Empirical formula	Er(ClO ₄) ₃ (OC ₄ H ₈) ₄
Formula weight	754.03
Temperature	153(2) K
Wavelength	71.073 pm
Crystal system	orthorombic
Space group	<i>Pna</i> 2 ₁ (No. 33)
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 1746.11(7) pm $\alpha = 90^\circ$. <i>b</i> = 1276.20(5) pm $\beta = 90^\circ$. <i>c</i> = 1227.97(6) pm $\gamma = 90^\circ$.
Volume	2.7364(2) nm ³
Z	4
Density (calculated)	1.830 mg/m ³
Absorption coefficient	3.429 mm ⁻¹
F(000)	1500
Crystal size	0.55 x 0.50 x 0.31 mm ³
Theta range for data collection	2.33 to 26.07°.
Index ranges	-21 ≤ <i>h</i> ≤ 21, -15 ≤ <i>k</i> ≤ 15, -15 ≤ <i>l</i> ≤ 15
Reflections collected	28971
Independent reflections	5062 [R(int) = 0.0533]
Completeness to theta = 26.07°	91.7 %
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	5062 / 1 / 329
Goodness-of-fit on F ²	0.925
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0197, wR2 = 0.0430
R indices (all data)	R1 = 0.0244, wR2 = 0.0437
Absolute structure parameter	0.00
Extinction coefficient	0.00005(6)
Largest diff. peak and hole	0.494 and -0.402 e.Å ⁻³

3.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 3.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ErClTHF: U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Er(1)	8164(1)	8803(1)	7006(1)	15(1)
Cl(1)	8259(1)	1650(1)	6989(3)	31(1)
Cl(2)	9925(1)	8590(1)	7064(2)	21(1)
Cl(3)	7808(1)	5976(1)	6914(2)	27(1)
O(1)	9435(1)	9540(2)	7141(4)	19(1)
O(2)	9384(1)	7720(2)	6933(5)	24(1)
O(3)	7084(3)	9124(4)	8163(4)	26(1)
O(4)	7070(3)	8879(4)	5844(4)	26(1)
O(5)	8602(3)	8761(3)	5191(4)	24(1)
O(6)	358(3)	8475(4)	8058(4)	35(1)
O(7)	7770(1)	7131(2)	7084(5)	27(1)
O(8)	404(3)	8673(4)	6143(5)	37(1)
O(9)	8036(2)	548(2)	6819(6)	41(2)
O(10)	8571(2)	5660(3)	7111(7)	60(1)
O(11)	7595(3)	5792(3)	5807(3)	48(1)
C(1)	8550(4)	7757(5)	4609(5)	34(2)
C(2)	9027(3)	9522(5)	4533(5)	30(1)
O(12)	7290(3)	5514(3)	7651(3)	54(1)
C(3)	8887(5)	7963(6)	3474(5)	47(2)
O(13)	7662(3)	2274(3)	6614(4)	67(2)
C(4)	9448(3)	8854(4)	3698(3)	41(1)
C(5)	6786(3)	8415(4)	9006(4)	38(1)
C(6)	6425(2)	8149(4)	5854(4)	30(1)
C(7)	5812(3)	8651(5)	5144(6)	43(2)
C(8)	6967(3)	9558(5)	4898(4)	47(2)
C(9)	6588(3)	54(4)	8115(4)	41(1)
O(14)	8560(3)	8494(3)	8806(4)	17(1)
O(15)	8936(3)	1842(4)	6444(5)	85(2)
C(10)	9145(4)	7820(6)	395(5)	37(2)
C(11)	8805(3)	8873(4)	665(3)	38(1)
C(12)	8715(3)	9378(4)	9552(4)	25(1)

C(13)	6132(4)	9685(6)	4775(6)	52(2)
O(16)	8346(5)	1776(5)	8131(4)	106(2)
C(14)	6036(5)	8859(6)	9366(7)	62(2)
C(15)	8744(4)	7505(5)	9365(5)	30(2)
C(16)	5873(5)	9729(8)	8708(9)	95(4)

3.4 Bindungslängen und -winkel

Table 3.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for ErClTHF:

Er(1)-O(7)	224.3(2)
Er(1)-O(9)	225.0(3)
Er(1)-O(14)	234.9(4)
Er(1)-O(5)	235.7(5)
Er(1)-O(4)	238.7(5)
Er(1)-O(3)	239.5(5)
Er(1)-O(1)	241.5(2)
Er(1)-O(2)	254.1(2)
Er(1)-Cl(2)	308.77(8)
Cl(1)-O(15)	138.1(4)
Cl(1)-O(13)	139.0(4)
Cl(1)-O(16)	142.0(6)
Cl(1)-O(9)	147.4(3)
Cl(2)-O(8)	141.1(6)
Cl(2)-O(6)	144.3(6)
Cl(2)-O(2)	146.7(3)
Cl(2)-O(1)	148.7(2)
Cl(3)-O(12)	140.9(4)
Cl(3)-O(10)	141.2(3)
Cl(3)-O(11)	142.8(4)
Cl(3)-O(7)	149.1(3)
O(3)-C(5)	147.1(7)
O(3)-C(9)	147.1(7)
O(4)-C(8)	146.0(6)
O(4)-C(6)	146.1(7)
O(5)-C(2)	146.6(7)
O(5)-C(1)	147.0(7)

C(1)-C(3)	153.6(8)
C(2)-C(4)	152.3(8)
C(3)-C(4)	152.7(9)
C(5)-C(14)	149.3(8)
C(6)-C(7)	152.2(7)
C(7)-C(13)	150.3(8)
C(8)-C(13)	147.4(8)
C(9)-C(16)	150.4(9)
O(14)-C(15)	147.2(7)
O(14)-C(12)	147.8(6)
C(10)-C(15)	150.1(10)
C(10)-C(11)	150.6(8)
C(11)-C(12)	152.0(6)
C(14)-C(16)	140.2(11)

O(7)-Er(1)-O(9)	156.22(11)
O(7)-Er(1)-O(14)	83.72(18)
O(9)-Er(1)-O(14)	107.0(2)
O(7)-Er(1)-O(5)	96.78(18)
O(9)-Er(1)-O(5)	87.6(2)
O(14)-Er(1)-O(5)	142.21(9)
O(7)-Er(1)-O(4)	79.57(15)
O(9)-Er(1)-O(4)	79.57(16)
O(14)-Er(1)-O(4)	143.63(18)
O(5)-Er(1)-O(4)	72.25(19)
O(7)-Er(1)-O(3)	84.03(17)
O(9)-Er(1)-O(3)	79.24(18)
O(14)-Er(1)-O(3)	72.73(17)
O(5)-Er(1)-O(3)	145.04(18)
O(4)-Er(1)-O(3)	73.57(9)
O(7)-Er(1)-O(1)	130.45(9)
O(9)-Er(1)-O(1)	73.32(9)
O(14)-Er(1)-O(1)	74.35(16)
O(5)-Er(1)-O(1)	77.04(17)
O(4)-Er(1)-O(1)	139.51(15)
O(3)-Er(1)-O(1)	128.01(16)
O(7)-Er(1)-O(2)	75.00(8)

O(9)-Er(1)-O(2)	128.17(10)
O(14)-Er(1)-O(2)	72.24(18)
O(5)-Er(1)-O(2)	71.47(19)
O(4)-Er(1)-O(2)	132.24(18)
O(3)-Er(1)-O(2)	140.70(17)
O(1)-Er(1)-O(2)	56.23(8)
O(7)-Er(1)-Cl(2)	102.74(7)
O(9)-Er(1)-Cl(2)	100.86(7)
O(14)-Er(1)-Cl(2)	70.73(13)
O(5)-Er(1)-Cl(2)	72.36(15)
O(4)-Er(1)-Cl(2)	144.55(14)
O(3)-Er(1)-Cl(2)	141.74(13)
O(1)-Er(1)-Cl(2)	28.11(6)
O(2)-Er(1)-Cl(2)	28.12(6)
O(15)-Cl(1)-O(13)	112.4(4)
O(15)-Cl(1)-O(16)	111.5(5)
O(13)-Cl(1)-O(16)	110.0(4)
O(15)-Cl(1)-O(9)	109.1(3)
O(13)-Cl(1)-O(9)	107.5(3)
O(16)-Cl(1)-O(9)	106.1(4)
O(8)-Cl(2)-O(6)	112.0(2)
O(8)-Cl(2)-O(2)	110.5(4)
O(6)-Cl(2)-O(2)	110.7(3)
O(8)-Cl(2)-O(1)	109.3(3)
O(6)-Cl(2)-O(1)	109.3(3)
O(2)-Cl(2)-O(1)	104.67(14)
O(8)-Cl(2)-Er(1)	124.4(3)
O(6)-Cl(2)-Er(1)	123.4(3)
O(2)-Cl(2)-Er(1)	54.75(10)
O(1)-Cl(2)-Er(1)	49.93(10)
O(12)-Cl(3)-O(10)	112.1(4)
O(12)-Cl(3)-O(11)	112.0(3)
O(10)-Cl(3)-O(11)	111.2(4)
O(12)-Cl(3)-O(7)	107.2(2)
O(10)-Cl(3)-O(7)	107.42(18)
O(11)-Cl(3)-O(7)	106.5(3)
Cl(2)-O(1)-Er(1)	101.96(13)

Cl(2)-O(2)-Er(1)	97.14(12)
C(5)-O(3)-C(9)	108.4(4)
C(5)-O(3)-Er(1)	126.2(3)
C(9)-O(3)-Er(1)	125.3(4)
C(8)-O(4)-C(6)	106.9(4)
C(8)-O(4)-Er(1)	126.7(4)
C(6)-O(4)-Er(1)	125.8(3)
C(2)-O(5)-C(1)	109.9(5)
C(2)-O(5)-Er(1)	132.1(3)
C(1)-O(5)-Er(1)	117.4(3)
Cl(3)-O(7)-Er(1)	157.1(2)
Cl(1)-O(9)-Er(1)	154.6(3)
O(5)-C(1)-C(3)	105.6(5)
O(5)-C(2)-C(4)	104.2(5)
C(4)-C(3)-C(1)	102.1(5)
C(2)-C(4)-C(3)	103.2(5)
O(3)-C(5)-C(14)	106.6(5)
O(4)-C(6)-C(7)	105.6(4)
C(13)-C(7)-C(6)	106.3(4)
O(4)-C(8)-C(13)	105.5(4)
O(3)-C(9)-C(16)	104.3(5)
C(15)-O(14)-C(12)	109.0(4)
C(15)-O(14)-Er(1)	130.3(4)
C(12)-O(14)-Er(1)	120.6(3)
C(15)-C(10)-C(11)	103.9(5)
C(10)-C(11)-C(12)	102.8(4)
O(14)-C(12)-C(11)	104.6(4)
C(8)-C(13)-C(7)	103.9(5)
C(16)-C(14)-C(5)	108.0(5)
O(14)-C(15)-C(10)	105.4(6)
C(14)-C(16)-C(9)	109.2(6)

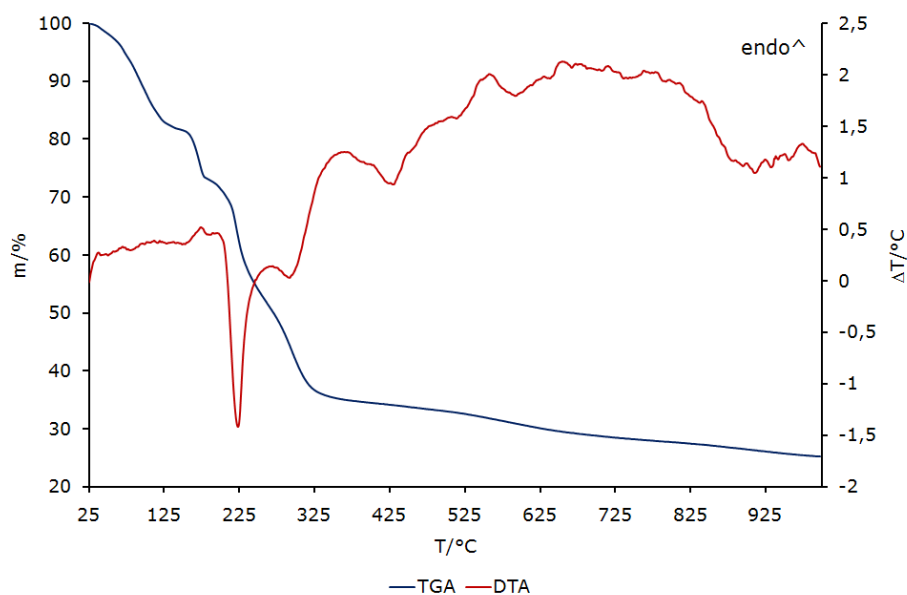
3.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 3.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ErClTHF: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Er(1)	15(1)	14(1)	15(1)	2(1)	-1(1)	-1(1)
Cl(1)	33(1)	16(1)	43(1)	7(1)	0(1)	0(1)
Cl(2)	17(1)	20(1)	27(1)	-1(1)	1(1)	3(1)
Cl(3)	39(1)	16(1)	24(1)	2(1)	-2(1)	-7(1)
O(1)	18(1)	16(1)	23(2)	-1(1)	-2(1)	2(1)
O(2)	26(1)	17(1)	27(2)	-4(2)	-1(2)	1(1)
O(3)	20(2)	28(2)	28(2)	3(2)	3(2)	1(2)
O(4)	21(2)	29(2)	27(2)	15(2)	-9(2)	-11(2)
O(5)	33(2)	23(2)	16(2)	-1(1)	1(1)	-12(2)
O(6)	29(2)	38(2)	37(2)	5(2)	-19(2)	10(2)
O(7)	31(1)	14(1)	34(2)	-1(2)	-6(2)	-5(1)
O(8)	31(2)	36(3)	43(3)	2(2)	18(2)	4(2)
O(9)	25(2)	15(1)	82(5)	2(2)	-2(2)	-1(1)
O(10)	51(2)	31(2)	97(4)	-2(3)	-34(3)	11(1)
O(11)	81(3)	39(2)	23(2)	-6(2)	-7(2)	-20(2)
C(1)	46(4)	34(4)	21(2)	-5(2)	11(2)	-19(3)
C(2)	32(3)	33(3)	25(2)	12(2)	-1(2)	-12(2)
O(12)	85(3)	35(2)	42(2)	10(2)	24(2)	-22(2)
C(3)	66(5)	53(5)	23(3)	1(3)	7(3)	-25(4)
O(13)	67(3)	34(2)	99(4)	16(2)	-12(2)	18(2)
C(4)	55(3)	42(3)	26(2)	4(2)	11(2)	-21(3)
C(5)	31(3)	49(3)	32(2)	11(2)	6(2)	-2(2)
C(6)	22(2)	31(3)	36(2)	14(2)	-5(2)	-8(2)
C(7)	28(3)	40(3)	60(4)	15(3)	-22(2)	-8(2)
C(8)	39(3)	57(3)	46(3)	39(3)	-12(2)	-16(2)
C(9)	32(3)	36(3)	55(3)	2(2)	13(2)	7(2)
O(14)	20(2)	16(2)	14(2)	-1(1)	-4(1)	0(2)
O(15)	58(3)	40(3)	155(5)	5(3)	52(3)	-18(2)
C(10)	48(4)	39(3)	23(3)	5(2)	-7(2)	11(3)
C(11)	63(4)	35(3)	15(2)	-3(2)	-3(2)	-3(2)
C(12)	43(4)	15(2)	18(2)	-1(2)	2(2)	-1(2)
C(13)	35(4)	64(5)	56(4)	35(3)	-12(3)	-12(3)

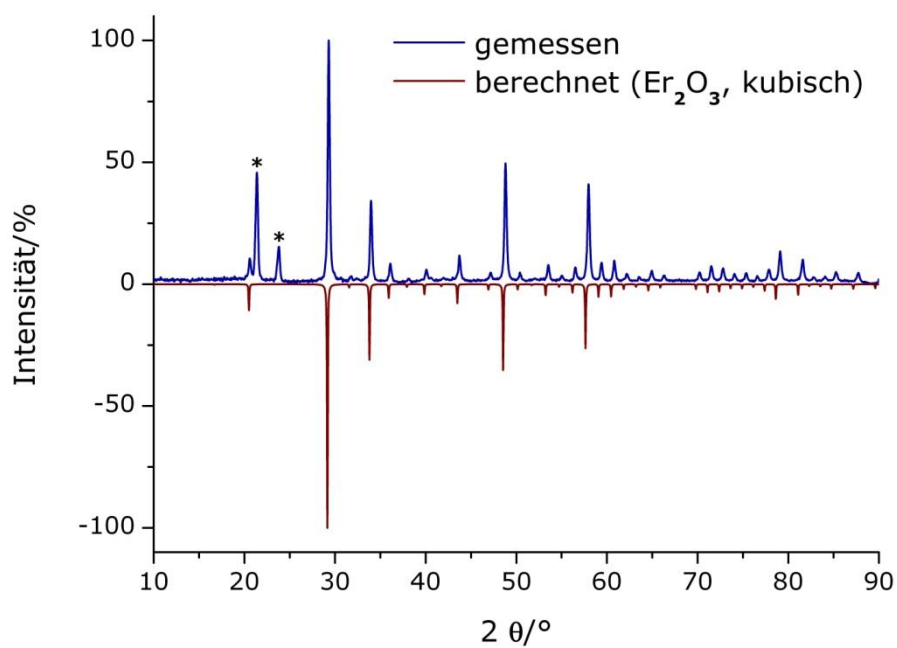
O(16)	182(7)	87(4)	50(3)	-14(3)	-25(3)	-51(4)
C(14)	54(5)	53(5)	79(5)	-1(4)	39(4)	-10(3)
C(15)	43(4)	17(3)	31(3)	4(2)	-2(2)	6(2)
C(16)	49(5)	91(7)	144(9)	45(6)	58(5)	32(5)

3.6 Thermische Analyse



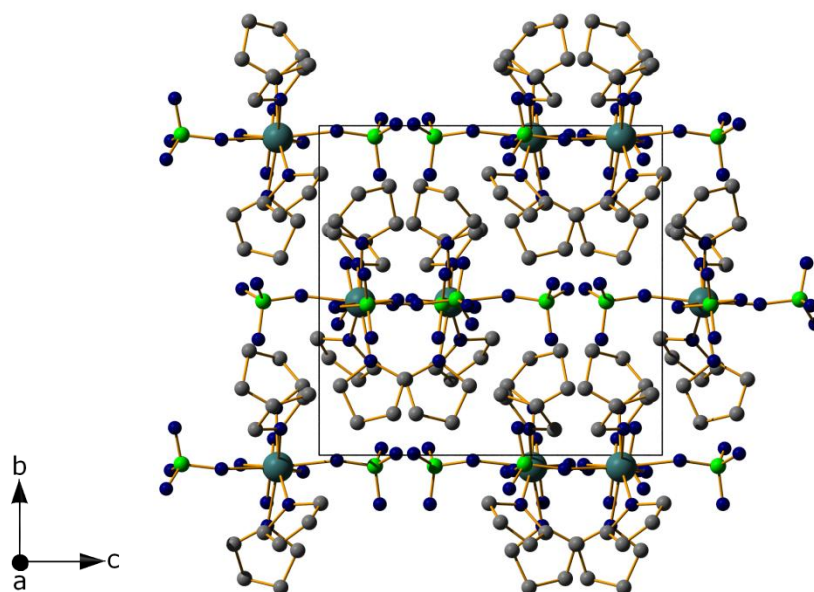
3.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes Er₂O₃ [37]

* = Messartefakte vom Diffraktometer bei einer Kapillarmessung

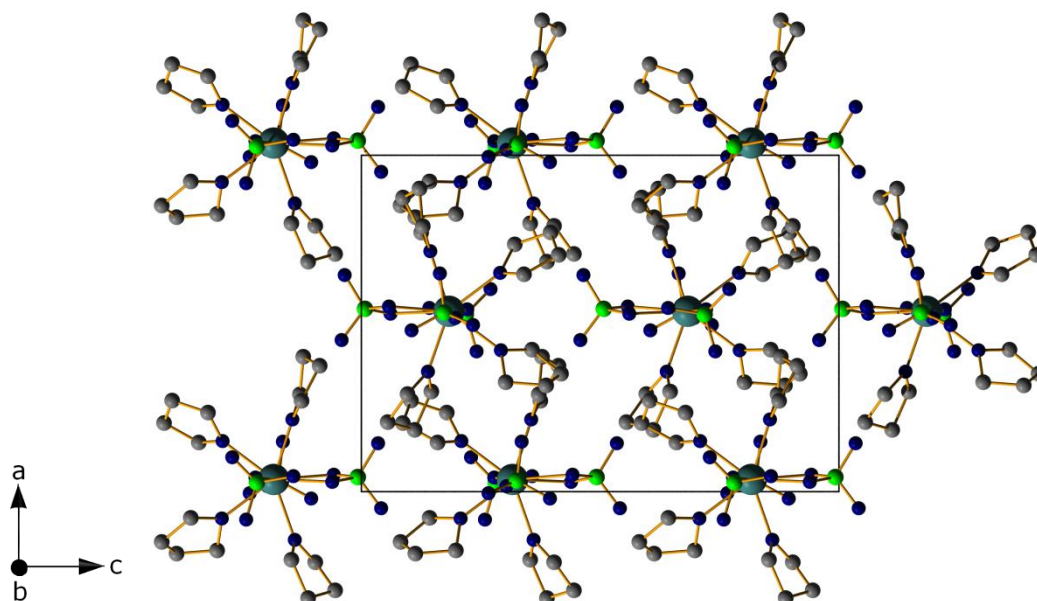


4. $\text{Lu}(\text{ClO}_4)_3(\text{OC}_4\text{H}_8)_4 - \text{LuCITHF}$

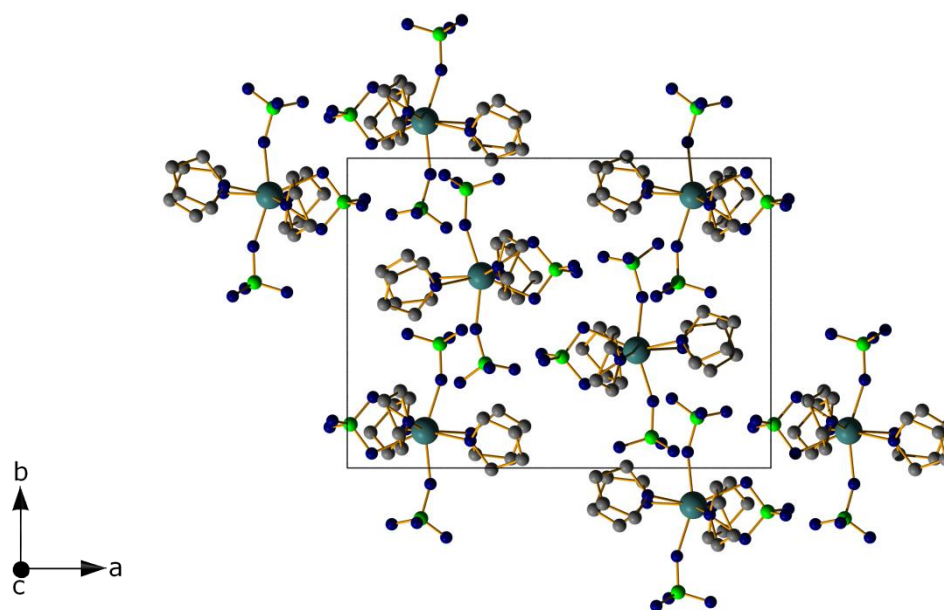
4.1 Diamond Bilder



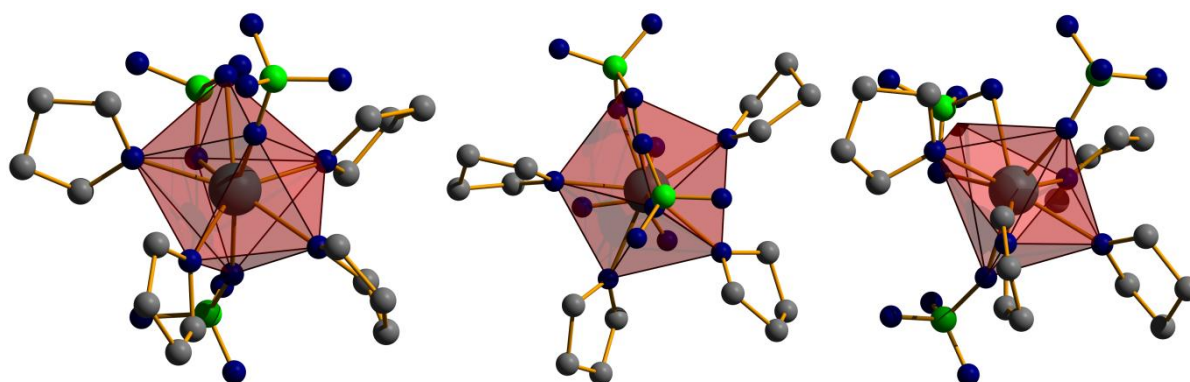
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



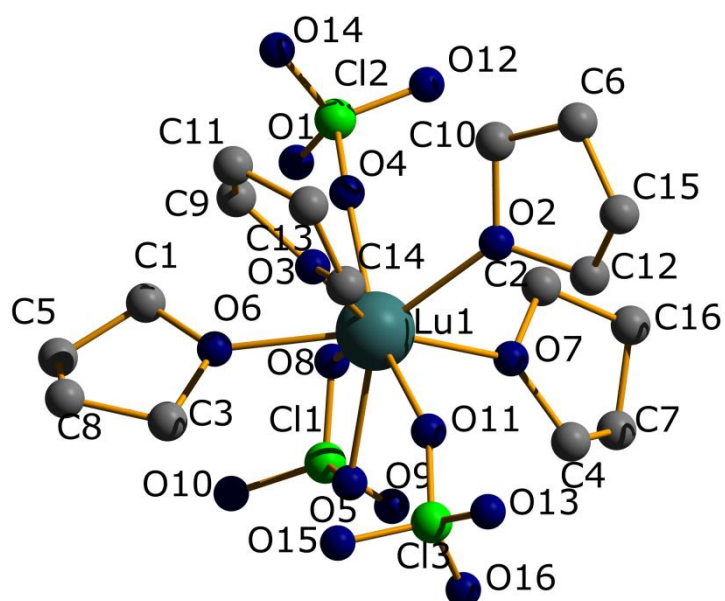
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Achtfache Koordination und verzerrte pentagonale Bipyramide



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

4.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 4.2 Crystal data and structure refinement for LuCITHF:

Empirical formula	Lu(ClO ₄) ₃ (OC ₂ H ₈) ₄	
Formula weight	761.74	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	orthorhombic	
Space group	Pna2 ₁ (No. 33)	
Unit cell dimensions	a = 1739.27(6) pm	a = 90°
	b = 1274.08(5) pm	b = 90°
	c = 1224.52(8) pm	g = 90°
Volume	2.7135(2) nm ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.865 Mg/m ³	
Absorption coefficient	4.003 mm ⁻¹	
F(000)	1512	
Crystal size	0.80 x 0.29 x 0.21 mm ³	
Theta range for data collection	2.31 to 26.09°.	
Index ranges	-19 ≤ h ≤ 19, -15 ≤ k ≤ 15, -15 ≤ l ≤ 15	
Reflections collected	29316	
Independent reflections	4901 [R(int) = 0.0835]	
Completeness to theta = 26.09°	88.9 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4901 / 1 / 329	
Goodness-of-fit on F ²	0.935	
Final R indices [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0227, wR2 = 0.0471	
R indices (all data)	R1 = 0.0276, wR2 = 0.0478	
Absolute structure parameter	0.00	
Extinction coefficient	0.00031(8)	
Largest diff. peak and hole	1.656 and -1.159 e.Å ⁻³	

4.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 4.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LuCITHF: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Lu(1)	1834(1)	1201(1)	362(1)	15(1)
Cl(1)	75(1)	1411(1)	435(2)	22(1)
Cl(2)	2188(1)	4007(1)	274(2)	26(1)
O(1)	1423(3)	4327(2)	461(8)	58(2)
O(2)	2922(4)	1122(4)	-797(5)	25(1)
O(3)	2906(4)	882(4)	1504(5)	27(1)
O(4)	2218(2)	2847(2)	420(6)	25(1)
O(5)	578(2)	469(2)	504(4)	19(1)
O(6)	1444(4)	1505(4)	2147(4)	18(1)
O(7)	1394(4)	1251(4)	-1432(5)	24(1)
O(8)	610(2)	2288(2)	290(6)	25(1)
O(9)	-414(4)	1320(4)	-493(5)	35(2)
O(10)	-350(4)	1526(5)	1439(5)	36(1)
C(1)	1253(5)	2483(5)	2701(6)	28(2)
C(2)	1465(5)	2247(6)	-2023(5)	32(2)
C(3)	1286(5)	624(4)	2892(5)	26(2)
C(4)	966(5)	483(6)	-2099(6)	31(2)
C(5)	873(6)	2174(7)	3744(7)	39(2)
Cl(3)	1740(1)	-1628(1)	330(3)	30(1)
O(11)	1964(2)	-517(2)	161(4)	32(2)
O(12)	2412(3)	4206(3)	-830(3)	48(1)
O(13)	2338(3)	-2242(3)	-45(5)	64(2)
O(14)	2704(3)	4456(3)	1022(4)	50(1)
C(6)	4180(5)	1347(6)	-1494(6)	42(2)
C(7)	550(4)	1149(4)	-2933(4)	41(2)
C(8)	1217(4)	1119(4)	4011(4)	36(1)
C(9)	3212(4)	1602(4)	2351(4)	36(1)
C(10)	3572(3)	1856(4)	-779(5)	31(1)
O(15)	1644(6)	-1770(5)	1487(5)	101(3)
O(16)	1051(4)	-1816(3)	-204(6)	81(2)
C(11)	3962(6)	1151(6)	2708(9)	63(3)
C(12)	3021(4)	442(5)	-1747(5)	44(2)

C(13)	4132(6)	286(8)	2040(11)	86(4)
C(14)	3405(4)	-46(4)	1462(5)	40(1)
C(15)	3870(5)	304(7)	-1841(6)	49(2)
C(16)	1115(6)	2037(8)	-3163(7)	52(3)

4.4 Bindungslängen und -winkel

Table 4.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for LuCITHF:

Lu(1)-O(4)	220.2(2)
Lu(1)-O(11)	221.5(3)
Lu(1)-O(6)	232.1(5)
Lu(1)-O(7)	232.7(6)
Lu(1)-O(3)	236.5(6)
Lu(1)-O(2)	236.7(7)
Lu(1)-O(5)	238.2(3)
Lu(1)-O(8)	254.1(3)
Lu(1)-Cl(1)	307.28(11)
Cl(1)-O(9)	142.3(7)
Cl(1)-O(10)	144.1(7)
Cl(1)-O(8)	146.5(3)
Cl(1)-O(5)	148.8(3)
Cl(2)-O(14)	140.5(4)
Cl(2)-O(1)	141.0(4)
Cl(2)-O(12)	143.0(5)
Cl(2)-O(4)	149.1(3)
O(2)-C(12)	146.0(7)
O(2)-C(10)	146.7(8)
O(3)-C(14)	146.9(8)
O(3)-C(9)	148.4(7)
O(6)-C(1)	145.7(8)
O(6)-C(3)	147.3(7)
O(7)-C(2)	146.6(8)
O(7)-C(4)	147.7(8)
C(1)-C(5)	149.1(12)
C(2)-C(16)	154.5(11)
C(3)-C(8)	151.3(8)

C(4)-C(7)	151.1(10)
C(5)-C(8)	150.7(10)
Cl(3)-O(13)	138.1(5)
Cl(3)-O(16)	138.5(6)
Cl(3)-O(15)	143.8(7)
Cl(3)-O(11)	148.3(3)
C(6)-C(15)	149.5(9)
C(6)-C(10)	151.8(9)
C(7)-C(16)	152.5(11)
C(9)-C(11)	149.1(11)
C(11)-C(13)	140.4(12)
C(12)-C(15)	149.2(10)
C(13)-C(14)	150.9(11)

O(4)-Lu(1)-O(11)	156.06(13)
O(4)-Lu(1)-O(6)	84.2(2)
O(11)-Lu(1)-O(6)	107.48(18)
O(4)-Lu(1)-O(7)	96.0(2)
O(11)-Lu(1)-O(7)	87.46(18)
O(6)-Lu(1)-O(7)	142.01(12)
O(4)-Lu(1)-O(3)	84.57(19)
O(11)-Lu(1)-O(3)	79.38(18)
O(6)-Lu(1)-O(3)	72.7(2)
O(7)-Lu(1)-O(3)	145.3(2)
O(4)-Lu(1)-O(2)	79.48(17)
O(11)-Lu(1)-O(2)	79.00(16)
O(6)-Lu(1)-O(2)	143.6(2)
O(7)-Lu(1)-O(2)	72.4(2)
O(3)-Lu(1)-O(2)	73.59(12)
O(4)-Lu(1)-O(5)	130.45(10)
O(11)-Lu(1)-O(5)	73.43(11)
O(6)-Lu(1)-O(5)	74.26(19)
O(7)-Lu(1)-O(5)	77.2(2)
O(3)-Lu(1)-O(5)	127.77(19)
O(2)-Lu(1)-O(5)	139.46(17)
O(4)-Lu(1)-O(8)	74.69(10)
O(11)-Lu(1)-O(8)	128.37(11)

O(6)-Lu(1)-O(8)	72.4(2)
O(7)-Lu(1)-O(8)	71.1(2)
O(3)-Lu(1)-O(8)	140.7(2)
O(2)-Lu(1)-O(8)	132.2(2)
O(5)-Lu(1)-O(8)	56.48(8)
O(4)-Lu(1)-Cl(1)	102.59(8)
O(11)-Lu(1)-Cl(1)	101.03(9)
O(6)-Lu(1)-Cl(1)	70.56(17)
O(7)-Lu(1)-Cl(1)	72.39(19)
O(3)-Lu(1)-Cl(1)	141.50(17)
O(2)-Lu(1)-Cl(1)	144.76(17)
O(5)-Lu(1)-Cl(1)	28.20(6)
O(8)-Lu(1)-Cl(1)	28.28(6)
O(9)-Cl(1)-O(10)	112.5(3)
O(9)-Cl(1)-O(8)	110.2(4)
O(10)-Cl(1)-O(8)	110.6(4)
O(9)-Cl(1)-O(5)	109.3(3)
O(10)-Cl(1)-O(5)	109.6(4)
O(8)-Cl(1)-O(5)	104.38(18)
O(9)-Cl(1)-Lu(1)	124.3(3)
O(10)-Cl(1)-Lu(1)	122.9(3)
O(8)-Cl(1)-Lu(1)	55.26(12)
O(5)-Cl(1)-Lu(1)	49.13(12)
O(14)-Cl(2)-O(1)	112.3(4)
O(14)-Cl(2)-O(12)	111.7(4)
O(1)-Cl(2)-O(12)	111.1(5)
O(14)-Cl(2)-O(4)	107.6(3)
O(1)-Cl(2)-O(4)	107.5(2)
O(12)-Cl(2)-O(4)	106.3(3)
C(12)-O(2)-C(10)	107.4(5)
C(12)-O(2)-Lu(1)	126.7(4)
C(10)-O(2)-Lu(1)	125.4(4)
C(14)-O(3)-C(9)	108.1(5)
C(14)-O(3)-Lu(1)	125.7(4)
C(9)-O(3)-Lu(1)	126.2(4)
Cl(2)-O(4)-Lu(1)	158.5(3)
Cl(1)-O(5)-Lu(1)	102.67(14)

C(1)-O(6)-C(3)	108.7(5)
C(1)-O(6)-Lu(1)	130.4(4)
C(3)-O(6)-Lu(1)	120.7(4)
C(2)-O(7)-C(4)	110.0(6)
C(2)-O(7)-Lu(1)	117.6(4)
C(4)-O(7)-Lu(1)	132.1(4)
Cl(1)-O(8)-Lu(1)	96.45(13)
O(6)-C(1)-C(5)	105.9(6)
O(7)-C(2)-C(16)	105.3(6)
O(6)-C(3)-C(8)	104.9(4)
O(7)-C(4)-C(7)	104.1(5)
C(1)-C(5)-C(8)	104.2(6)
O(13)-Cl(3)-O(16)	113.4(4)
O(13)-Cl(3)-O(15)	110.1(5)
O(16)-Cl(3)-O(15)	110.1(6)
O(13)-Cl(3)-O(11)	107.2(3)
O(16)-Cl(3)-O(11)	109.0(3)
O(15)-Cl(3)-O(11)	106.8(4)
Cl(3)-O(11)-Lu(1)	154.3(3)
C(15)-C(6)-C(10)	107.0(6)
C(4)-C(7)-C(16)	103.5(6)
C(5)-C(8)-C(3)	101.9(5)
O(3)-C(9)-C(11)	106.3(5)
O(2)-C(10)-C(6)	104.8(5)
C(13)-C(11)-C(9)	108.5(7)
O(2)-C(12)-C(15)	104.4(5)
C(11)-C(13)-C(14)	108.4(8)
O(3)-C(14)-C(13)	104.7(6)
C(12)-C(15)-C(6)	103.3(6)
C(7)-C(16)-C(2)	102.4(6)

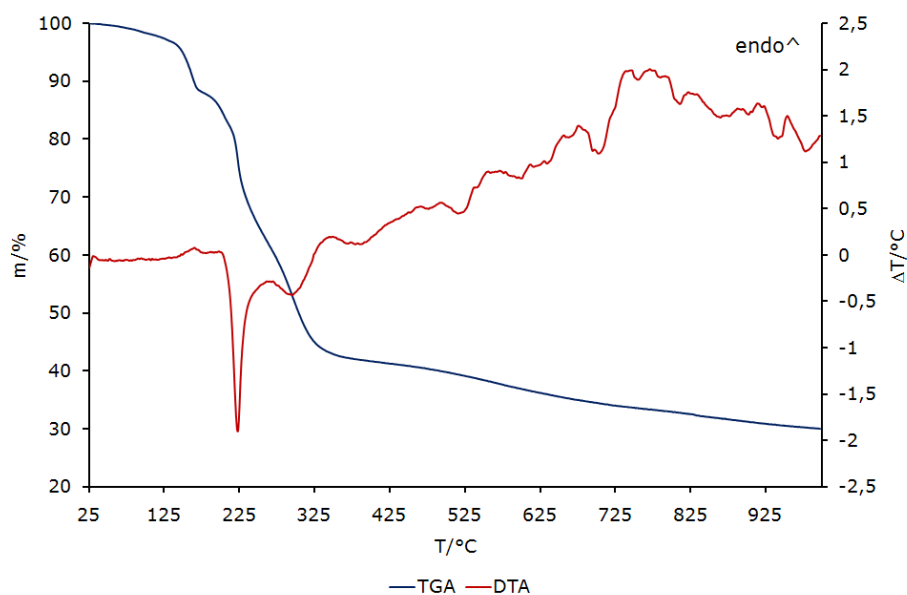
4.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for LuCITHF: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2p^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

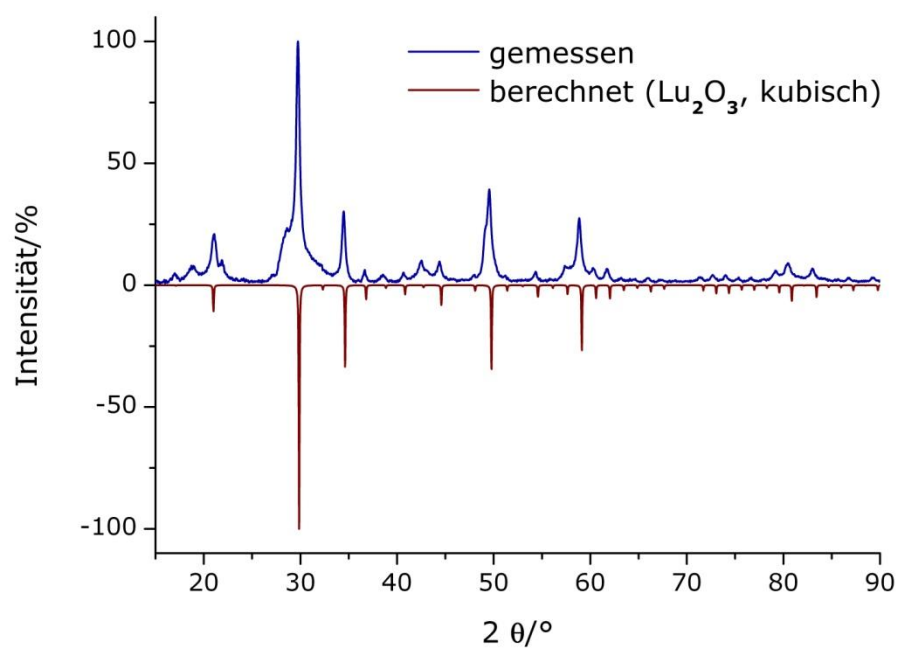
	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Lu(1)	18(1)	15(1)	12(1)	-1(1)	2(1)	-1(1)
Cl(1)	21(1)	21(1)	23(1)	1(1)	-1(1)	3(1)
Cl(2)	41(1)	18(1)	20(1)	-4(1)	4(1)	-7(1)
O(1)	52(3)	30(2)	91(4)	4(4)	37(4)	10(2)
O(2)	22(3)	29(3)	25(2)	-15(2)	4(2)	-10(2)
O(3)	28(3)	29(2)	24(2)	-8(2)	-7(2)	3(2)
O(4)	30(2)	19(1)	27(2)	-2(3)	5(3)	-2(1)
O(5)	23(2)	17(1)	17(3)	2(1)	3(2)	0(1)
O(6)	25(3)	17(2)	12(2)	0(2)	6(2)	1(2)
O(7)	26(3)	27(2)	17(2)	2(2)	-1(2)	-12(2)
O(8)	35(2)	17(1)	23(2)	1(2)	1(3)	-1(1)
O(9)	33(3)	34(3)	37(3)	-5(2)	-19(2)	3(2)
O(10)	30(3)	44(3)	34(3)	-7(2)	14(2)	8(2)
C(1)	38(5)	18(3)	29(3)	-5(2)	6(3)	5(3)
C(2)	39(5)	44(4)	13(3)	7(3)	-6(3)	-13(3)
C(3)	44(6)	15(3)	19(3)	5(2)	4(3)	1(3)
C(4)	39(5)	30(3)	25(3)	-10(2)	-5(3)	-13(3)
C(5)	53(6)	35(3)	27(4)	-2(3)	12(3)	7(3)
Cl(3)	35(1)	17(1)	38(1)	-4(1)	-2(1)	0(1)
O(11)	27(2)	16(1)	53(5)	0(2)	3(2)	1(1)
O(12)	86(4)	38(2)	18(2)	8(2)	10(2)	-19(2)
O(13)	63(4)	35(2)	95(4)	-14(2)	14(3)	17(2)
O(14)	79(4)	33(2)	38(3)	-11(2)	-23(2)	-18(2)
C(6)	31(4)	46(4)	49(4)	-16(3)	16(3)	-6(3)
C(7)	53(5)	44(3)	25(2)	-3(2)	-7(3)	-20(3)
C(8)	63(5)	33(3)	11(2)	6(2)	4(2)	0(3)
C(9)	35(4)	47(3)	25(2)	-11(2)	-7(2)	-8(3)
C(10)	25(4)	35(3)	33(3)	-11(2)	5(2)	-13(2)
O(15)	175(9)	83(4)	46(3)	11(3)	20(4)	-49(5)
O(16)	60(4)	39(2)	143(6)	-8(3)	-51(4)	-13(2)
C(11)	58(7)	51(5)	81(7)	-9(4)	-43(5)	2(4)
C(12)	37(5)	53(3)	41(3)	-31(3)	9(3)	-12(3)

C(13)	42(7)	88(7)	129(10)	-43(7)	-45(6)	28(5)
C(14)	37(4)	34(3)	50(3)	-3(2)	-14(3)	10(2)
C(15)	30(5)	70(5)	47(4)	-34(4)	10(3)	-4(3)
C(16)	82(8)	60(6)	14(3)	0(3)	-4(4)	-30(5)

4.6 Thermische Analyse

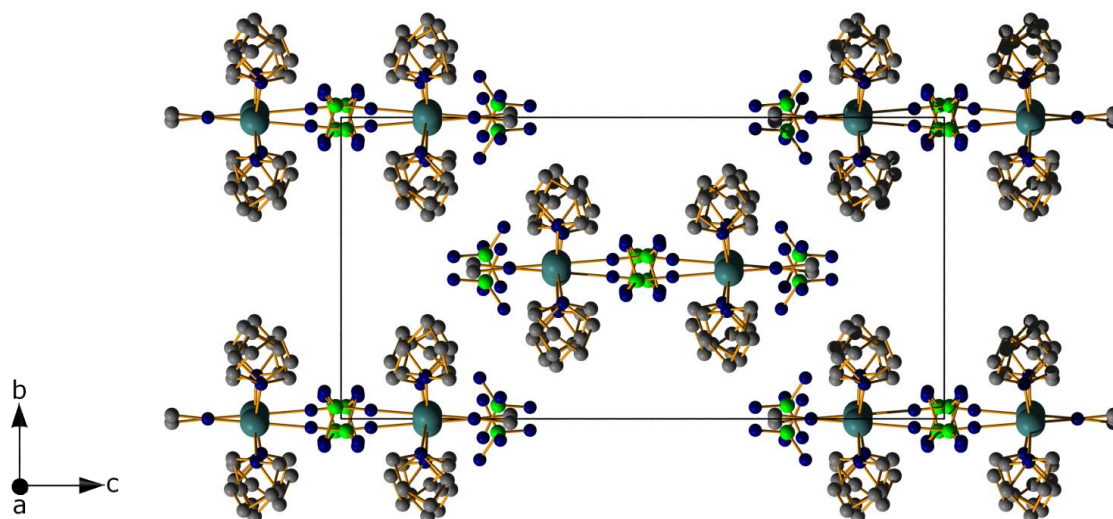


4.7 Pulverdiffraktogramm des Oxid-Rückstandes Lu_2O_3 [39]

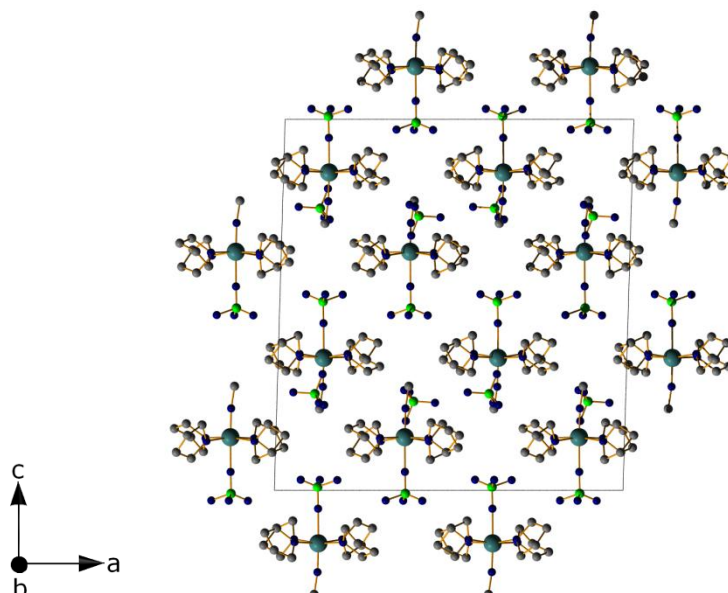


5. $[\text{Sc}(\text{ClO}_4)(\text{OMe})(\text{OC}_4\text{H}_8)_4]\text{ClO}_4$ - ScClTHF

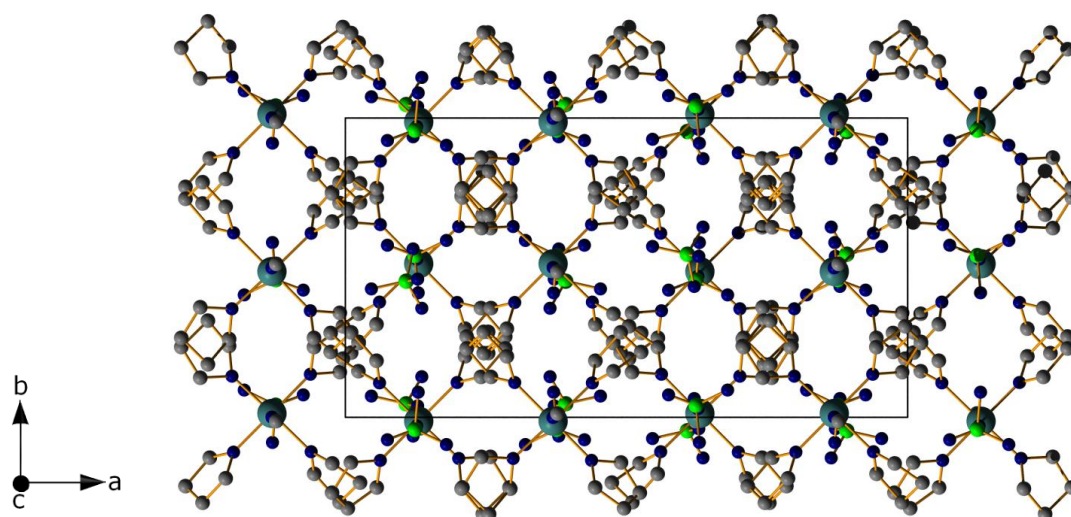
5.1 Diamond Bilder



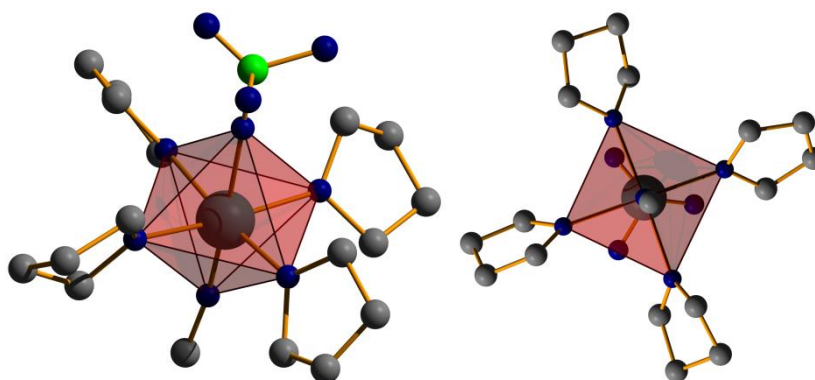
Projektion der Kristallstruktur auf (100)



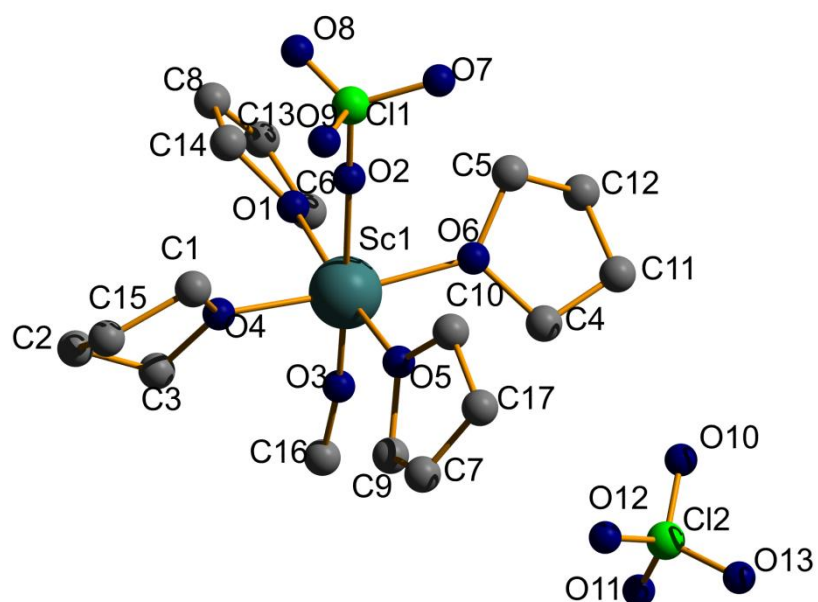
Projektion der Kristallstruktur auf (010)



Projektion der Kristallstruktur auf (001)



Oktaedrische Koordination des Sc^{3+} -Kations



Beschriftung der asymmetrischen Einheit

5.2 Kristallographische Daten und Geräteparameter

Table 5.2 Crystal data and structure refinement for ScClTHF:

Empirical formula	[Sc(ClO ₄) ₂ (MeO)(OC ₄ H ₈) ₄]ClO ₄	
Formula weight	560.29	
Temperature	153(2) K	
Wavelength	71.073 pm	
Crystal system	monoclinic	
Space group	<i>I</i> 2/ <i>a</i> (No. 15)	
Unit cell dimensions	<i>a</i> = 2190.26(16) pm	$\alpha = 90^\circ$
	<i>b</i> = 1168.43(7) pm	$\beta = 91.668(10)^\circ$
	<i>c</i> = 2331.3(2) pm	$\gamma = 90^\circ$
Volume	5.9636(8) nm ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.248 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.477 mm ⁻¹	
F(000)	2344	
Crystal size	0.46 x 0.46 x 0.33 mm ³	
Theta range for data collection	2.52 to 26.18°.	
Index ranges	-27 ≤ <i>h</i> ≤ 26, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, -28 ≤ <i>l</i> ≤ 28	
Reflections collected	32173	
Independent reflections	5892 [R(int) = 0.1371]	
Completeness to theta = 26.18°	98.3 %	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	5892 / 180 / 298	
Goodness-of-fit on F ²	1.911	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.2251, wR2 = 0.5952	
R indices (all data)	R1 = 0.2995, wR2 = 0.6121	
Largest diff. peak and hole	2.053 and -1.190 e.Å ⁻³	

5.3 Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter

Table 5.3 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ScCITHF: $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Sc(1)	1305(1)	9870(3)	1431(1)	44(1)
O(1)	622(5)	8561(10)	1397(5)	56(3)
O(2)	1270(5)	9713(11)	496(5)	58(3)
O(3)	1306(4)	9994(9)	2208(5)	51(3)
O(4)	608(5)	1150(10)	1323(5)	52(3)
O(5)	1988(5)	1163(10)	1326(5)	53(3)
O(6)	2016(5)	8626(10)	1408(5)	52(3)
C(1)	554(10)	1890(20)	827(11)	87(7)
C(2)	9739(8)	2182(17)	1481(10)	68(5)
C(3)	232(9)	1540(20)	1784(9)	72(6)
C(4)	2580(9)	8678(18)	1793(10)	72(6)
C(5)	2067(9)	7615(19)	1044(9)	69(5)
C(6)	558(9)	7655(17)	1819(10)	68(5)
C(7)	2539(10)	2856(17)	1482(12)	81(7)
C(8)	9764(9)	7480(20)	1149(13)	100(8)
C(9)	2128(8)	2038(16)	1763(10)	65(5)
C(10)	2411(9)	1350(19)	861(10)	76(6)
C(11)	2918(8)	7654(16)	1662(11)	72(6)
C(12)	2444(9)	6770(20)	1435(11)	78(6)
C(13)	44(10)	6960(20)	1612(12)	87(7)
C(14)	98(8)	8490(20)	1021(11)	87(7)
C(15)	103(10)	2840(20)	1022(10)	80(6)
Cl(1)	1239(2)	9597(8)	9912(2)	94(2)
O(7)	1798(10)	9090(20)	9725(10)	132(7)
O(8)	748(15)	9250(30)	9716(12)	180(11)
O(9)	1296(12)	840(30)	9719(13)	163(10)
C(16)	1228(7)	126(16)	2806(7)	50(4)
C(17)	2843(11)	2300(30)	1024(14)	104(9)
Cl(2)	3918(3)	451(5)	2603(3)	76(2)
O(10)	3795(9)	9373(16)	2355(9)	117(7)
O(11)	3714(12)	380(20)	3133(11)	148(9)

O(12)	3640(12)	1357(19)	2300(10)	138(8)
O(13)	4537(8)	710(18)	2641(9)	111(6)

5.4 Bindungslängen und -winkel

Table 5.4 Bond lengths [pm] and angles [°] for ScClTHF:

Sc(1)-O(3)	181.7(13)
Sc(1)-O(6)	213.2(11)
Sc(1)-O(1)	214.0(11)
Sc(1)-O(5)	214.5(11)
Sc(1)-O(4)	214.7(11)
Sc(1)-O(2)	218.6(13)
O(1)-C(14)	143(2)
O(1)-C(6)	145(2)
O(2)-Cl(1)	136.9(13)
O(3)-C(16)	142(2)
O(4)-C(3)	144(2)
O(4)-C(1)	145(2)
O(5)-C(10)	146(2)
O(5)-C(9)	147(2)
O(6)-C(5)	146(2)
O(6)-C(4)	151(2)
C(1)-C(15)	156(3)
C(2)-C(3)	148(3)
C(2)-C(15)	156(3)
C(4)-C(11)	144(3)
C(5)-C(12)	156(3)
C(6)-C(13)	146(3)
C(7)-C(17)	143(3)
C(7)-C(9)	148(2)
C(8)-C(13)	137(3)
C(8)-C(14)	143(3)
C(10)-C(17)	150(3)
C(11)-C(12)	154(3)
Cl(1)-O(8)	122(3)
Cl(1)-O(7)	144(2)

Cl(1)-O(9)	153(3)
Cl(2)-O(11)	133(2)
Cl(2)-O(13)	138.8(17)
Cl(2)-O(12)	140(2)
Cl(2)-O(10)	140.9(18)

O(3)-Sc(1)-O(6)	95.8(5)
O(3)-Sc(1)-O(1)	94.3(5)
O(6)-Sc(1)-O(1)	91.2(5)
O(3)-Sc(1)-O(5)	94.4(5)
O(6)-Sc(1)-O(5)	88.0(4)
O(1)-Sc(1)-O(5)	171.3(5)
O(3)-Sc(1)-O(4)	92.4(5)
O(6)-Sc(1)-O(4)	171.7(5)
O(1)-Sc(1)-O(4)	90.0(5)
O(5)-Sc(1)-O(4)	89.6(4)
O(3)-Sc(1)-O(2)	178.0(4)
O(6)-Sc(1)-O(2)	85.5(5)
O(1)-Sc(1)-O(2)	84.2(5)
O(5)-Sc(1)-O(2)	87.2(5)
O(4)-Sc(1)-O(2)	86.4(5)
C(14)-O(1)-C(6)	106.4(14)
C(14)-O(1)-Sc(1)	127.8(12)
C(6)-O(1)-Sc(1)	125.2(11)
Cl(1)-O(2)-Sc(1)	178.8(9)
C(16)-O(3)-Sc(1)	172.8(9)
C(3)-O(4)-C(1)	111.7(16)
C(3)-O(4)-Sc(1)	123.4(11)
C(1)-O(4)-Sc(1)	123.5(12)
C(10)-O(5)-C(9)	106.6(12)
C(10)-O(5)-Sc(1)	130.4(11)
C(9)-O(5)-Sc(1)	123.0(10)
C(5)-O(6)-C(4)	107.6(13)
C(5)-O(6)-Sc(1)	129.4(10)
C(4)-O(6)-Sc(1)	122.9(10)
O(4)-C(1)-C(15)	103.4(18)
C(3)-C(2)-C(15)	101.6(15)

O(4)-C(3)-C(2)	103.2(16)
C(11)-C(4)-O(6)	104.9(16)
O(6)-C(5)-C(12)	102.7(16)
O(1)-C(6)-C(13)	105.7(17)
C(17)-C(7)-C(9)	110.0(18)
C(13)-C(8)-C(14)	108.1(18)
O(5)-C(9)-C(7)	105.1(17)
O(5)-C(10)-C(17)	109.3(19)
C(4)-C(11)-C(12)	106.4(16)
C(11)-C(12)-C(5)	96.7(17)
C(8)-C(13)-C(6)	109.8(19)
O(1)-C(14)-C(8)	109.1(19)
C(2)-C(15)-C(1)	100.8(18)
O(8)-Cl(1)-O(2)	114.9(16)
O(8)-Cl(1)-O(7)	119.7(19)
O(2)-Cl(1)-O(7)	108.8(12)
O(8)-Cl(1)-O(9)	107(2)
O(2)-Cl(1)-O(9)	101.3(14)
O(7)-Cl(1)-O(9)	103.2(14)
C(7)-C(17)-C(10)	102.8(18)
O(11)-Cl(2)-O(13)	108.1(15)
O(11)-Cl(2)-O(12)	111.4(14)
O(13)-Cl(2)-O(12)	106.0(15)
O(11)-Cl(2)-O(10)	104.9(16)
O(13)-Cl(2)-O(10)	113.3(12)
O(12)-Cl(2)-O(10)	113.2(14)

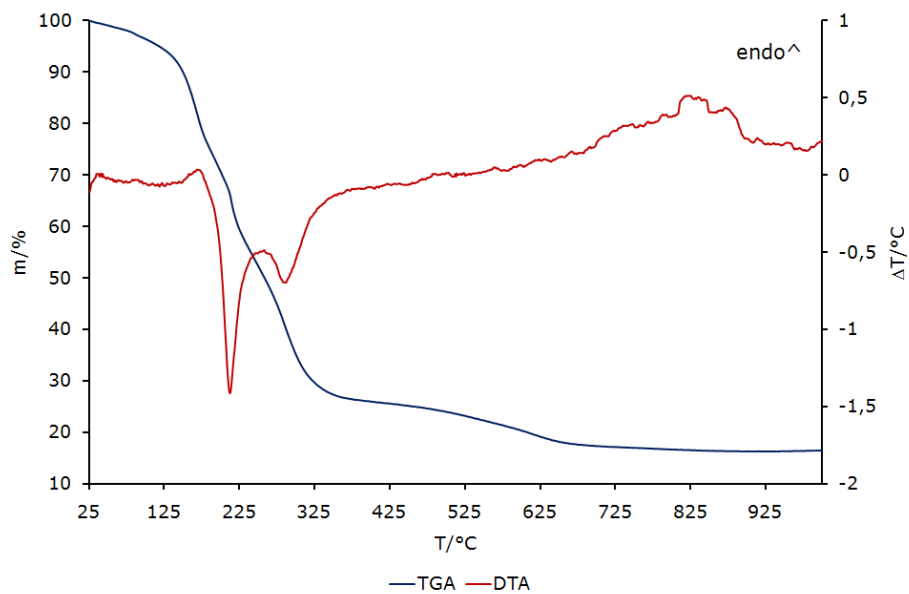
5.5 Anisotrope Auslenkungsparameter

Table 5.5 Anisotropic displacement parameters ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) for ScCITHF: The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Sc(1)	34(1)	37(2)	61(2)	4(2)	-1(1)	-6(1)
O(1)	57(6)	42(7)	66(8)	8(6)	-9(6)	-19(5)
O(2)	44(6)	63(8)	67(8)	-5(6)	11(5)	-9(5)

O(3)	41(5)	30(6)	83(8)	11(6)	1(5)	0(4)
O(4)	46(6)	51(7)	60(7)	12(6)	7(5)	4(5)
O(5)	43(6)	40(6)	77(8)	-3(6)	8(5)	-7(5)
O(6)	42(6)	42(6)	72(8)	-4(6)	0(5)	2(5)
C(1)	65(11)	99(15)	95(14)	40(13)	-12(10)	9(11)
C(2)	50(9)	54(11)	99(14)	-8(10)	2(9)	15(8)
C(3)	62(10)	92(14)	64(12)	8(11)	10(9)	2(10)
C(4)	58(10)	66(12)	92(14)	-9(11)	-20(9)	13(9)
C(5)	65(10)	74(13)	68(12)	-17(10)	-7(9)	3(9)
C(6)	73(11)	48(10)	83(13)	19(10)	9(9)	-11(9)
C(7)	81(12)	36(10)	127(17)	5(11)	-8(12)	-35(9)
C(8)	54(11)	101(16)	142(18)	30(14)	-27(12)	-35(11)
C(9)	54(9)	42(10)	100(14)	-9(10)	11(9)	-26(8)
C(10)	67(11)	66(12)	95(14)	-3(11)	21(10)	-33(9)
C(11)	61(10)	40(9)	114(15)	-3(10)	2(10)	-18(8)
C(12)	51(10)	71(13)	112(15)	-4(12)	-9(10)	-9(9)
C(13)	73(12)	70(13)	119(16)	20(12)	-3(11)	-40(10)
C(14)	46(9)	117(16)	97(14)	20(13)	-17(9)	-33(10)
C(15)	70(11)	79(14)	89(14)	12(12)	-8(10)	5(10)
Cl(1)	50(3)	175(8)	58(3)	-18(4)	0(2)	-5(3)
O(7)	136(14)	124(14)	139(15)	4(12)	52(12)	35(12)
O(8)	198(19)	190(20)	147(17)	-44(16)	-55(15)	5(17)
O(9)	171(18)	153(18)	168(18)	34(16)	39(14)	23(15)
C(16)	47(8)	53(10)	51(9)	-3(8)	3(7)	20(7)
C(17)	76(13)	113(18)	125(18)	-6(15)	17(13)	-31(13)
Cl(2)	96(4)	52(3)	81(4)	-9(3)	-11(3)	12(3)
O(10)	113(12)	74(10)	161(15)	-33(11)	-49(11)	-24(9)
O(11)	156(16)	148(17)	143(16)	18(14)	52(13)	41(14)
O(12)	181(16)	108(14)	124(14)	12(12)	2(12)	70(13)
O(13)	75(9)	111(13)	148(14)	-19(11)	-12(9)	1(9)

5.6 Thermische Analyse

5.7 Pulverdiffraktogramm des Rückstandes Sc_2O_3 [42]

* = Messartefakte vom Diffraktometer bei einer Kapillarenmessung

