

ANHANG

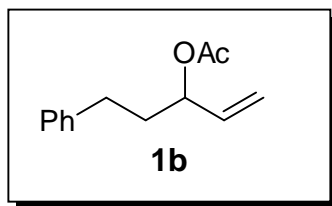
Anhang A: Bestimmung der Enantiomerenüberschüsse

Anhang B: Kristallstrukturdaten

Anhang C: Ausgewählte ^1H NMR-Spektren

Anhang D: Formelzusammenstellung

Essigsäure(1-phenethylallyl)ester (**1b**)



HPLC

Gerät: HP 1090 Liquid Chromatograph

Säule: Daicel OD-H, 25 cm × 4.6 mm kombiniert mit Vorsäule Daicel OD-H, 5 cm × 4.6 mm

Bedingungen: flow 0.5 ml/min; Druck ca. 20-25 bar; $\lambda = 210$ nm; Eluens: Hexan/ *i*-PrOH 99.5:0.5

Retentionszeiten: t_R [(*R*)-(-)-**1b**] = 20.1 min, t_R [(*S*)-(+)-**1b**] = 22.6 min

abs. Konfiguration: Röntgenstrukturanalyse des Esters aus dem bei der enzymkatalysierten Acetylierung verbleibenden Alkohol und (-)-Camphorsäurechlorid.

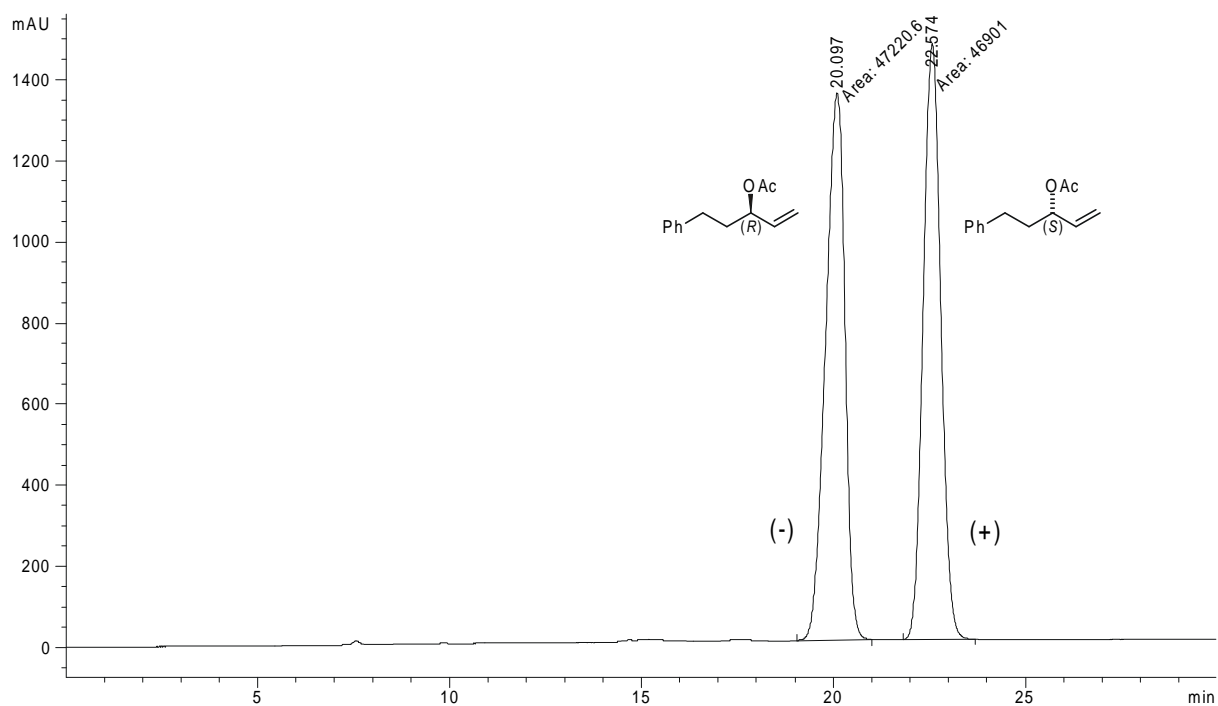


Abbildung 1. HPLC-Diagramm von *rac*-**1b**.

Repräsentatives Chromatogramm

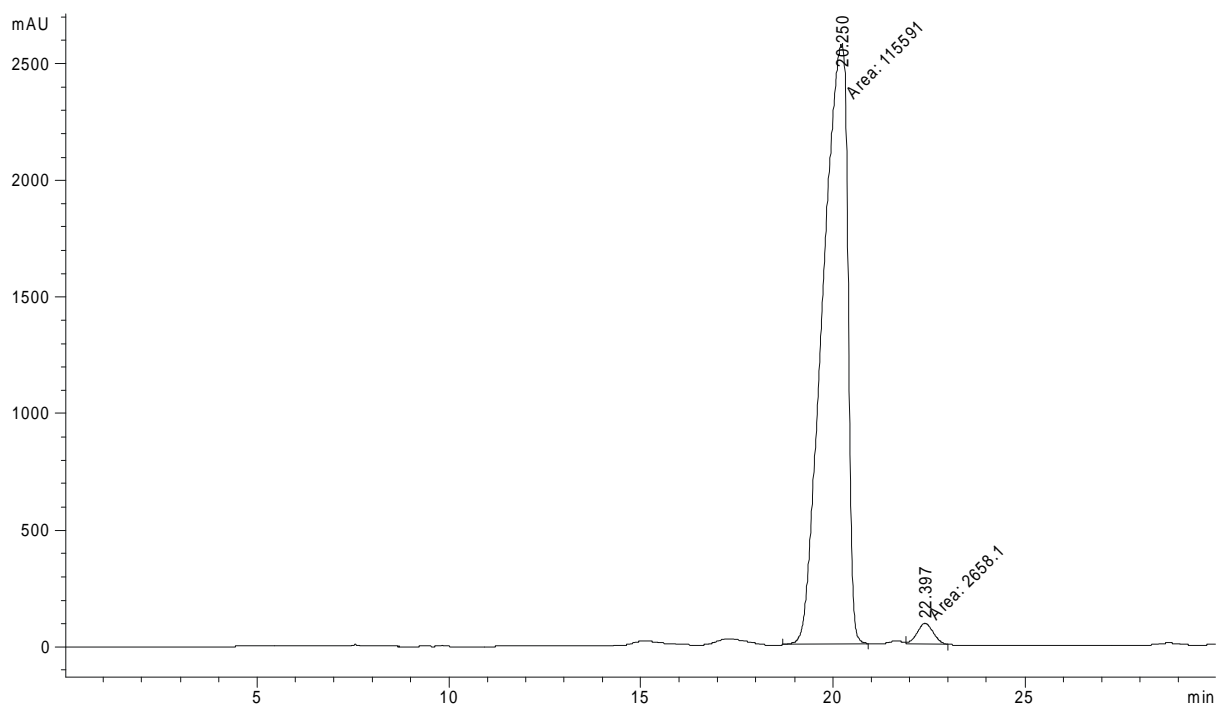
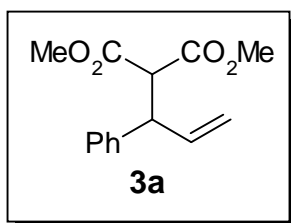


Abbildung 2. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **1b**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 245, 95.5% ee (*R*), $[\alpha]_D^{20} = -1.5^\circ$, $c = 1.17$, CHCl_3).

1-Phenylallylmalonsäuredimethylester (**3a**)



HPLC

Gerät: HP 1090 Liquid Chromatograph

Säule: Daicel OD-H, 25 cm × 4.6 mm kombiniert mit Vorsäule Daicel OD-H, 5 cm × 4.6 mm

Bedingungen: flow 0.5 ml/min; Druck 30 bar; $\lambda = 210$ nm; Eluens: Hexan/ *i*-PrOH 99.5:0.5

Retentionszeiten: t_R [(*R*)-(+)-**3a**] = 28.9 min, t_R [(*S*)-(-)-**3a**] = 31.6 min; Regioisomer: t_R [(*E*)-**4a**] = 45.1 min

abs. Konfiguration durch Vergleich des Drehwertes mit Literaturdaten[§]

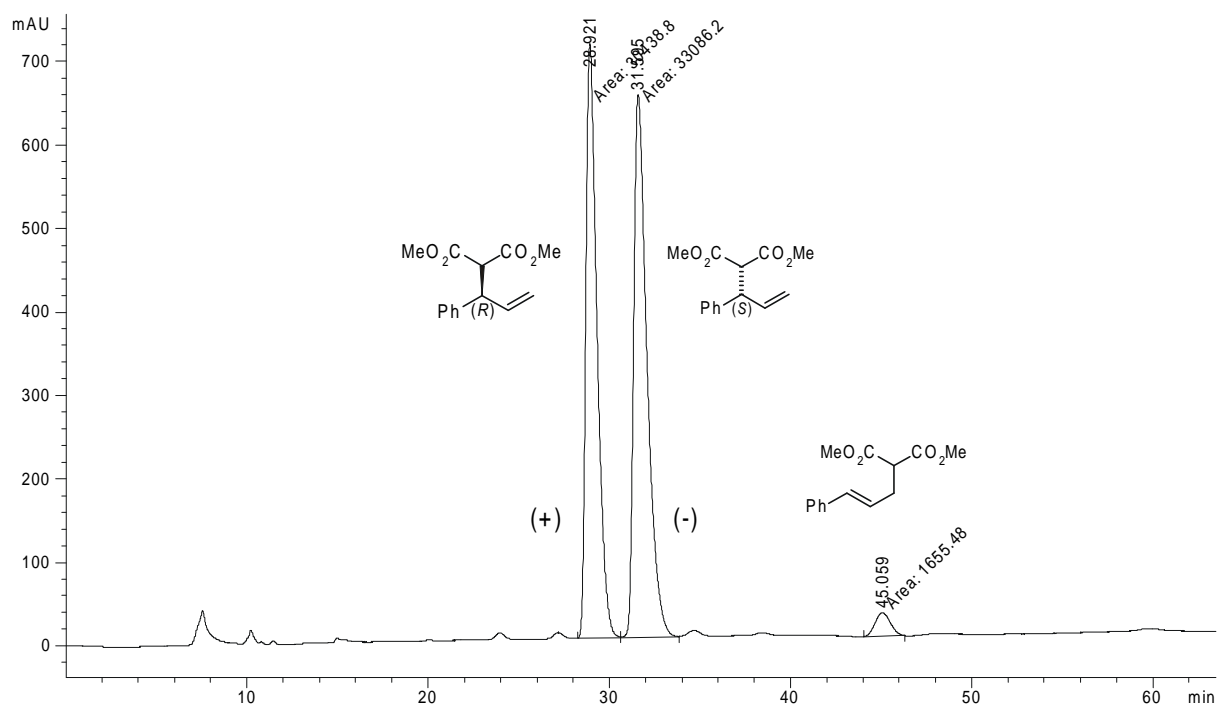


Abbildung 3. HPLC-Diagramm von *rac*-**3a**.

[§] J. Lehmann, G. C. Lloyd-Jones, *Tetrahedron* **1995**, *51*, 8863-8874. Die Zuordnung (*S*)-(-)-**3a** erfolgte durch chemische Korrelation zu (*S*)-(+)-Phenylbernsteinsäuredimethylester.

Repräsentatives Chromatogramm

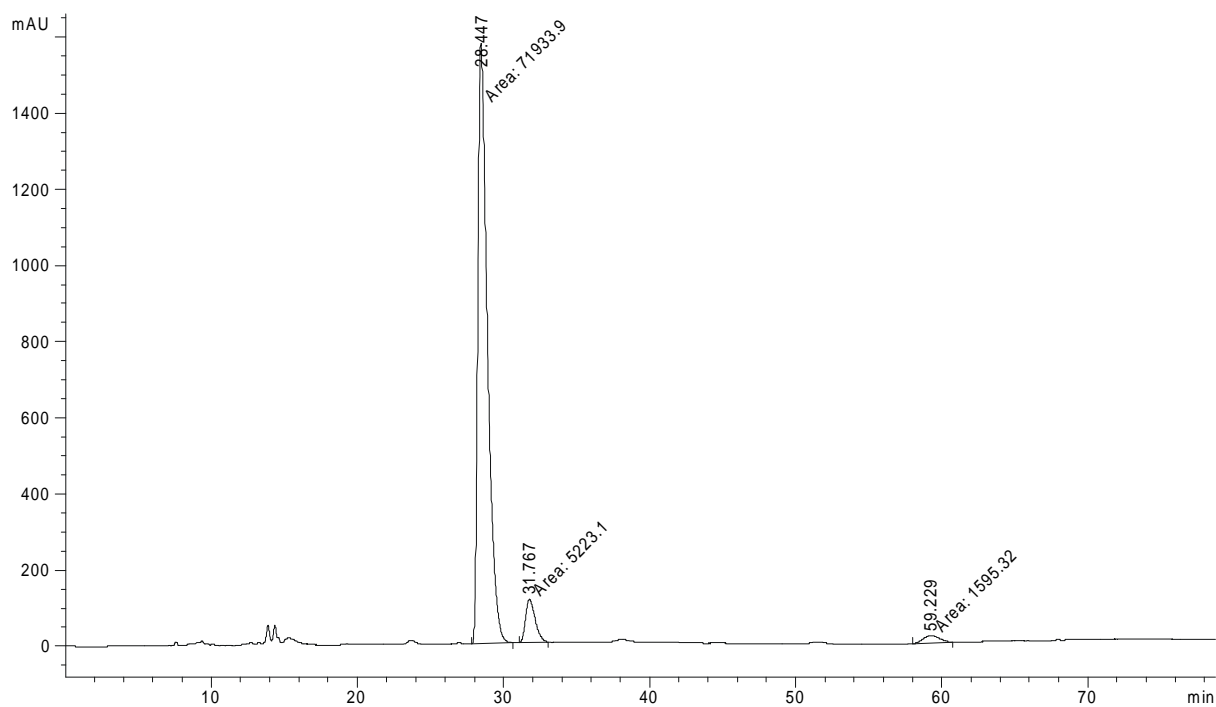
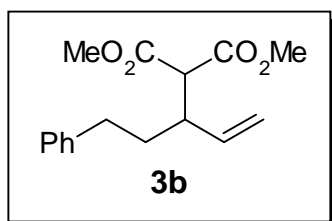


Abbildung 4. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3a**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 298b, 86% ee (*R*), $[\alpha]_D^{24} = +27.22^\circ$, $c = 0.85$, CHCl_3).

1-Phenethylallylmalonsäuredimethylester (**3b**)



HPLC

Gerät: HP 1090 Liquid Chromatograph

Säule: Daicel OD-H, 25 cm × 4.6 mm kombiniert mit Vorsäule Daicel OD-H, 5 cm × 4.6 mm

Bedingungen: flow 0.5 ml/min; Druck ca. 20-25 bar; $\lambda = 210$ nm; Eluens: Hexan/ *i*-PrOH 99.5:0.5

Retentionszeiten: t_R [(*R*)-(+)-**3b**] = 32.2 min, t_R [(*S*)-(-)-**3b**] = 34.3 min; Regioisomer: t_R [(*E*)-**4b**] = 49.6 min

abs. Konfiguration durch Analogieschluß: 1.) Bildung des (*R*)-Enantiomers bei Alkylierung von **2a** und **2c** mit (*S,S,S*)-**L15**; 2.) Retention der Konfiguration bei Ir-katalysierter allylischer Alkylierung von Enantiomeren-angereichertem Essigsäure(1-phenylallyl)ester (**1a**) mit Triphenylphosphit als Ligand.

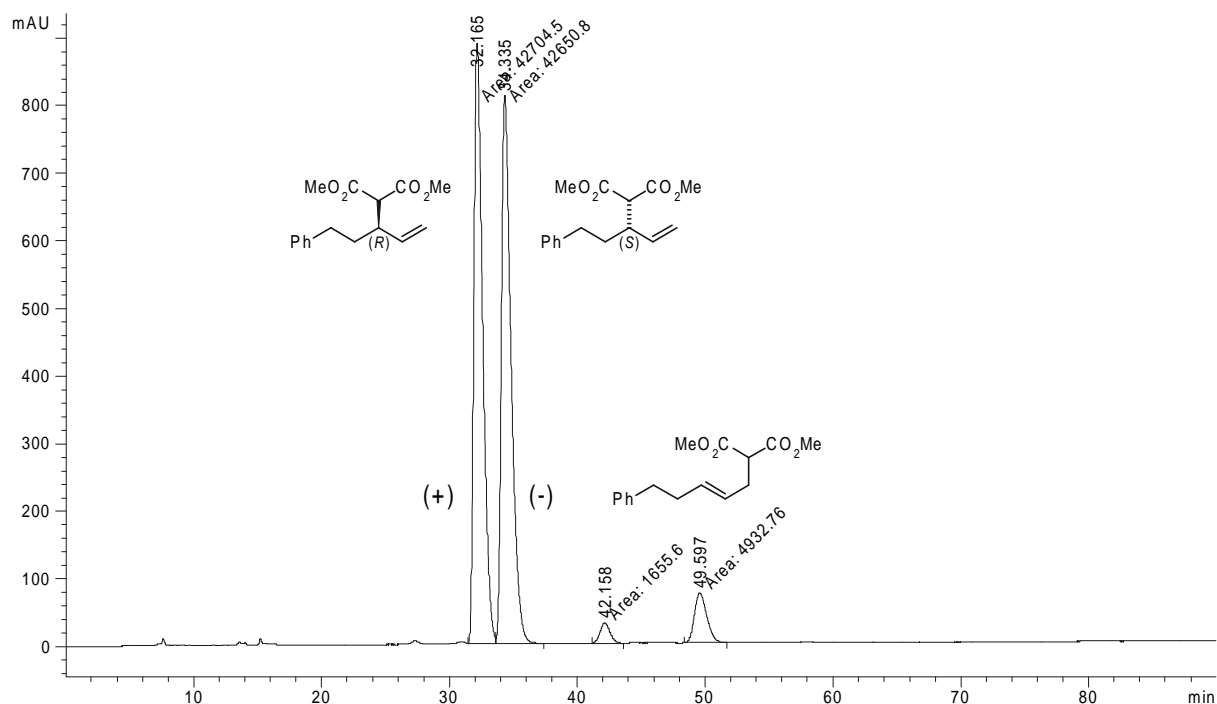


Abbildung 5. HPLC-Diagramm von *rac*-**3b**.

Repräsentative Chromatogramme

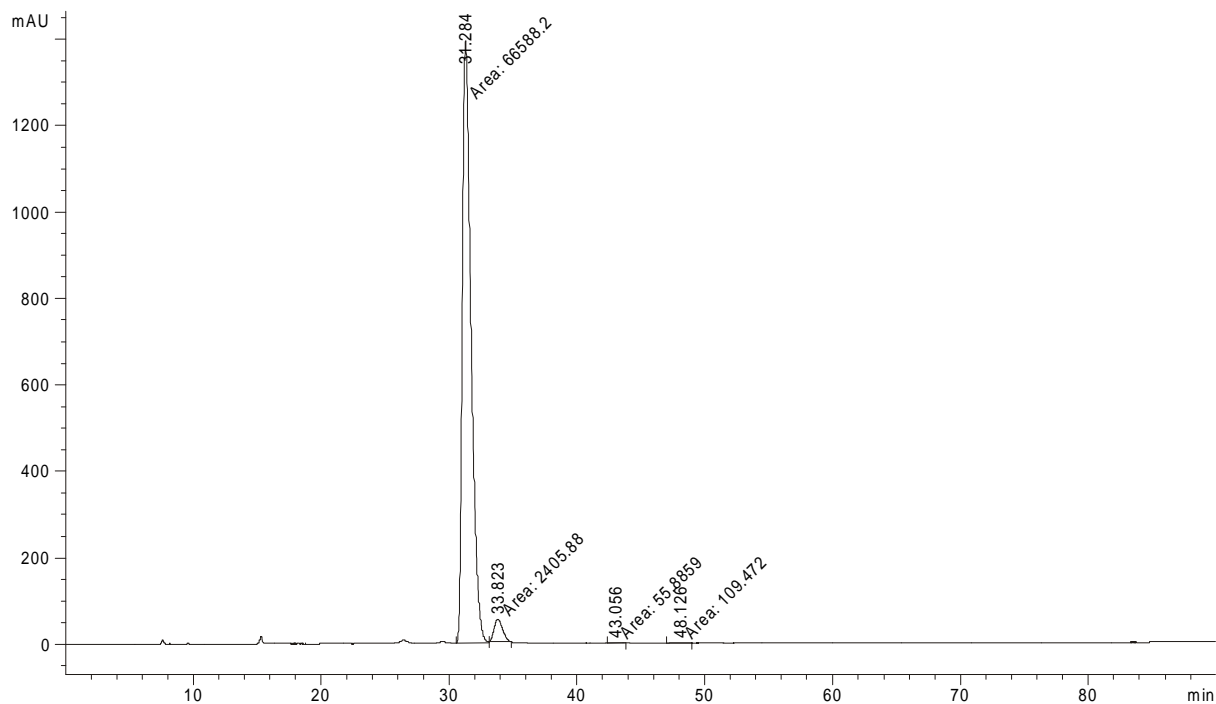


Abbildung 6. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3b**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 181, 93% ee (*R*), $[\alpha]_D^{20} = +11.42^\circ$, $c = 0.63$, CHCl_3).

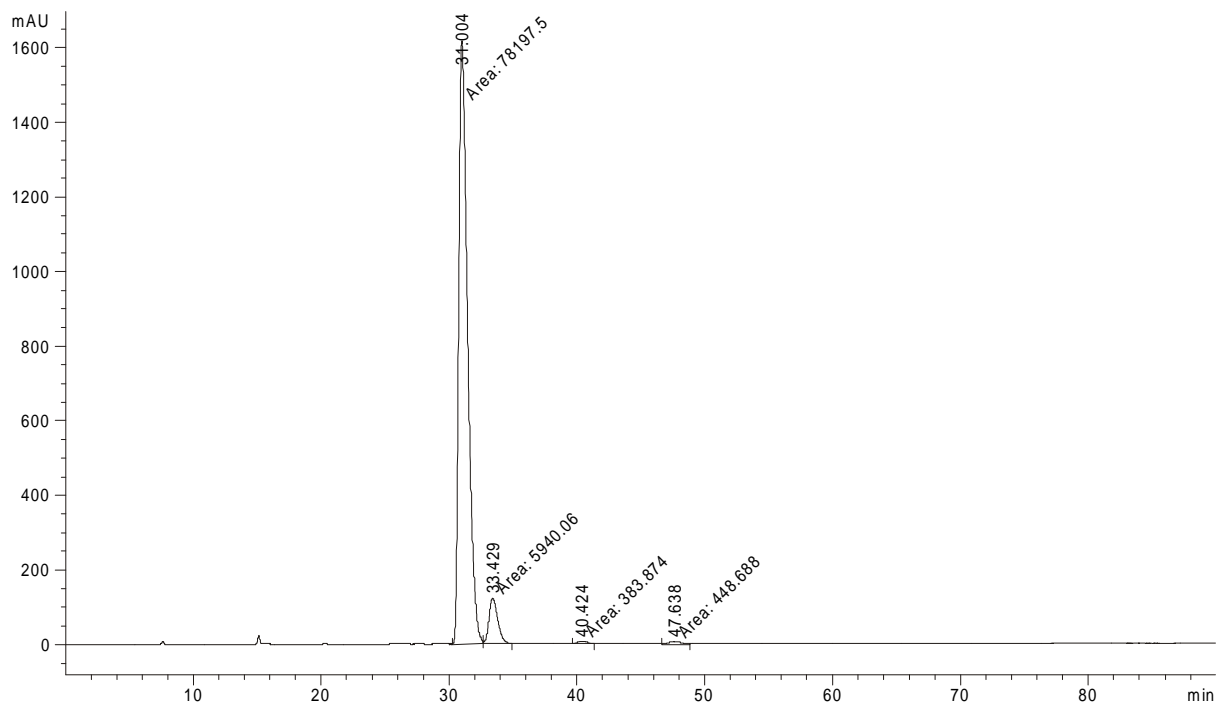
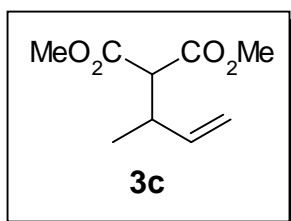


Abbildung 7. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3b**, Probe mit der besten erzielten Enantioselektivität mit Ligand (*R*)-L2 (BB 179b, 86% ee (*R*)).

2-(1-Methylallyl)malonsäuredimethylester (**3c**)



GC

Gerät: HP 5890 Gas Chromatograph, Series II

Säule: Chiraldex γ -Cyclodextrin-TA, 30 m \times 0.25 mm

Bedingungen: Säulenvordruck 100 kPa Helium, Flow 80 ml/min

Temperaturprogramm: 50-100 °C mit 1 °C min⁻¹

Retentionszeiten: $t_R[(R)\text{-}(+)\text{-3c}] = 35.7$ min, $t_R[(S)\text{-}(-)\text{-3c}] = 36.7$ min; Regioisomere:

$t_R[(E)\text{-4c}] = 43.8$ min, $t_R[(Z)\text{-4c}] = 45.8$ min

abs. Konfiguration durch Vergleich des Drehwertes mit Literaturdaten[§]

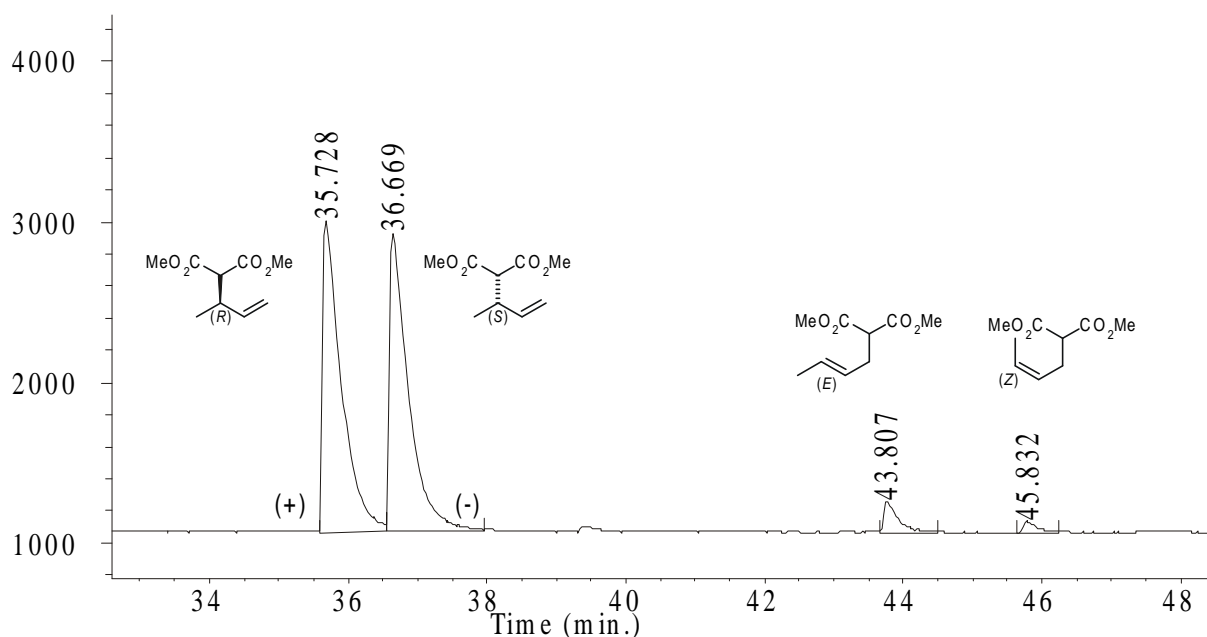


Abbildung 8. GC-Diagramm von *rac*-**3c**.

[§] P. A. Evans, J. D. Nelson, *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 5581-5582, Supporting Information. Die Zuordnung (S)-(-)-**3c** wurde aufgrund der Retention der Konfiguration bei der Rh-katalysierten allylischen Alkylierung getroffen.

Als Probe für die Messung des Drehwertes diente ein Reaktionsprodukt aus der Substitution von Enantiomeren-angereichertem Substrat mit katalytischen Mengen eines achiralen Liganden (Triphenylphosphit). Im Chromatogramm besaß der erste Peak ($t_R = 35.7$ min) die größere Fläche (BB 157, 85% ee (R), $[\alpha]_D^{27} = +12.1^\circ$, $c = 1.23$, CHCl₃).

Repräsentatives Chromatogramm

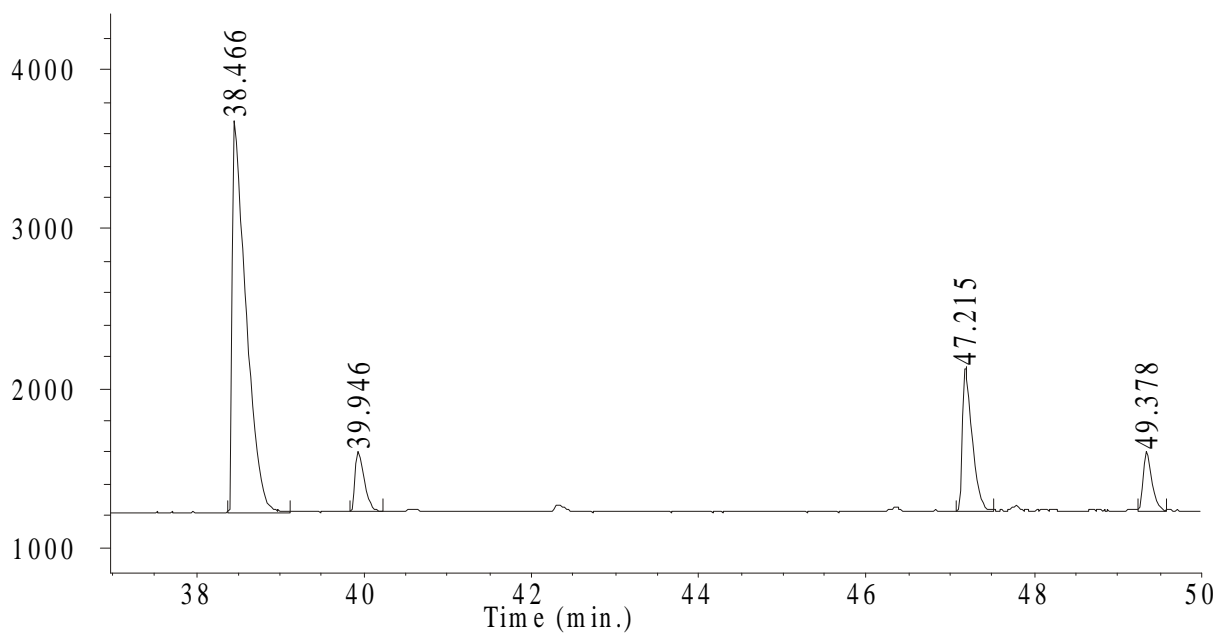
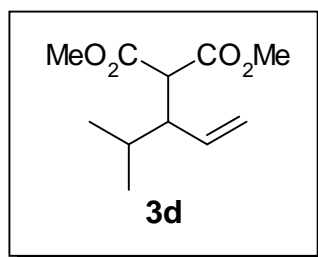


Abbildung 9. GC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3c**, Probe mit der besten erzielten Enantioselektivität (BB 306b, 82% ee (*R*)).

1-Isopropylallylmalonsäuredimethylester (**3d**)



GC

Gerät: HP 5890 Gas Chromatograph, Series II

Säule: Chiraldex γ -Cyclodextrin-TA, 30 m \times 0.25 mm

Bedingungen: Säulenvordruck 100 kPa Helium, Flow 80 ml/min

Temperaturprogramm: 50-100 °C mit 1 °C min⁻¹, dann 20 min bei 100 °C

Retentionszeiten: $t_R[(R)\text{-}(+)\text{-3d}] = 44.8$ min, $t_R[(S)\text{-}(-)\text{-3d}] = 46.3$ min; Regioisomer:

$t_R[(E)\text{-4d}] = 56.7$ min

abs. Konfiguration durch Analogieschluß: Bildung des (R)-Enantiomers bei Alkylierung von **2a** und **2c** mit (S,S,S)-L15.

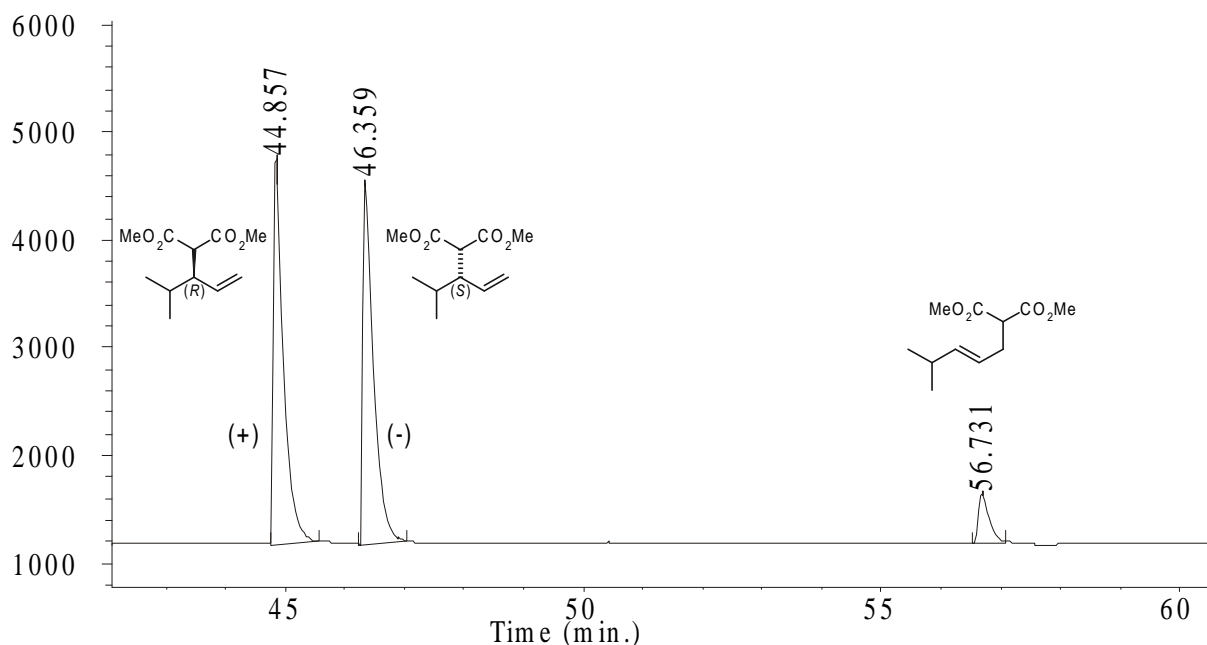


Abbildung 10. GC-Diagramm von *rac*-**3d**.

Repräsentative Chromatogramme

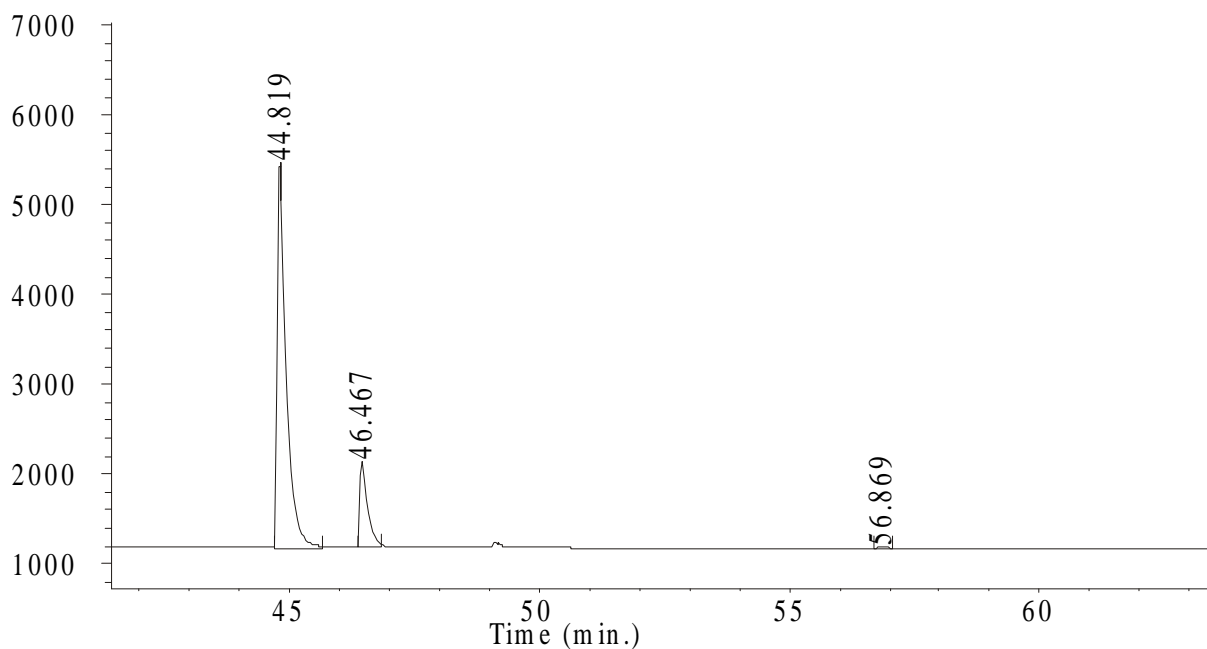


Abbildung 11. GC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3d**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 281a, 66% ee (*R*), $[\alpha]_D^{20} = +0.07^\circ$, $c = 0.54$, CHCl_3).

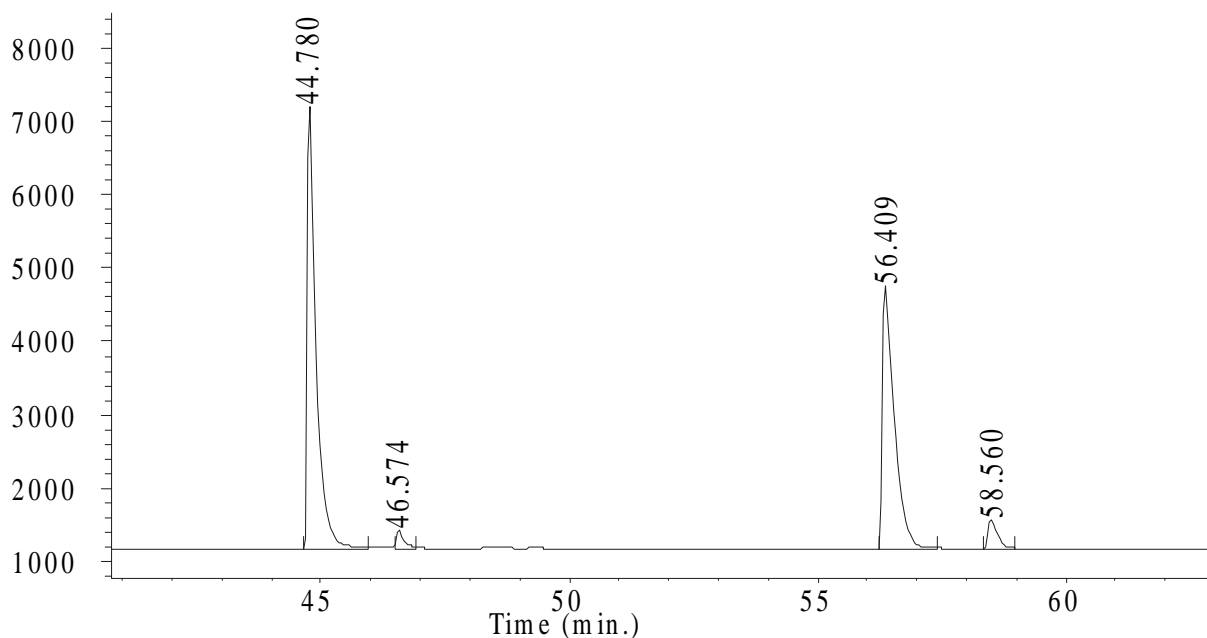
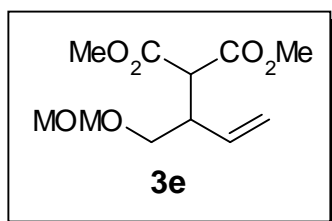


Abbildung 12. GC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3d**, Probe mit der besten erzielten Enantioselektivität (BB 304b, 94% ee (*R*)).

2-[1-(Methoxymethoxymethyl)allyl]malonsäuredimethylester (**3e**)



GC

Gerät: HP 5890 Gas Chromatograph, Series II

Säule: Chiraldex γ -Cyclodextrin-TA, 30 m \times 0.25 mm

Bedingungen: Säulenvordruck 100 kPa Helium, Flow 80 ml/min

Temperaturprogramm: 50-100 °C mit 10 °C min⁻¹, dann 60 min bei 100 °C

Retentionszeiten: $t_R[(R)\text{-}(+)\text{-}3e] = 54.1$ min, $t_R[(S)\text{-}(-)\text{-}3e] = 55.8$ min

abs. Konfiguration durch Analogieschluß: Bildung des (*R*)-Enantiomers bei Alkylierung von *rac*-**1b** und *rac*-**1c** mit (*R*)-**L2**.

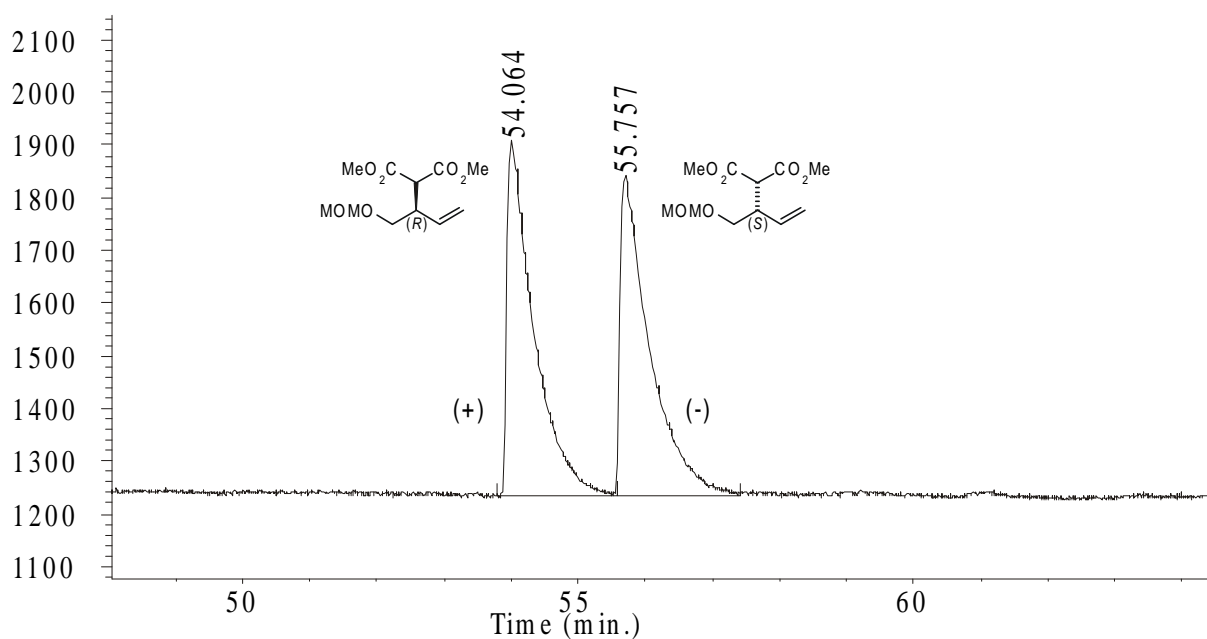


Abbildung 13. GC-Diagramm von *rac*-**3e**.

Repräsentatives Chromatogramm

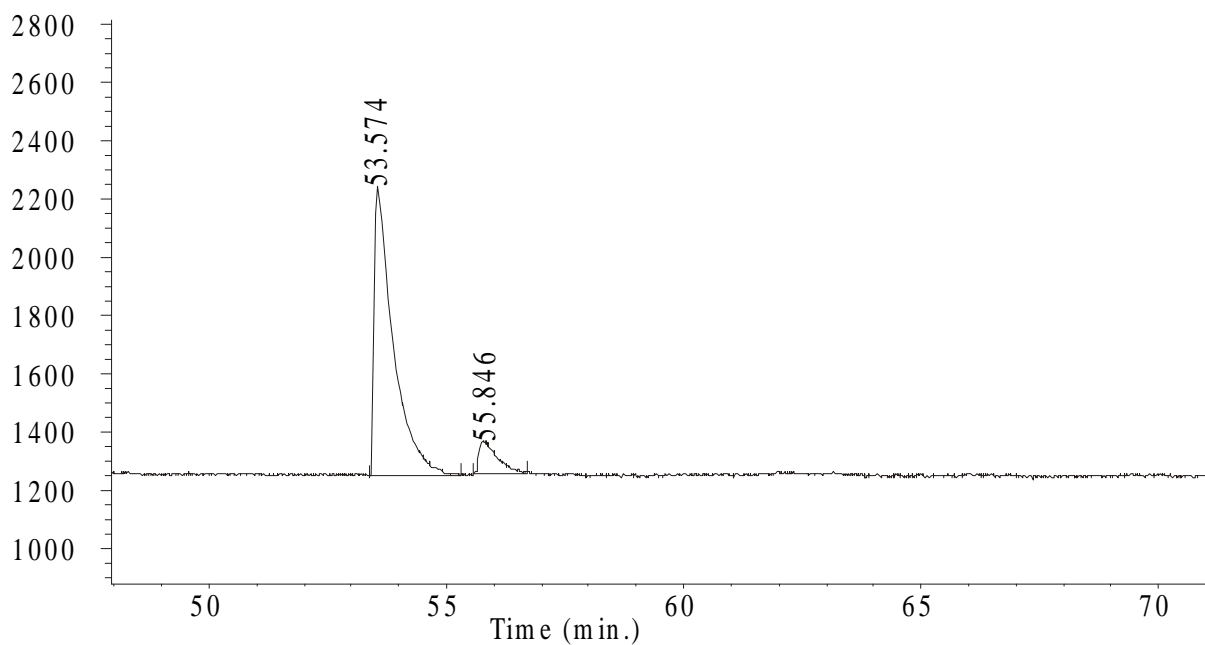
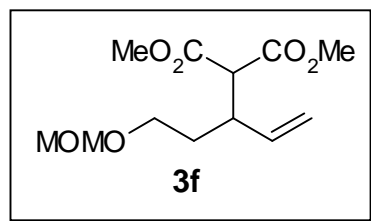


Abbildung 14. GC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3e**, Probe mit der besten erzielten Enantioselektivität (BB 290b, 79% ee (*R*), $[\alpha]_D^{24} = +23.33^\circ$, $c = 0.69$, CHCl_3).

2-{1-[2'-(Methoxymethoxy)ethyl]allyl}malonsäuredimethylester (**3f**)



HPLC

Gerät: HP 1090 Liquid Chromatograph

Säule: Daicel OD-H, 25 cm × 4.6 mm kombiniert mit Vorsäule Daicel OD-H, 5 cm × 4.6 mm

Bedingungen: flow 0.5 ml/min; Druck ca. 20-25 bar; $\lambda = 210$ nm; Eluens: Hexan/ *i*-PrOH 95:5

Retentionszeiten: t_R [(*R*)-(-)-**3f**] = 23.2 min, t_R [(*S*)-(+)-**3f**] = 24.6 min; Regioisomer: t_R [(*E*)-**4f**] = 28.9 min

abs. Konfiguration durch Analogieschluß: Bildung des (*R*)-Enantiomers bei Alkylierung von *rac*-**1b** und *rac*-**1c** mit (*R*)-**L2**.

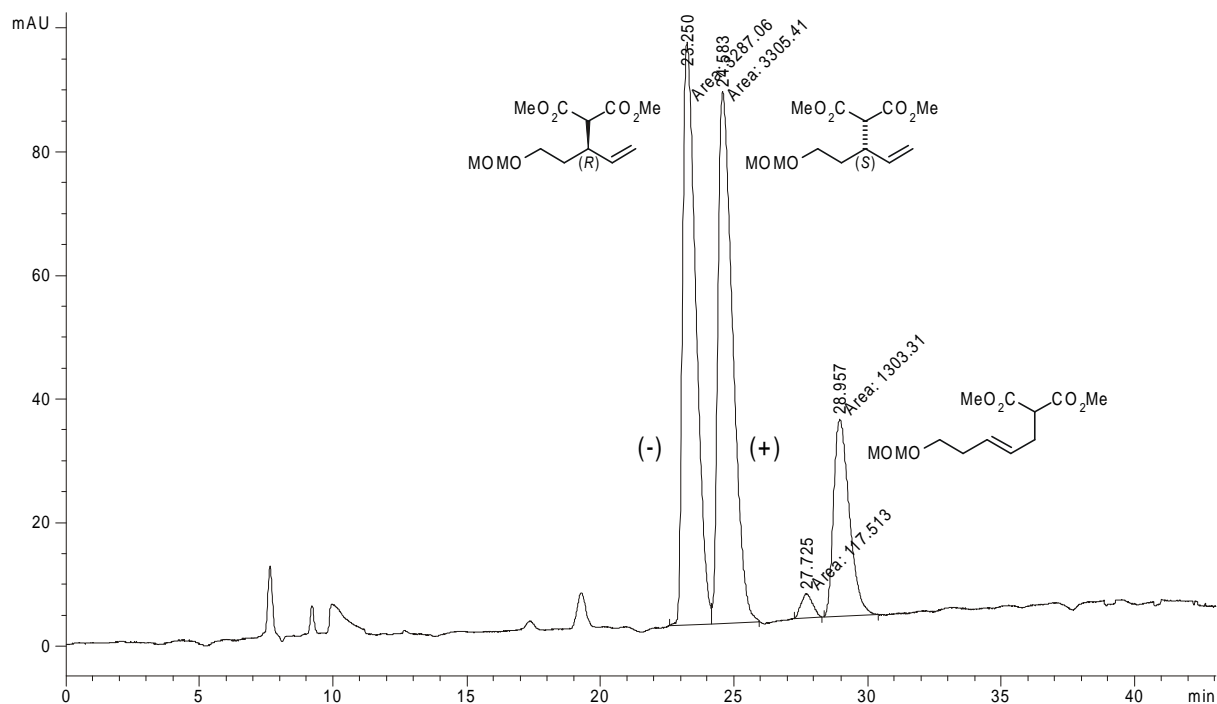


Abbildung 15. HPLC-Diagramm von *rac*-**3f**.

Repräsentatives Chromatogramm

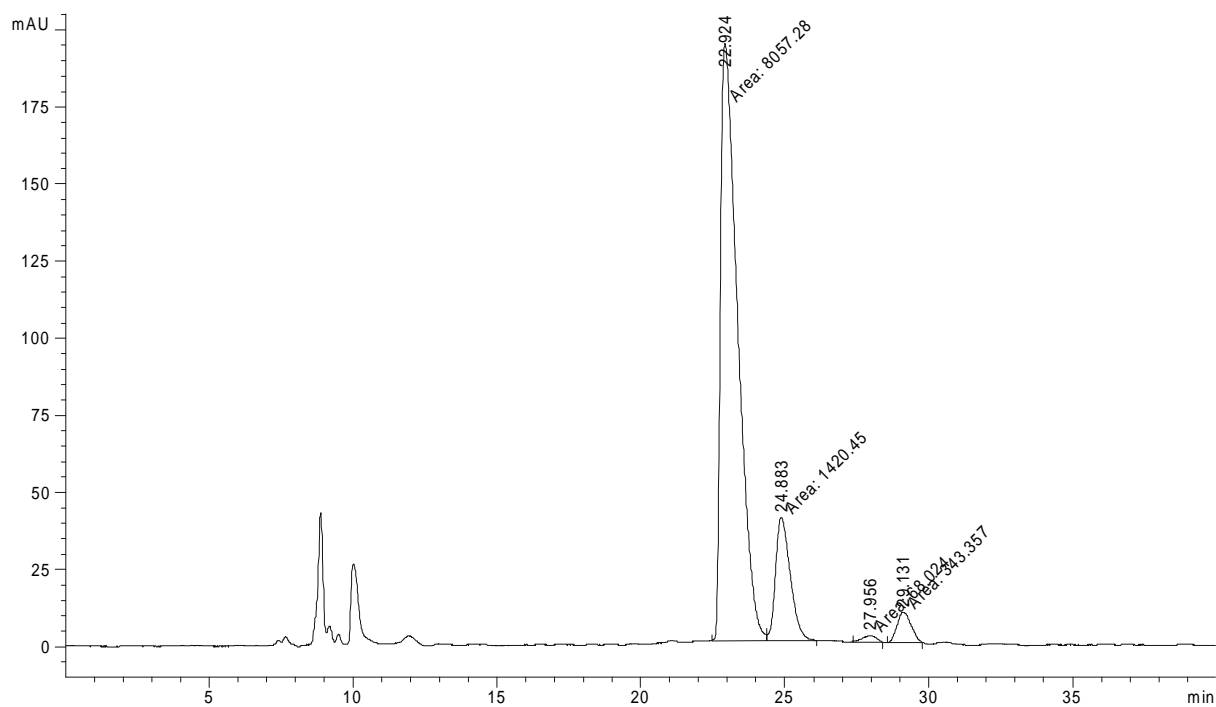
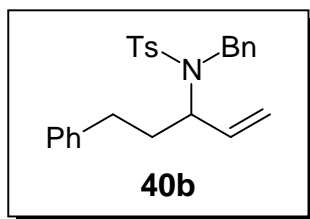


Abbildung 16. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **3f**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 291b, 70% ee (*R*), $[\alpha]_D^{24} = -1.40^\circ$, $c = 0.76$, CHCl_3).

Benzyl-(1-phenethylallyl)-tosylamin (**40b**)



HPLC

Gerät: HP 1090 Liquid Chromatograph

Säule: Daicel OD-H, 25 cm × 4.6 mm kombiniert mit Vorsäule Daicel OD-H, 5 cm × 4.6 mm

Bedingungen: flow 0.5 ml/min; Druck ca. 20-25 bar; $\lambda = 210$ nm; Eluens: Hexan/ *i*-PrOH 95:5

Retentionszeiten: $t_R[(R)-(-)\text{-40b}] = 23.8$ min, $t_R[(S)-(+)\text{-40b}] = 27.9$ min; Regioisomer: $t_R[(E)\text{-41b}] = 38.2$ min

abs. Konfiguration durch Vergleich des Drehwertes mit Literaturdaten[§]

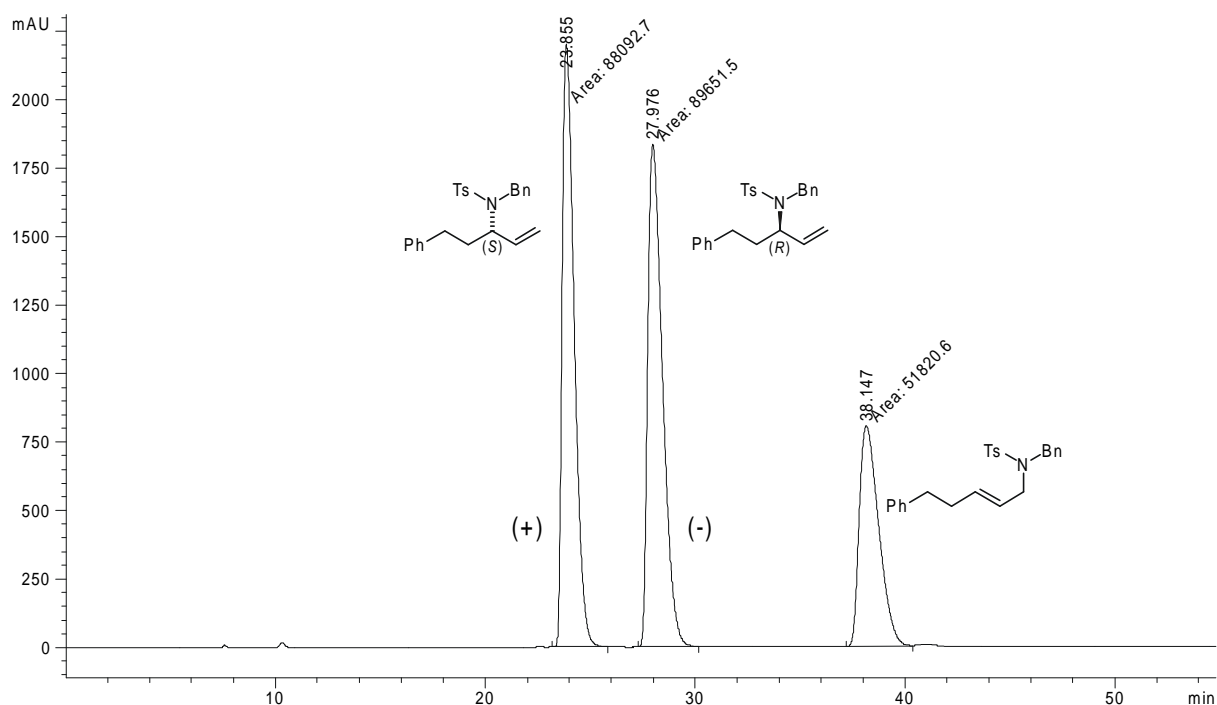


Abbildung 17. HPLC-Diagramm von *rac*-**40b**.

[§] P. A. Evans, J. E. Robinson, J. D. Nelson, *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, *121*, 6761-6762, Supporting Information. Dort wird die Zuordnung (R)-(-)-**40b** aufgrund der Retention der Konfiguration bei der Rh-katalysierten allylischen Alkylierung vorgezogen.

Repräsentatives Chromatogramm

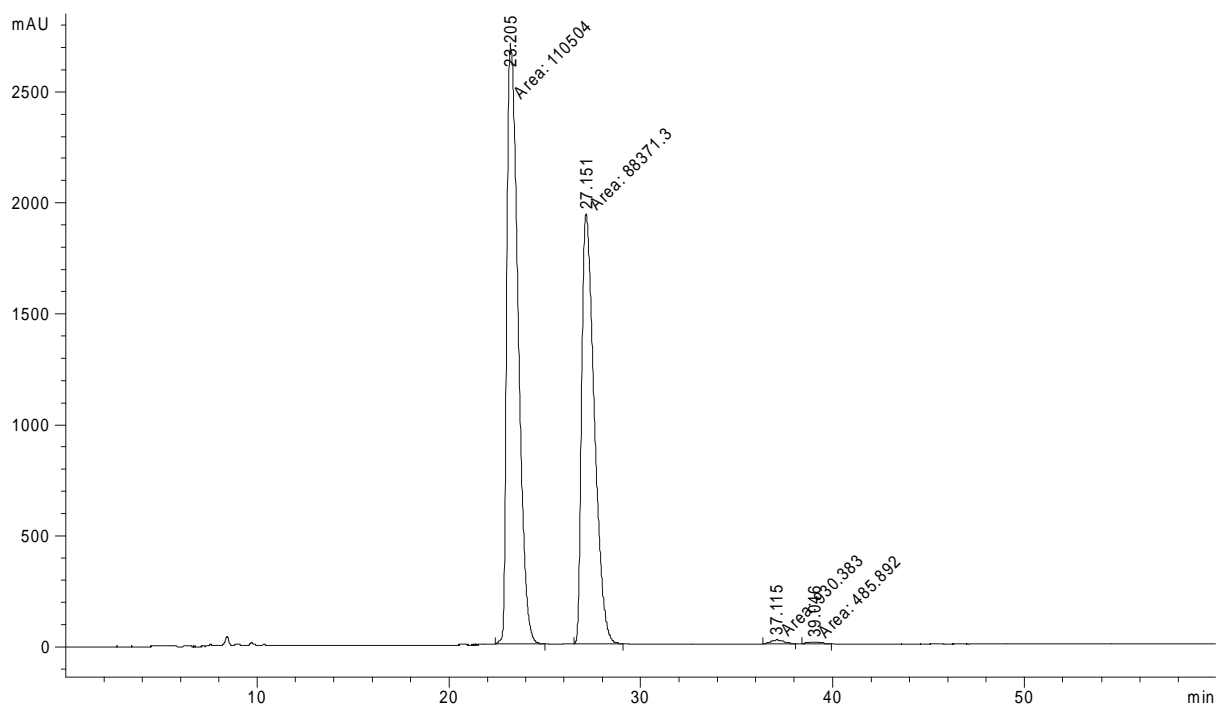


Abbildung 18. HPLC-Diagramm von Enantiomeren-angereichertem **40b**, Probe der Drehwertbestimmung (BB 416a, 11% ee (S), $[\alpha]_D^{24} = +7.55^\circ$, $c = 0.58$, CHCl_3).

Kristallstrukturdaten von 7

Tabelle 1: Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 7.

Strukturkennzeichen	bb4	
Summenformel	C ₂₁ H ₂₆ O ₄	
Molmasse	342.42	
Temperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Kristallsystem	Monoclinic	
Raumgruppe	P2 ₁	
Z	2	
Gitterkonstanten	a = 7.6989(3) Å	α = 90 °
	b = 12.4705(5) Å	β = 99.8880(10) °
	c = 10.0936(4) Å	γ = 90 °
Zellvolumen	954.68(7) Å ³	
Dichte (berechnet)	1.191 g/cm ³	
Absorptionskoeffizient μ	0.081 mm ⁻¹	
Kristallform	polyhedron	
Kristallgröße	0.64 x 0.13 x 0.13 mm ³	
Gemessener Theta-Bereich	2.05 bis 25.02 °	
Indexgrenzen	-9 ≤ h ≤ 9, -14 ≤ k ≤ 14, -12 ≤ l ≤ 12	
Gemessene Reflexe	8026	
Unabhängige Reflexe	3350 (R(int) = 0.0525)	
Beobachtete Reflexe	2568 (I > 2σ(I))	
Absorptionskorrektur	Semi-empirical from equivalents	
Max/min Transmission	1.07 and 0.80	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares on F ²	
Daten/Restraints/Parameter	3350 / 1 / 330	
Goodness-of-fit on F ²	1.06	
R-Werte (I > 2σ(I))	R1 = 0.043, wR2 = 0.086	
Flack-Parameter	-1.4(12)	
Max/min Restelektronendichte	0.15 und -0.17 eÅ ⁻³	

Tabelle 2: Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (Å²) für 7. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

Atom	x	y	z	U _{eq}
O1	-0.1074(3)	-0.8782(2)	-0.8864(2)	0.0547(5)
O2	-0.2017(2)	-0.7169(1)	-0.9655(2)	0.0406(5)
O3	-0.4211(4)	-0.5486(2)	-1.0045(2)	0.0941(9)
O4	-0.3715(2)	-0.5225(1)	-1.2134(2)	0.0395(5)
C1	-0.1467(3)	-0.8188(2)	-0.9806(3)	0.0399(6)
C2	-0.1450(4)	-0.8362(2)	-1.1290(3)	0.0396(6)
C3	-0.1408(7)	-0.9526(3)	-1.1702(4)	0.0634(9)
H3A	-0.018(6)	-0.981(4)	-1.142(4)	0.111(16)

H3B	-0.159(4)	-0.950(3)	-1.274(4)	0.085(11)
H3C	-0.236(5)	-0.991(3)	-1.144(3)	0.064(11)
C4	0.0128(4)	-0.7660(3)	-1.1529(3)	0.0490(7)
H4A	0.115(4)	-0.787(2)	-1.096(3)	0.056(9)
H4B	0.028(4)	-0.781(2)	-1.249(3)	0.055(8)
C5	-0.0502(4)	-0.6508(3)	-1.1354(3)	0.0458(7)
H5A	0.026(4)	-0.605(2)	-1.064(3)	0.052(8)
H5B	-0.060(4)	-0.609(2)	-1.216(3)	0.051(8)
C6	-0.2329(3)	-0.6690(2)	-1.1002(2)	0.0332(6)
C7	-0.3047(3)	-0.7659(2)	-1.1889(2)	0.0337(6)
C8	-0.3227(5)	-0.7478(3)	-1.3409(3)	0.0458(7)
H8A	-0.355(4)	-0.819(3)	-1.394(3)	0.067(9)
H8B	-0.223(5)	-0.717(3)	-1.370(3)	0.064(10)
H8C	-0.414(4)	-0.703(2)	-1.371(3)	0.044(8)
C9	-0.4797(4)	-0.8079(3)	-1.1579(3)	0.0481(8)
H9A	-0.472(5)	-0.825(3)	-1.062(4)	0.080(11)
H9B	-0.570(4)	-0.752(2)	-1.184(3)	0.051(8)
H9C	-0.511(4)	-0.880(3)	-1.207(3)	0.070(9)
C10	-0.3500(4)	-0.5739(2)	-1.0967(3)	0.0418(7)
C11	-0.4827(4)	-0.4274(2)	-1.2334(3)	0.0395(7)
H11	-0.540(3)	-0.422(2)	-1.154(3)	0.043(7)
C12	-0.3625(5)	-0.3343(3)	-1.2494(3)	0.0554(8)
H12	-0.266(8)	-0.350(4)	-1.293(5)	0.14(2)
C13	-0.3768(6)	-0.2391(3)	-1.2054(4)	0.0782(11)
H13A	-0.287(6)	-0.172(4)	-1.221(4)	0.121(15)
H13B	-0.491(6)	-0.220(4)	-1.148(5)	0.145(19)
C14	-0.6241(4)	-0.4477(2)	-1.3552(3)	0.0402(6)
H14A	-0.699(3)	-0.384(2)	-1.373(2)	0.024(6)
H14B	-0.564(3)	-0.457(2)	-1.432(3)	0.051(8)
C15	-0.7453(4)	-0.5409(2)	-1.3357(3)	0.0405(6)
H15A	-0.795(4)	-0.527(2)	-1.247(3)	0.048(7)
H15B	-0.681(4)	-0.614(2)	-1.324(3)	0.048(8)
C16	-0.9024(3)	-0.5522(2)	-1.4471(2)	0.0372(6)
C17	-0.9212(5)	-0.6402(2)	-1.5331(3)	0.0483(8)
H17	-0.831(4)	-0.700(3)	-1.518(3)	0.059(9)
C18	-1.0653(5)	-0.6493(3)	-1.6349(3)	0.0606(9)
H18	-1.071(4)	-0.718(3)	-1.695(3)	0.081(11)
C19	-1.1926(5)	-0.5710(3)	-1.6531(3)	0.0645(10)
H19	-1.293(4)	-0.579(3)	-1.729(3)	0.067(9)
C20	-1.1782(5)	-0.4837(3)	-1.5672(3)	0.0637(10)
H20	-1.277(5)	-0.427(3)	-1.586(4)	0.085(11)
C21	-1.0336(4)	-0.4744(3)	-1.4657(3)	0.0503(8)
H21	-1.028(4)	-0.411(3)	-1.408(3)	0.062(9)

Tabelle 3: H-Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **7**.

Atom	x	y	z	U_{eq}
H3A	-0.018(6)	-0.981(4)	-1.142(4)	0.111(16)
H3B	-0.159(4)	-0.950(3)	-1.274(4)	0.085(11)
H3C	-0.236(5)	-0.991(3)	-1.144(3)	0.064(11)
H4A	0.115(4)	-0.787(2)	-1.096(3)	0.056(9)
H4B	0.028(4)	-0.781(2)	-1.249(3)	0.055(8)
H5A	0.026(4)	-0.605(2)	-1.064(3)	0.052(8)
H5B	-0.060(4)	-0.609(2)	-1.216(3)	0.051(8)
H8A	-0.355(4)	-0.819(3)	-1.394(3)	0.067(9)
H8B	-0.223(5)	-0.717(3)	-1.370(3)	0.064(10)
H8C	-0.414(4)	-0.703(2)	-1.371(3)	0.044(8)
H9A	-0.472(5)	-0.825(3)	-1.062(4)	0.080(11)
H9B	-0.570(4)	-0.752(2)	-1.184(3)	0.051(8)
H9C	-0.511(4)	-0.880(3)	-1.207(3)	0.070(9)
H11	-0.540(3)	-0.422(2)	-1.154(3)	0.043(7)
H12	-0.266(8)	-0.350(4)	-1.293(5)	0.14(2)
H13A	-0.287(6)	-0.172(4)	-1.221(4)	0.121(15)
H13B	-0.491(6)	-0.220(4)	-1.148(5)	0.145(19)
H14A	-0.699(3)	-0.384(2)	-1.373(2)	0.024(6)
H14B	-0.564(3)	-0.457(2)	-1.432(3)	0.051(8)
H15A	-0.795(4)	-0.527(2)	-1.247(3)	0.048(7)
H15B	-0.681(4)	-0.614(2)	-1.324(3)	0.048(8)
H17	-0.831(4)	-0.700(3)	-1.518(3)	0.059(9)
H18	-1.071(4)	-0.718(3)	-1.695(3)	0.081(11)
H19	-1.293(4)	-0.579(3)	-1.729(3)	0.067(9)
H20	-1.277(5)	-0.427(3)	-1.586(4)	0.085(11)
H21	-1.028(4)	-0.411(3)	-1.408(3)	0.062(9)

Kristallstrukturdaten von **42**

Tabelle 1: Kristalldaten und Strukturverfeinerung für **42**.

Strukturkennzeichen	bb1	
Summenformel	$\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{Br}_2\text{Ir}$	
Molmasse	501.27	
Temperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 \AA	
Kristallsystem	Orthorhombic	
Raumgruppe	$\text{Pna}2_1$	
Z	4	
Gitterkonstanten	$a = 15.7268(5) \text{\AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 7.4522(3) \text{\AA}$	$\beta = 90^\circ$
	$c = 10.5425(5) \text{\AA}$	$\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$1235.57(9) \text{\AA}^3$	
Dichte (berechnet)	2.695 g/cm^3	

Absorptionskoeffizient μ	17.235 mm ⁻¹
Kristallform	polyhedron
Kristallgröße	0.22 x 0.20 x 0.10 mm ³
Gemessener Theta-Bereich	2.59 bis 25.30 °
Indexgrenzen	-18 ≤ h ≤ 18, -8 ≤ k ≤ 5, -12 ≤ l ≤ 12
Gemessene Reflexe	5208
Unabhängige Reflexe	1886 (R(int) = 0.0669)
Beobachtete Reflexe	1654 (I > 2σ(I))
Absorptionskorrektur	Semi-empirical from equivalents
Max/min Transmission	0.30 and 0.14
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares on F ²
Daten/Restraints/Parameter	1886 / 1 / 127
Goodness-of-fit an F ²	1.07
R-Werte (I > 2σ(I))	R1 = 0.058, wR2 = 0.139
Flack-Parameter	0.11(5)
Max/min Restelektronendichte	2.87 und -4.66 eÅ ⁻³

Tabelle 2: Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (Å²) für **42**. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

Atom	x	y	z	U _{eq}
Ir1	-0.4173(1)	-0.3308(1)	-0.2505(1)	0.0210(3)
Br1	-0.4115(1)	-0.2229(4)	-0.4792(2)	0.0387(7)
Br2	-0.3858(1)	-0.6452(3)	-0.3481(3)	0.0338(6)
C1	-0.3152(12)	-0.129(3)	-0.220(2)	0.033(6)
C2	-0.2794(11)	-0.300(2)	-0.243(3)	0.027(4)
C3	-0.2359(12)	-0.406(3)	-0.144(2)	0.031(5)
C4	-0.2962(12)	-0.538(3)	-0.077(2)	0.034(5)
C5	-0.3892(14)	-0.483(3)	-0.076(2)	0.038(6)
C6	-0.4162(14)	-0.317(5)	-0.041(3)	0.055(10)
C7	-0.3532(16)	-0.175(3)	0.011(2)	0.040(6)
C8	-0.3243(14)	-0.045(3)	-0.086(2)	0.039(6)
C10	-0.5605(13)	-0.418(4)	-0.229(4)	0.064(10)
C11	-0.5547(14)	-0.253(4)	-0.282(4)	0.075(13)
C12	-0.5077(13)	-0.099(4)	-0.217(3)	0.059(9)

Tabelle 3: H-Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **42**.

Atom	x	y	z	U_{eq}
H3A	-0.2110	-0.3239	-0.0806	0.038
H3B	-0.1887	-0.4741	-0.1838	0.038
H4A	-0.2913	-0.6563	-0.1194	0.040
H4B	-0.2770	-0.5527	0.0114	0.040
H7A	-0.3809	-0.1079	0.0807	0.048
H7B	-0.3029	-0.2368	0.0465	0.048
H8A	-0.2687	0.0050	-0.0603	0.046
H8B	-0.3655	0.0552	-0.0907	0.046

Kristallstrukturdaten von 43Tabelle 1: Kristalldaten und Strukturverfeinerung für **43**.

Strukturkennzeichen	bb2	
Summenformel	$\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{Cl}_2\text{Ir}$	
Molmasse	488.44	
Temperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 \AA	
Kristallsystem	Monoclinic	
Raumgruppe	$P2_1/n$	
Z	4	
Gitterkonstanten	$a = 6.8597(1) \text{\AA}$	$\alpha = 90^\circ$
	$b = 20.9350(3) \text{\AA}$	$\beta = 97.7240(10)^\circ$
	$c = 11.1414(2) \text{\AA}$	$\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen	$1585.48(4) \text{\AA}^3$	
Dichte (berechnet)	2.046 g/cm^3	
Absorptionskoeffizient μ	8.746 mm^{-1}	
Kristallform	polyhedron	
Kristallgröße	$0.14 \times 0.08 \times 0.06 \text{ mm}^3$	
Gemessener Theta-Bereich	1.95 bis 25.57°	
Indexgrenzen	$-7 \leq h \leq 8, -23 \leq k \leq 25, -13 \leq l \leq 13$	
Gemessene Reflexe	11653	
Unabhängige Reflexe	2761 ($R(\text{int}) = 0.0336$)	
Beobachtete Reflexe	2301 ($I > 2\sigma(I)$)	
Absorptionskorrektur	Semi-empirical from equivalents	
Max/min Transmission	0.67 and 0.58	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares on F^2	
Daten/Restraints/Parameter	2761 / 12 / 209	
Goodness-of-fit on F^2	1.09	
R-Werte ($I > 2\sigma(I)$)	$R1 = 0.023, wR2 = 0.048$	
Max/min Restelektronendichte	0.60 und $-0.74 \text{ e}\text{\AA}^{-3}$	

Tabelle 2: Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **43**. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

Atom	x	y	z	U_{eq}
Ir1	-0.4383(1)	-0.1186(1)	0.1820(1)	0.0194(1)
Cl1	-0.2466(2)	-0.0265(1)	0.1482(1)	0.0317(3)
Cl2	-0.1291(2)	-0.1586(1)	0.2914(1)	0.0316(3)
C1	-0.675(4)	-0.0537(14)	0.1783(15)	0.019(5)
C2	-0.572(2)	-0.0480(7)	0.2988(12)	0.031(4)
C3	-0.5491(15)	-0.0969(5)	0.3781(9)	0.027(3)
C4	-0.4006(10)	-0.0921(3)	0.4944(5)	0.0404(16)
C5	-0.2288(12)	-0.0605(3)	0.5265(8)	0.060(2)
C6	-0.1275(11)	-0.0665(5)	0.6385(10)	0.078(3)
C7	-0.1934(12)	-0.1048(5)	0.7208(7)	0.071(3)
C8	-0.3600(14)	-0.1389(4)	0.6905(7)	0.063(2)
C9	-0.4629(10)	-0.1326(3)	0.5782(7)	0.0486(19)
C10	-0.5096(8)	-0.2207(3)	0.2049(5)	0.0284(13)
C11	-0.6836(8)	-0.1902(3)	0.1591(6)	0.0308(14)
C12	-0.7788(8)	-0.1966(3)	0.0277(6)	0.0375(16)
C13	-0.7210(8)	-0.1430(3)	-0.0527(6)	0.0374(15)
C14	-0.5155(8)	-0.1180(3)	-0.0125(5)	0.0276(12)
C15	-0.3501(8)	-0.1569(3)	0.0198(5)	0.0240(12)
C16	-0.3543(8)	-0.2294(3)	0.0116(5)	0.0305(14)
C17	-0.3920(8)	-0.2617(3)	0.1299(6)	0.0363(15)
C1B	-0.712(6)	-0.055(2)	0.189(3)	0.051(14)
C2B	-0.639(3)	-0.0744(13)	0.310(2)	0.054(8)
C3B	-0.464(2)	-0.0575(8)	0.3705(12)	0.037(5)

Tabelle 3: H-Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **43**.

Atom	x	y	z	U_{eq}
H5	-0.1789	-0.0336	0.4691	0.072
H6	-0.0085	-0.0434	0.6591	0.094
H7	-0.1232	-0.1079	0.8001	0.086
H8	-0.4049	-0.1673	0.7475	0.076
H9	-0.5801	-0.1566	0.5574	0.058
H10	-0.5034	-0.2347	0.2911	0.034
H11	-0.7795	-0.1856	0.2187	0.037
H12A	-0.7398	-0.2380	-0.0048	0.045
H12B	-0.9236	-0.1967	0.0252	0.045
H13A	-0.7289	-0.1587	-0.1369	0.045
H13B	-0.8160	-0.1074	-0.0520	0.045
H14	-0.4855	-0.0768	-0.0517	0.033
H15	-0.2254	-0.1378	-0.0012	0.029
H16A	-0.2269	-0.2446	-0.0101	0.037

Anhang B: Kristallstrukturdaten

H16B	-0.4585	-0.2425	-0.0540	0.037
H17A	-0.4633	-0.3023	0.1104	0.044
H17B	-0.2642	-0.2721	0.1782	0.044

Kristallstrukturdaten von 45

Tabelle 1: Kristalldaten und Strukturverfeinerung für 45.

Strukturkennzeichen	bb3	
Summenformel	C ₃₀ H ₃₁ Ir ₂ O ₇ P	
Molmasse	918.92	
Temperatur	200(2) K	
Wellenlänge	0.71073 Å	
Kristallsystem	Monoclinic	
Raumgruppe	C2/c	
Z	8	
Gitterkonstanten	a = 30.500(19) Å	α = 90 °
	b = 9.995(4) Å	β = 117.75(3) °
	c = 24.107(10) Å	γ = 90 °
Zellvolumen	6503(6) Å ³	
Dichte (berechnet)	1.877 g/cm ³	
Absorptionskoeffizient μ	8.267 mm ⁻¹	
Kristallform	needle	
Kristallgröße	0.23 x 0.04 x 0.01 mm ³	
Gemessener Theta-Bereich	1.91 bis 27.49 °	
Indexgrenzen	-36 ≤ h ≤ 23, -12 ≤ k ≤ 3, -31 ≤ l ≤ 30	
Gemessene Reflexe	11422	
Unabhängige Reflexe	6114 (R(int) = 0.1018)	
Beobachtete Reflexe	3842 (I > 2σ(I))	
Absorptionskorrektur	Semi-empirical from equivalents	
Max/min Transmission	0.96 and 0.73	
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares on F ²	
Daten/Restraints/Parameter	6114 / 0 / 363	
Goodness-of-fit on F ²	1.09	
R-Werte (I > 2σ(I))	R1 = 0.084, wR2 = 0.198	
Max/min Restelektronendichte	3.93 und -2.90 eÅ ⁻³	

Tabelle 2: Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **45**. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

Atom	x	y	z	U_{eq}
Ir1	-0.1498(1)	0.5070(1)	-0.0498(1)	0.0220(2)
Ir2	-0.1657(1)	0.2267(1)	-0.0697(1)	0.0248(3)
P1	-0.1629(2)	0.6038(6)	-0.1351(3)	0.0257(13)
O1	-0.1558(6)	0.5557(16)	-0.1922(8)	0.035(4)
O2	-0.2197(6)	0.6419(15)	-0.1739(7)	0.029(4)
O3	-0.1344(7)	0.7464(16)	-0.1186(9)	0.046(5)
O4	-0.0736(5)	0.4301(14)	-0.0143(7)	0.025(3)
O5	-0.0989(6)	0.2410(16)	-0.0696(8)	0.035(4)
O6	-0.1402(6)	0.4517(15)	0.0401(7)	0.029(4)
O7	-0.1277(6)	0.2375(15)	0.0273(7)	0.032(4)
C1	-0.1087(9)	0.514(2)	-0.1906(12)	0.035(6)
C2	-0.0633(10)	0.528(3)	-0.1374(12)	0.041(7)
C3	-0.0219(10)	0.487(3)	-0.1399(13)	0.039(6)
C4	-0.0255(11)	0.426(4)	-0.1913(16)	0.066(10)
C5	-0.0715(12)	0.410(4)	-0.2447(15)	0.071(11)
C6	-0.1144(11)	0.449(2)	-0.2429(13)	0.044(7)
C7	-0.2456(9)	0.635(2)	-0.1377(11)	0.026(5)
C8	-0.2940(9)	0.684(2)	-0.1647(12)	0.033(6)
C9	-0.3177(10)	0.683(2)	-0.1285(12)	0.037(6)
C10	-0.2927(10)	0.635(2)	-0.0655(12)	0.034(6)
C11	-0.2435(10)	0.583(2)	-0.0409(11)	0.033(6)
C12	-0.2208(8)	0.5789(19)	-0.0793(10)	0.022(5)
C13	-0.1171(8)	0.780(2)	-0.0575(12)	0.028(5)
C14	-0.0963(9)	0.909(2)	-0.0372(14)	0.037(7)
C15	-0.0800(10)	0.945(2)	0.0259(15)	0.047(8)
C16	-0.0814(9)	0.853(3)	0.0675(14)	0.041(7)
C17	-0.1029(8)	0.730(2)	0.0473(10)	0.027(5)
C18	-0.1187(8)	0.686(2)	-0.0119(12)	0.029(6)
C19	-0.0125(9)	0.288(2)	-0.0139(14)	0.045(8)
C20	-0.0644(8)	0.324(2)	-0.0345(11)	0.029(5)
C21	-0.1033(12)	0.316(3)	0.1298(11)	0.053(8)
C22	-0.1254(9)	0.335(3)	0.0614(11)	0.031(5)
C23	-0.2038(10)	0.261(2)	-0.1670(11)	0.033(6)
C24	-0.1943(9)	0.122(2)	-0.1563(10)	0.026(5)
C25	-0.2349(9)	0.021(2)	-0.1630(11)	0.029(5)
C26	-0.2351(10)	0.000(2)	-0.1008(11)	0.035(6)
C27	-0.2183(10)	0.119(2)	-0.0549(14)	0.038(7)
C28	-0.2375(8)	0.249(2)	-0.0771(12)	0.028(5)
C29	-0.2774(9)	0.280(3)	-0.1450(12)	0.045(7)
C30	-0.2571(10)	0.310(2)	-0.1902(11)	0.035(6)

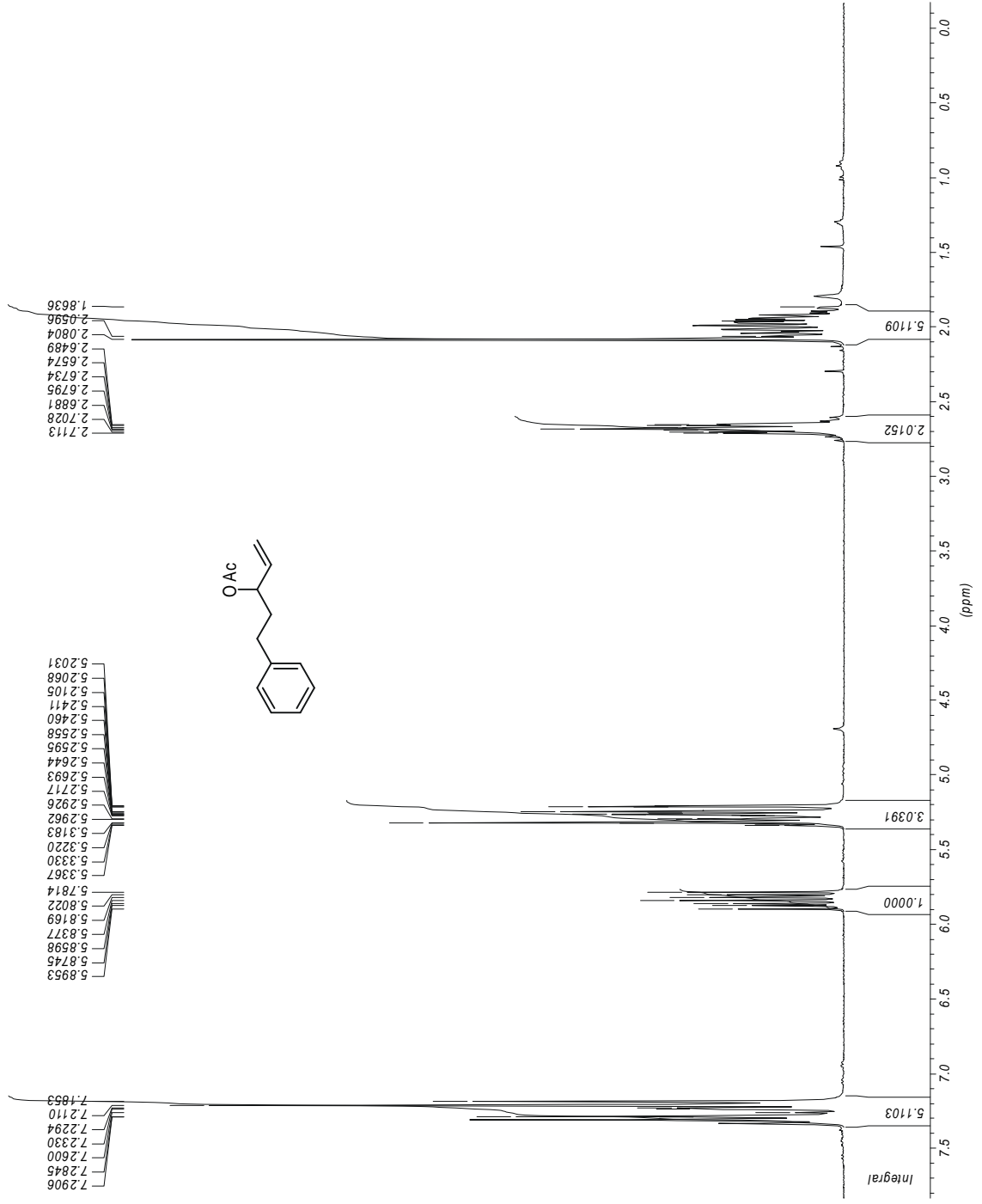
Tabelle 3: H-Atomkoordinaten und isotrope Auslenkungsparameter (\AA^2) für **45**.

Atom	x	y	z	U_{eq}
H2	-0.0612	0.5659	-0.1001	0.050
H3	0.0097	0.5022	-0.1052	0.047
H4	0.0037	0.3934	-0.1915	0.079
H5	-0.0732	0.3715	-0.2818	0.085
H6	-0.1463	0.4313	-0.2767	0.053
H8	-0.3099	0.7164	-0.2065	0.040
H9	-0.3508	0.7141	-0.1453	0.045
H10	-0.3087	0.6386	-0.0399	0.041
H11	-0.2267	0.5507	0.0010	0.040
H14	-0.0934	0.9699	-0.0656	0.045
H15	-0.0681	1.0330	0.0397	0.056
H16	-0.0673	0.8747	0.1108	0.049
H17	-0.1070	0.6740	0.0763	0.032
H19A	0.0075	0.3696	-0.0055	0.068
H19B	-0.0100	0.2360	-0.0467	0.068
H19C	-0.0001	0.2344	0.0245	0.068
H21A	-0.1100	0.2248	0.1387	0.079
H21B	-0.1177	0.3803	0.1474	0.079
H21C	-0.0674	0.3301	0.1488	0.079
H25A	-0.2677	0.0545	-0.1943	0.034
H25B	-0.2290	-0.0660	-0.1781	0.034
H26A	-0.2135	-0.0770	-0.0795	0.042
H26B	-0.2692	-0.0242	-0.1095	0.042
H29A	-0.3000	0.2020	-0.1611	0.054
H29B	-0.2973	0.3572	-0.1440	0.054
H30A	-0.2582	0.4082	-0.1970	0.042
H30B	-0.2786	0.2677	-0.2311	0.042



BB 061 IN CDCL3 BARTELS

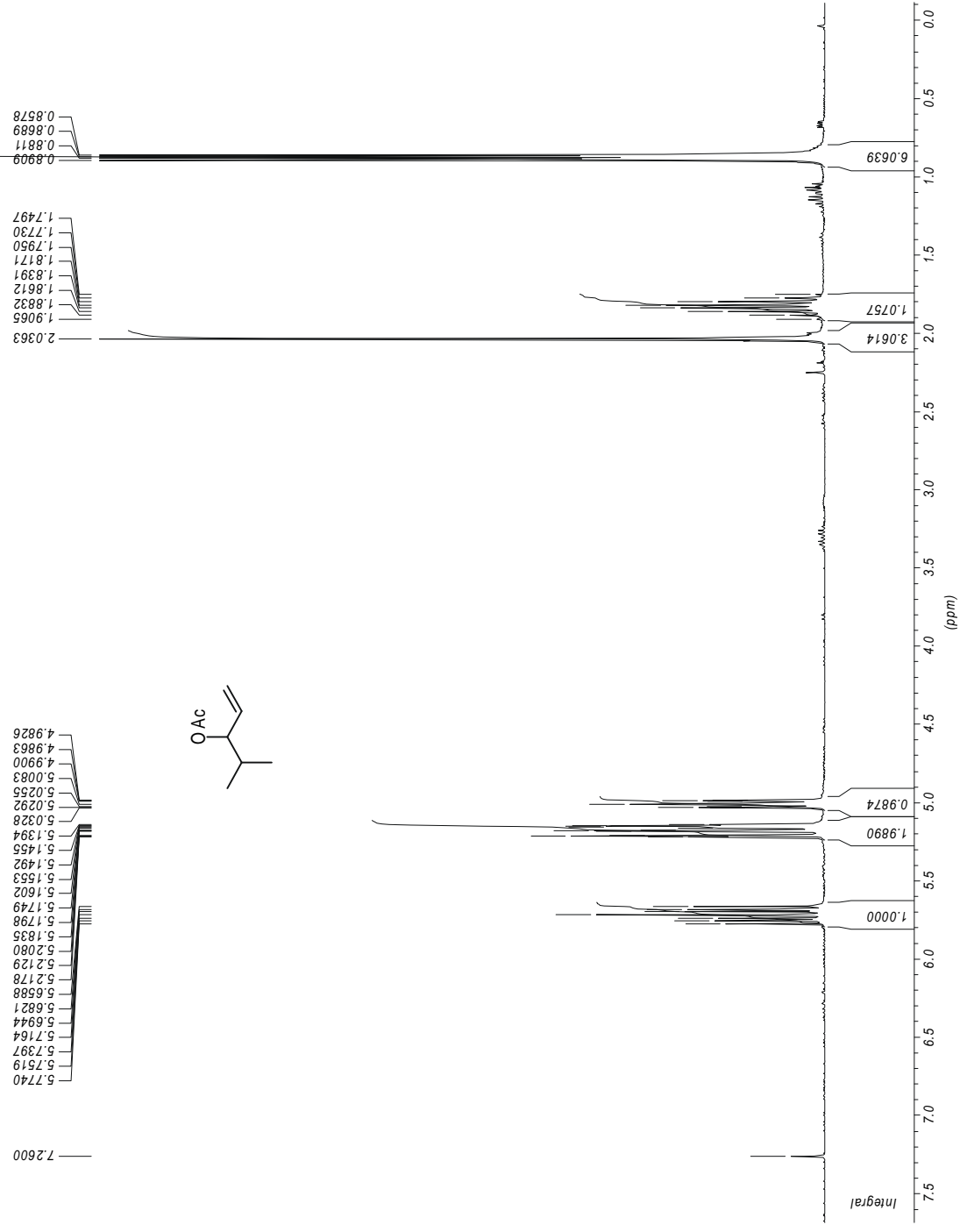
*** Current Data Parameters ***
NAME : mz160f
EXPNO : 118
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.84 ppm
Stop : -0.17 ppm
SR : 3367.22 Hz





PR 5 IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : no170f
EXPNO : 112
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.69 ppm
Stop : -0.12 ppm
SR : 3367.22 Hz





*** Current Data Parameters ***

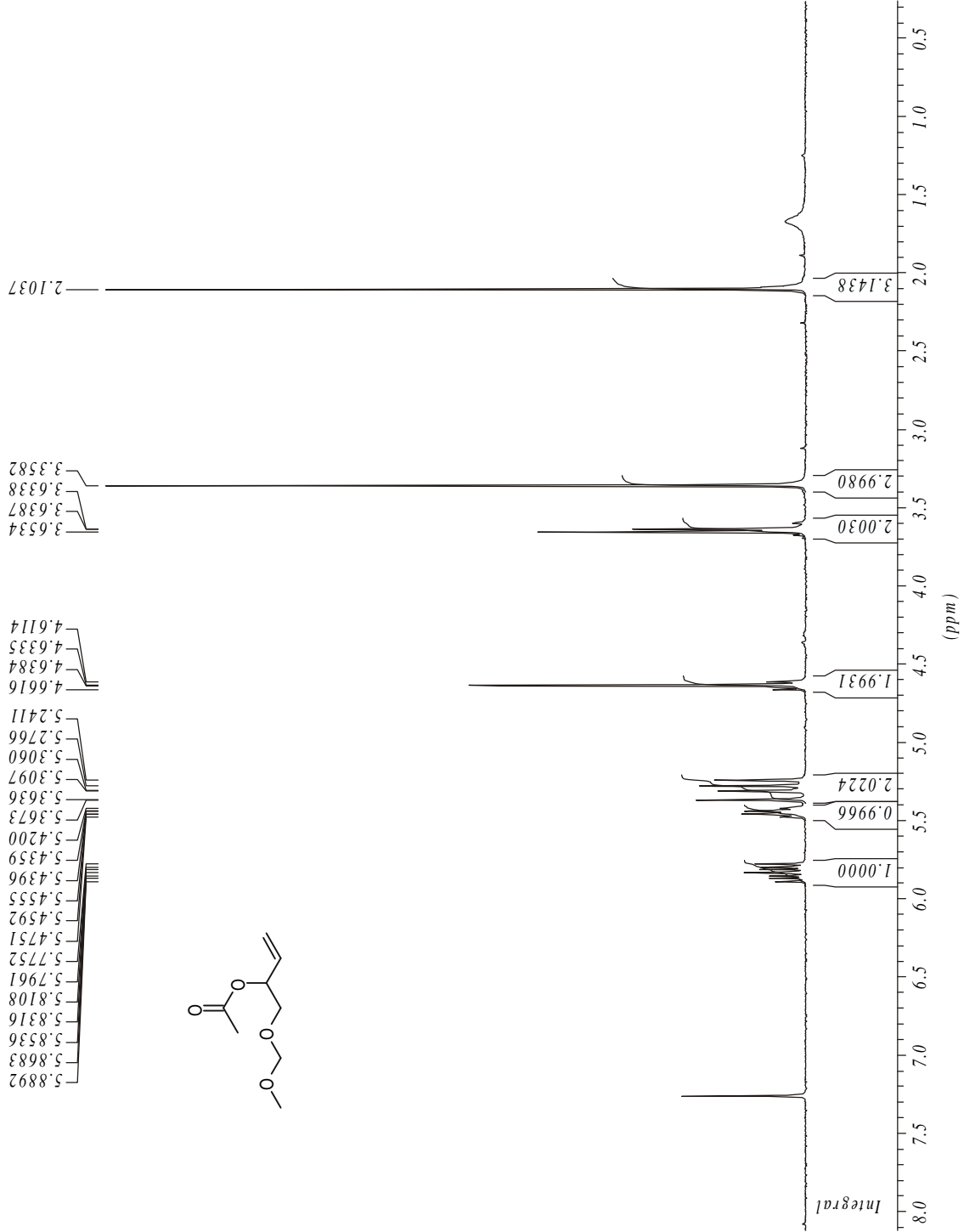
NAME : MA140F
 EXPNO : 111
 PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

BF1 : 300.130000 MHz
 NS : 24
 O1 : 5173.72 Hz
 SF01 : 300.1351737 MHz
 SW : 20.0714 ppm
 SW_h : 6024.096 Hz
 TD : 32768
 TE : 297 K

*** Processing Parameters ***

OFFSET : 16.053 ppm
 PHC0 : -125.986 degree
 SF : 300.1333676 MHz
 SI : 16384
 SW_p : 6024.0963855





*** Current Data Parameters ***

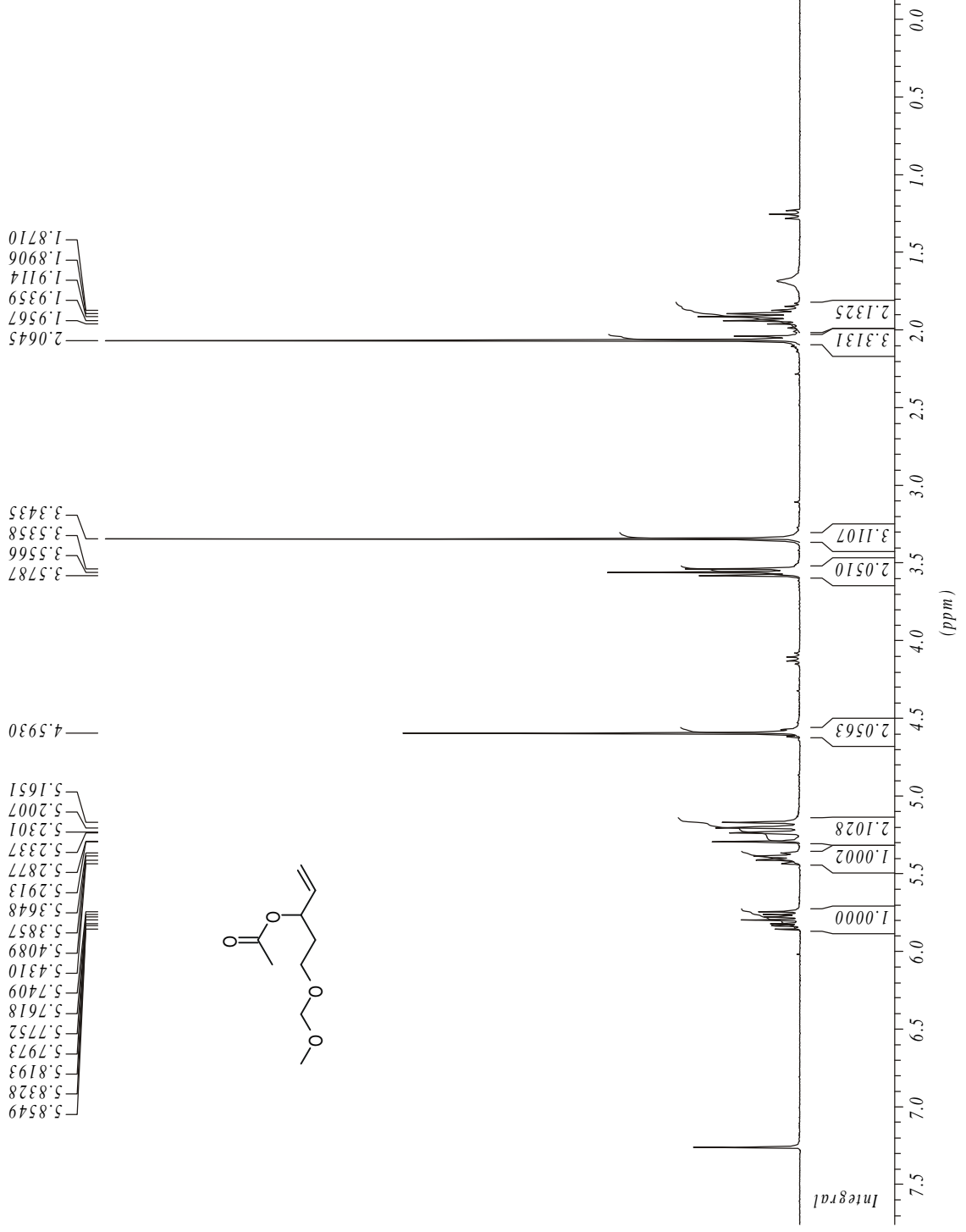
NAME : MA180F
 EXPNO : 112
 PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

BF1 300.130000 MHz
 NS : 16
 O1 : 5173.72 Hz
 SF01 300.1351737 MHz
 SW : 20.0714 ppm
 SW_h : 6024.096 Hz
 TD : 32768
 TE : 297 K

*** Processing Parameters ***

OFFSET : 16.053 ppm
 PHC0 : -63.533 degree
 SF 300.1333676 MHz
 SI : 16384
 SW_p 6024.0963855





BB 110 in CDCl3 Bartels

*** Current Data Parameters ***
NAME : bb110
EXPNO : 1
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :

D[1] : 1.0000000 sec

DATE_d Sep 22 2000

DS : 2

NS : 16

NUC1 : 1H

NUC2 : off

NUC3 : off

O1 : 4524.37 Hz

O2 : 0.00 Hz

O3 : 0.00 Hz

P[1] : 10.1 usec

PULPROG zg30

RG 161.3000031

SFO1 500.1345244 MHz

SFO2 500.1300000 MHz

SFO3 500.1300000 MHz

SW : 21.9239 ppm

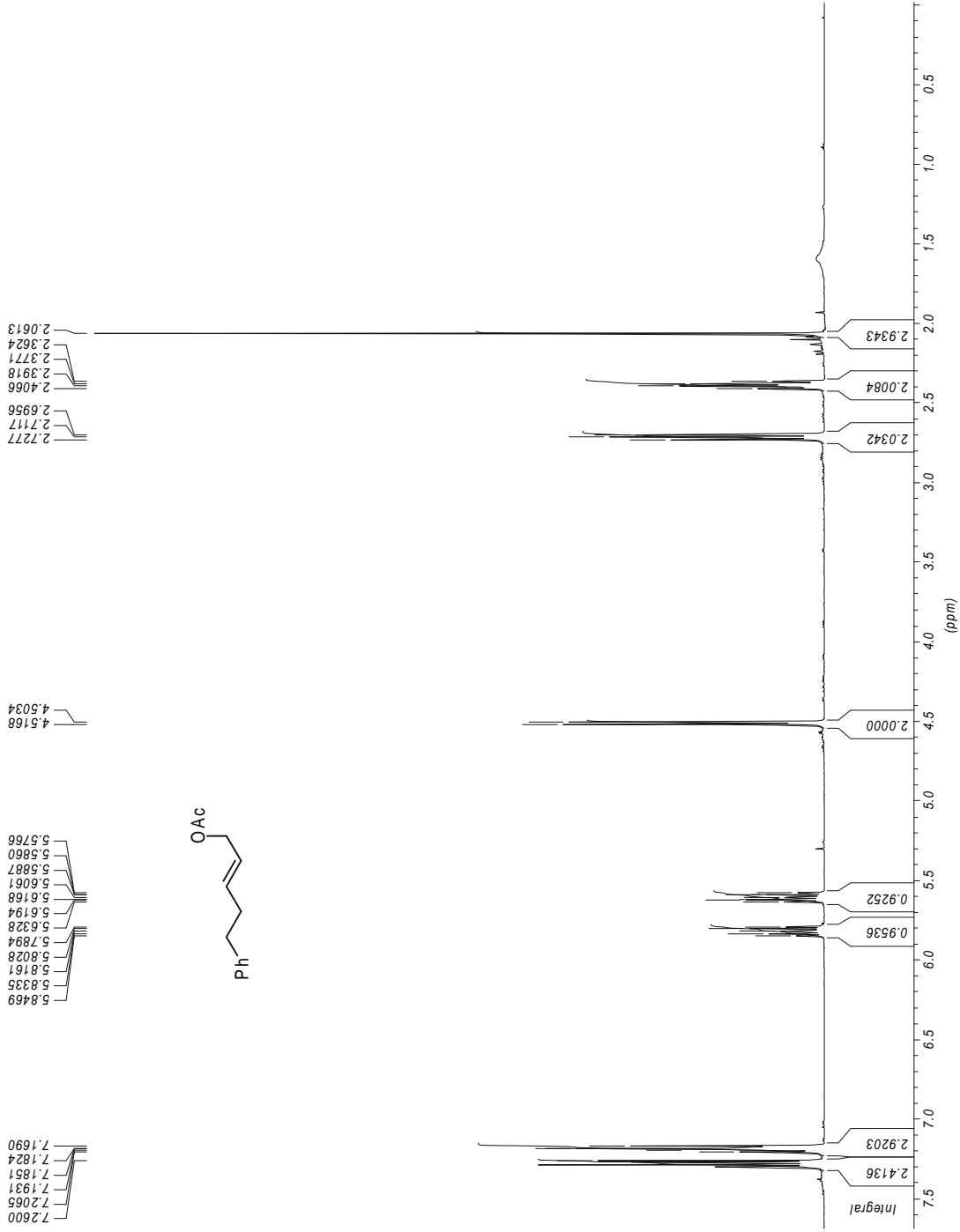
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000

LB : 0.10 Hz

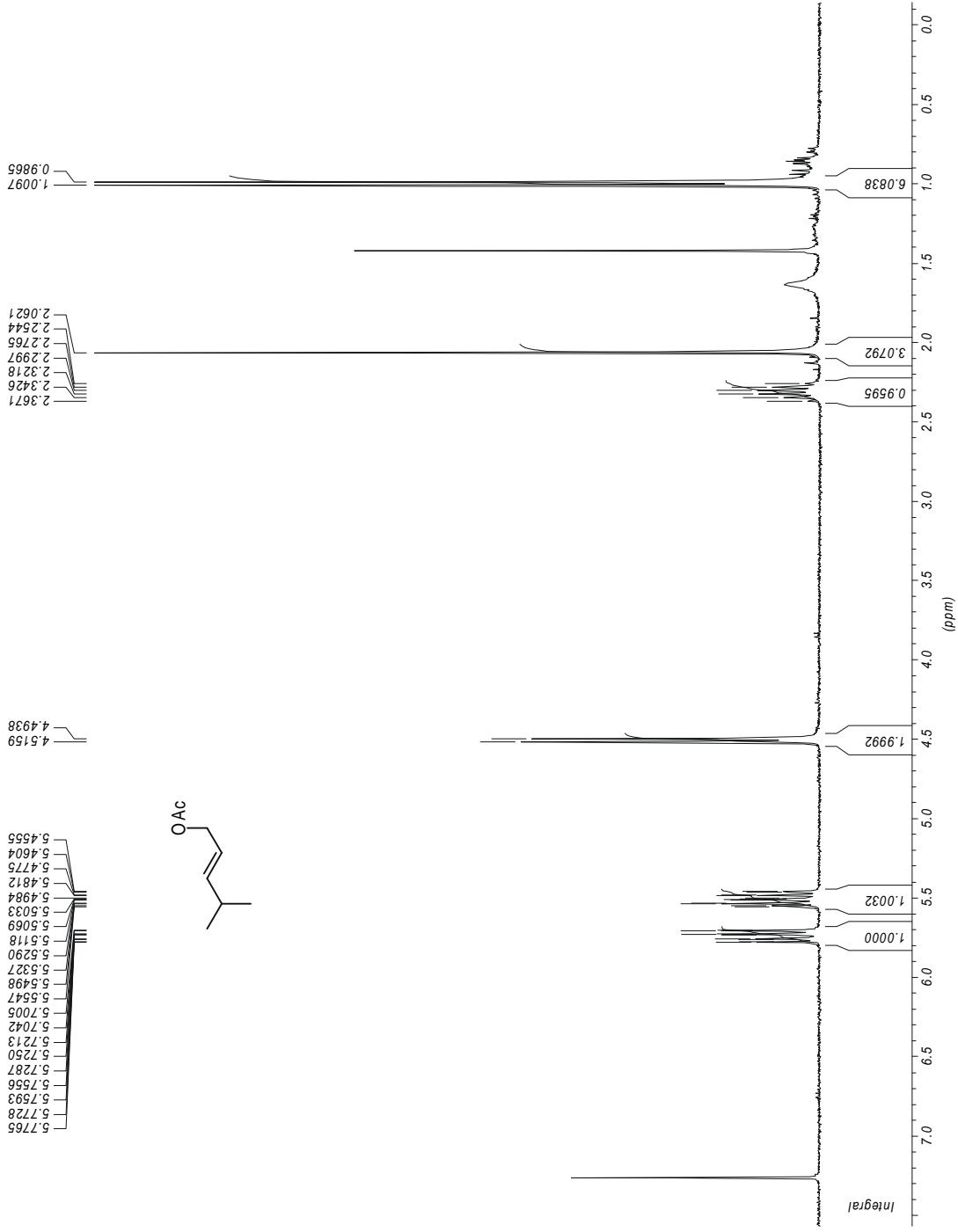
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.69 ppm
Stop : -0.02 ppm
SR : 13.37 Hz





BB 296 IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : au100f
EXPNO : 111
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.57 ppm
Stop : -0.14 ppm
SR : 3366.85 Hz



TL 32 IN CDCL3 Leibmann



*** Current Data Parameters ***

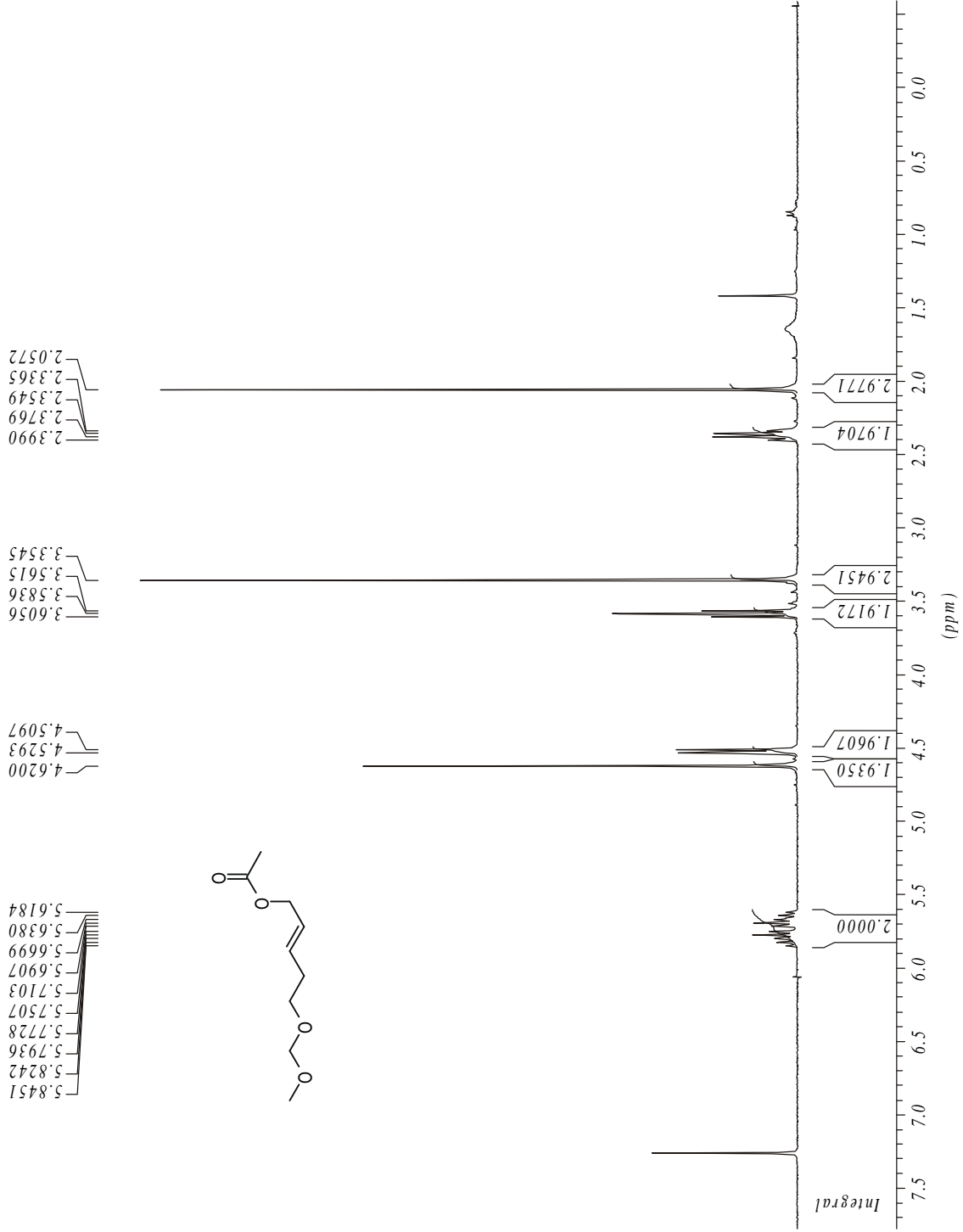
NAME : JN100F
EXPNO : 122
PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

BF1 : 300.130000 MHz
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
SF01 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
SW_h : 6024.096 Hz
TD : 32768
TE : 297 K

*** Processing Parameters ***

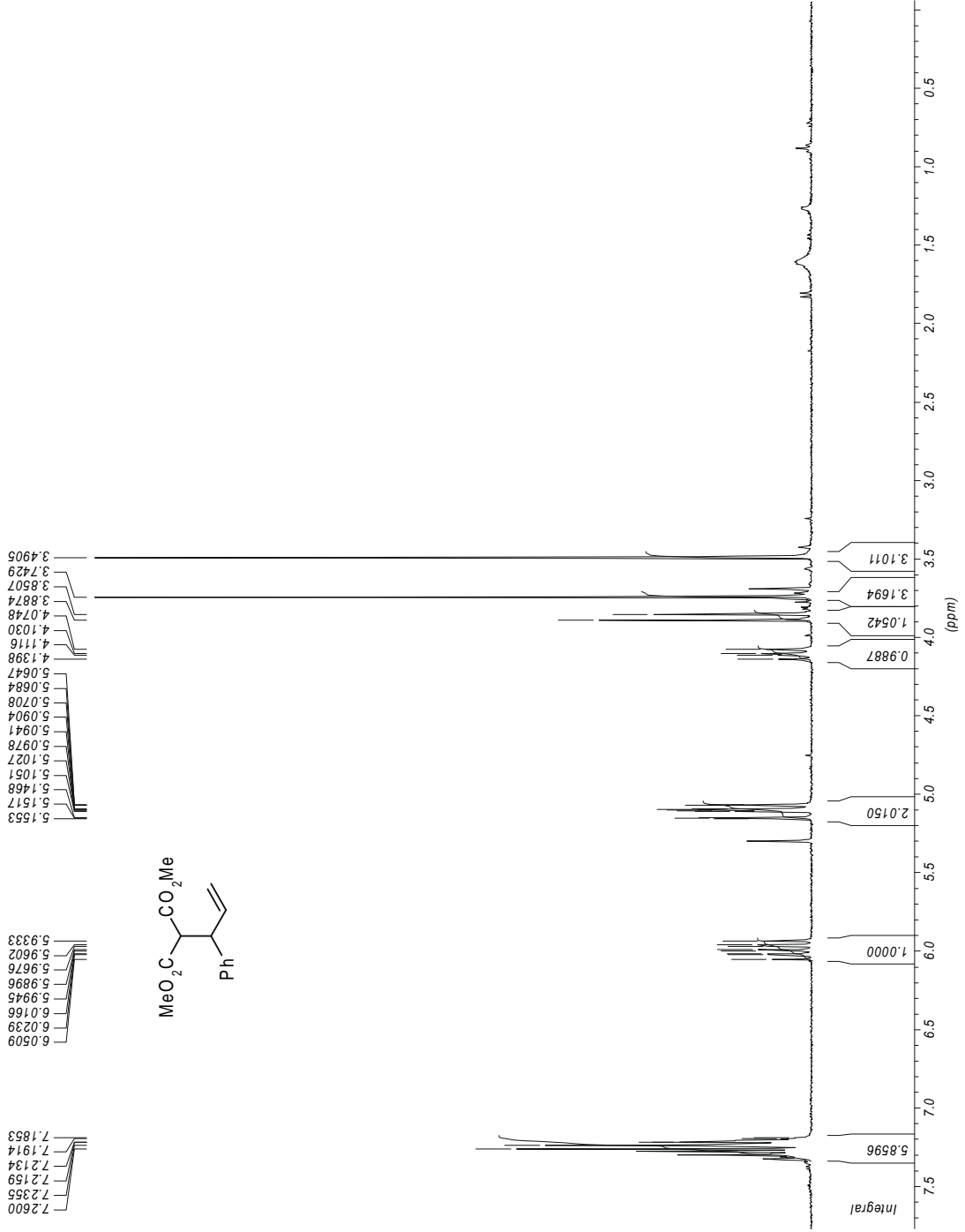
OFFSET : 16.055 ppm
PHC0 : -126.837 degree
SF : 300.1333672 MHz
SI : 16384
SW_p : 6024.0963855





BB 45 in CDCL3 Bartels

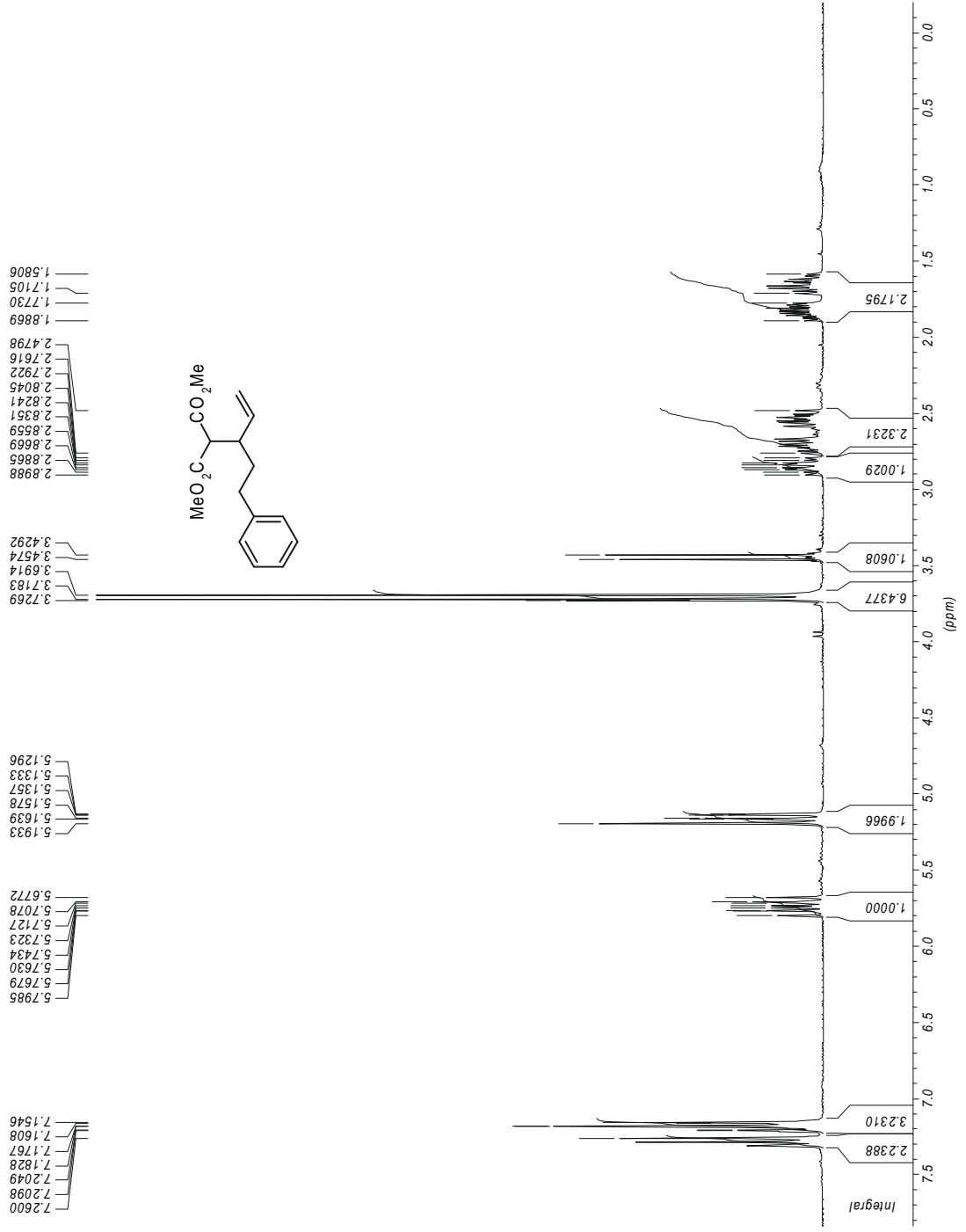
*** Current Data Parameters ***
NAME : JN300F
EXPNO : 103
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.77 ppm
Stop : -0.06 ppm
SR : 3367.58 Hz





BB 087 IN CDCL3 BARTELS

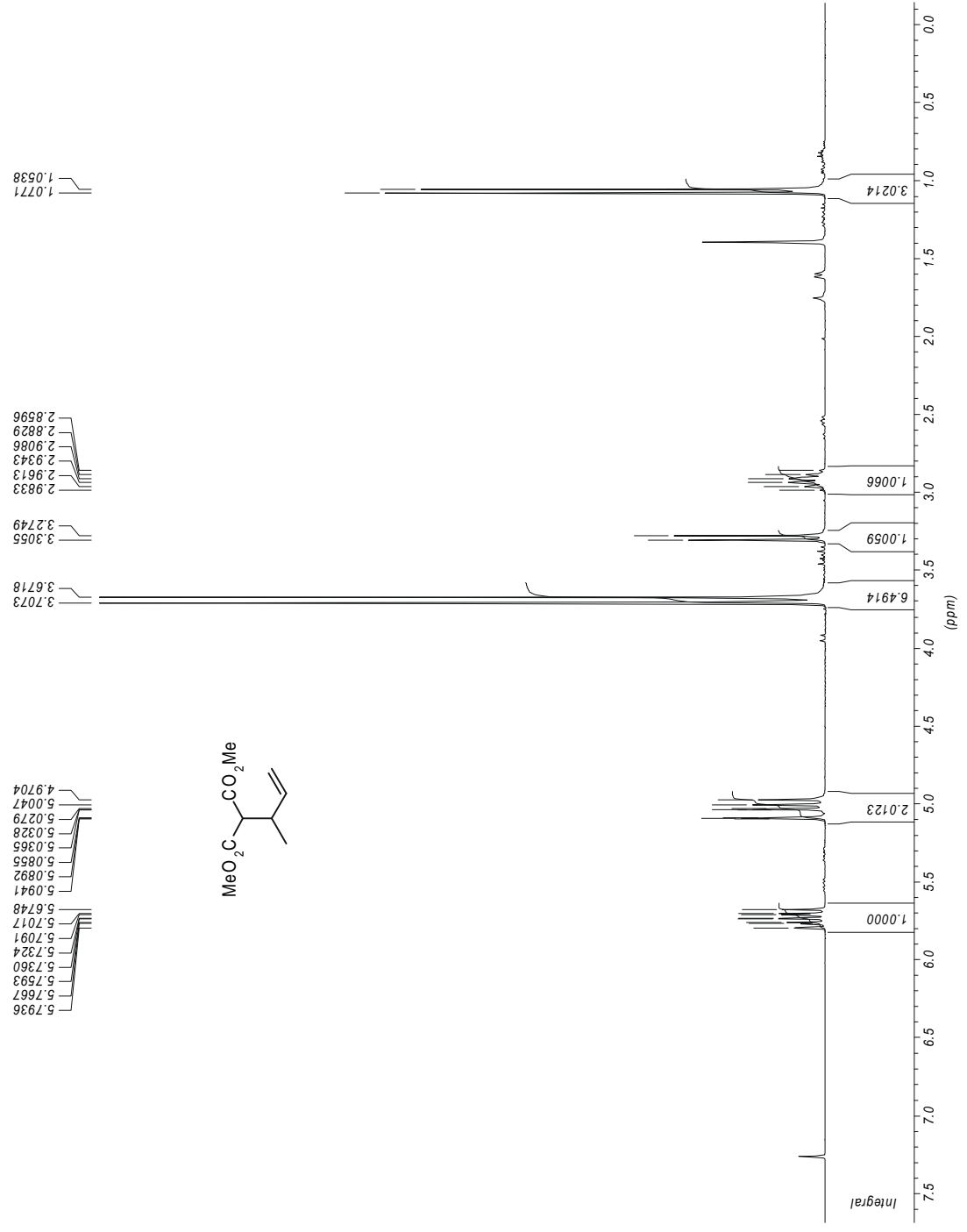
*** Current Data Parameters ***
NAME : mz161f
EXPNO : 119
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.84 ppm
Stop : -0.20 ppm
SR : 3366.11 Hz





BB 275 IN CDCL3 BARTELS

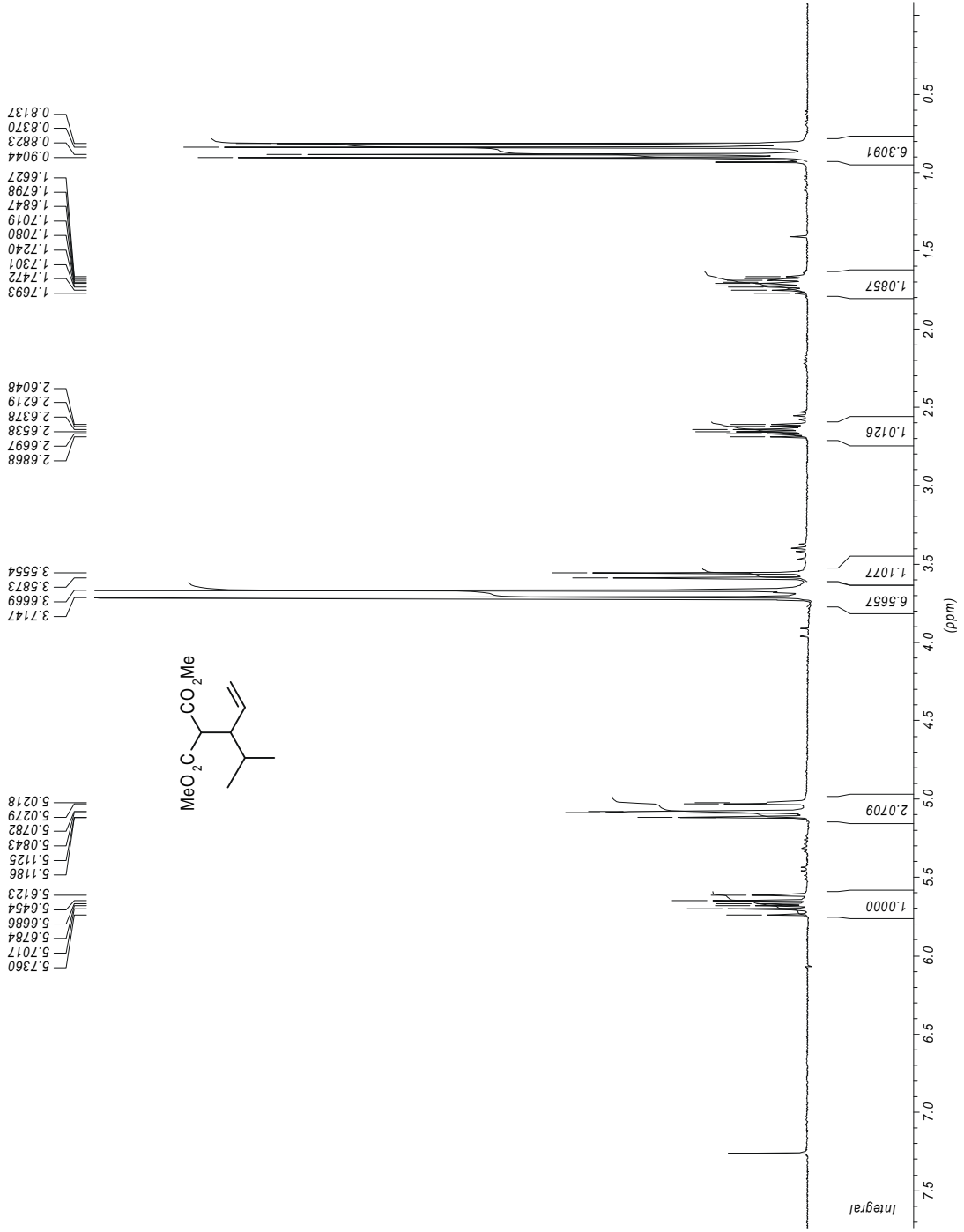
*** Current Data Parameters ***
NAME : jn230f
EXPNO : 137
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.69 ppm
Stop : -0.14 ppm
SR : 3366.85 Hz





BB 210 B IN CDCL3 BARTELS

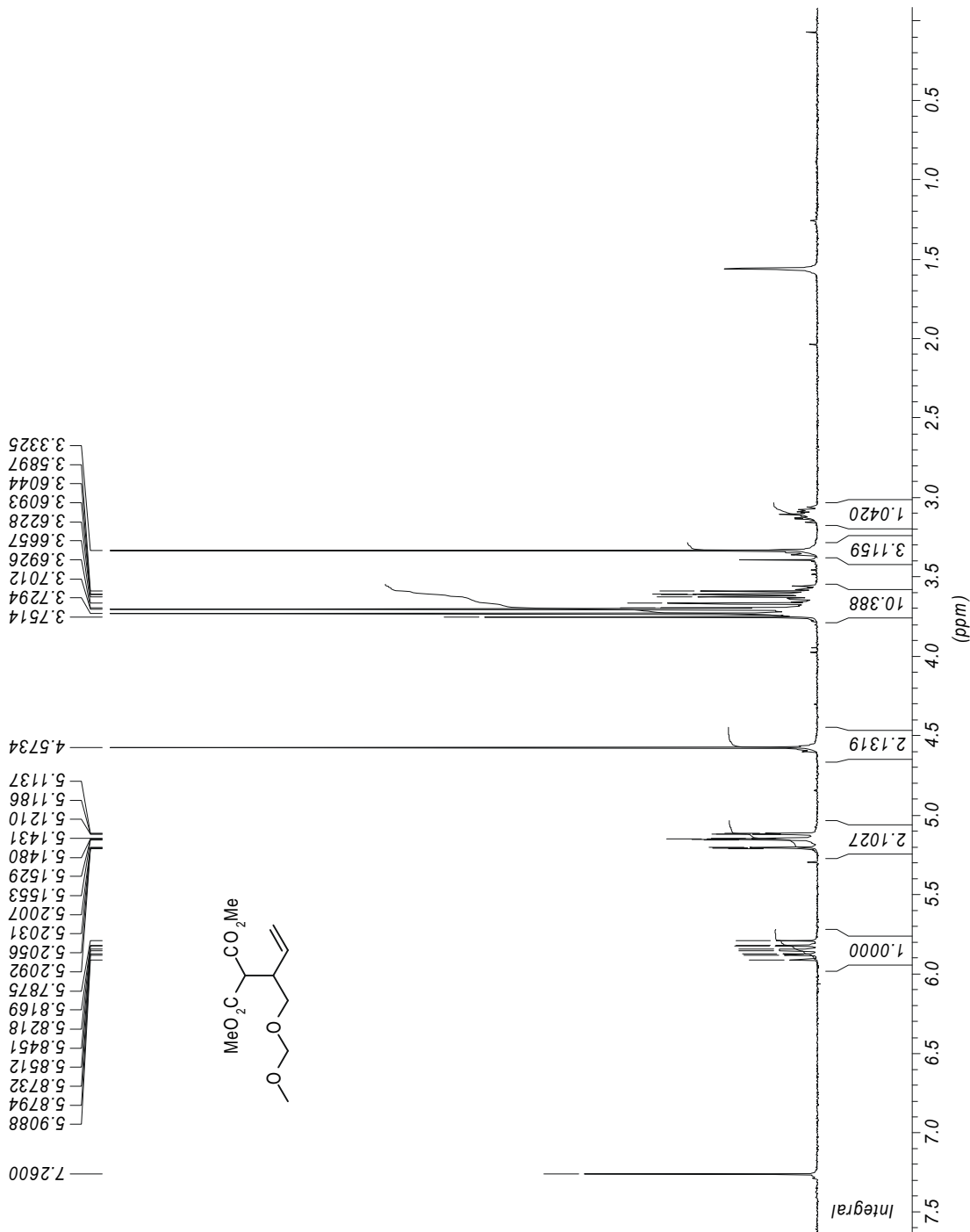
*** Current Data Parameters ***
NAME : dz080f
EXPNO : 109
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.75 ppm
Stop : -0.09 ppm
SR : 3367.58 Hz





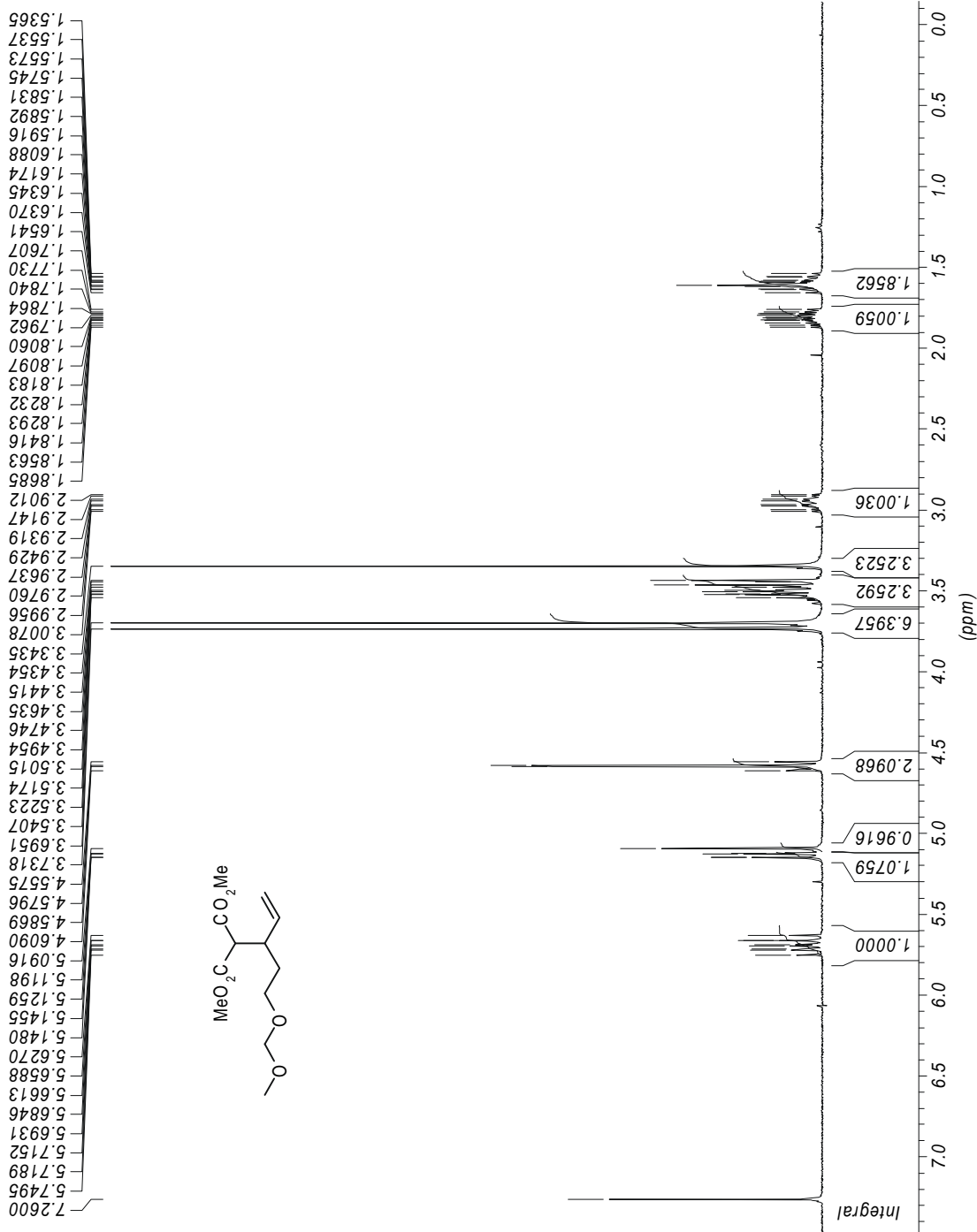
BB 290 B IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : ok180f
EXPNO : 110
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 40
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.63 ppm
Stop : -0.09 ppm
SR : 3367.22 Hz





BB 291 B IN CDCL3 BARTELS



*** Current Data Parameters ***

NAME : ok180f

EXPNO : 105

PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

DS : 2

NS : 32

O1 : 5173.72 Hz

O2 : 3200.00 Hz

PULPROG

SFO1 : 300.1351737 MHz

SW : 20.0714 ppm

TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000

LB : 0.10 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 7.48 ppm

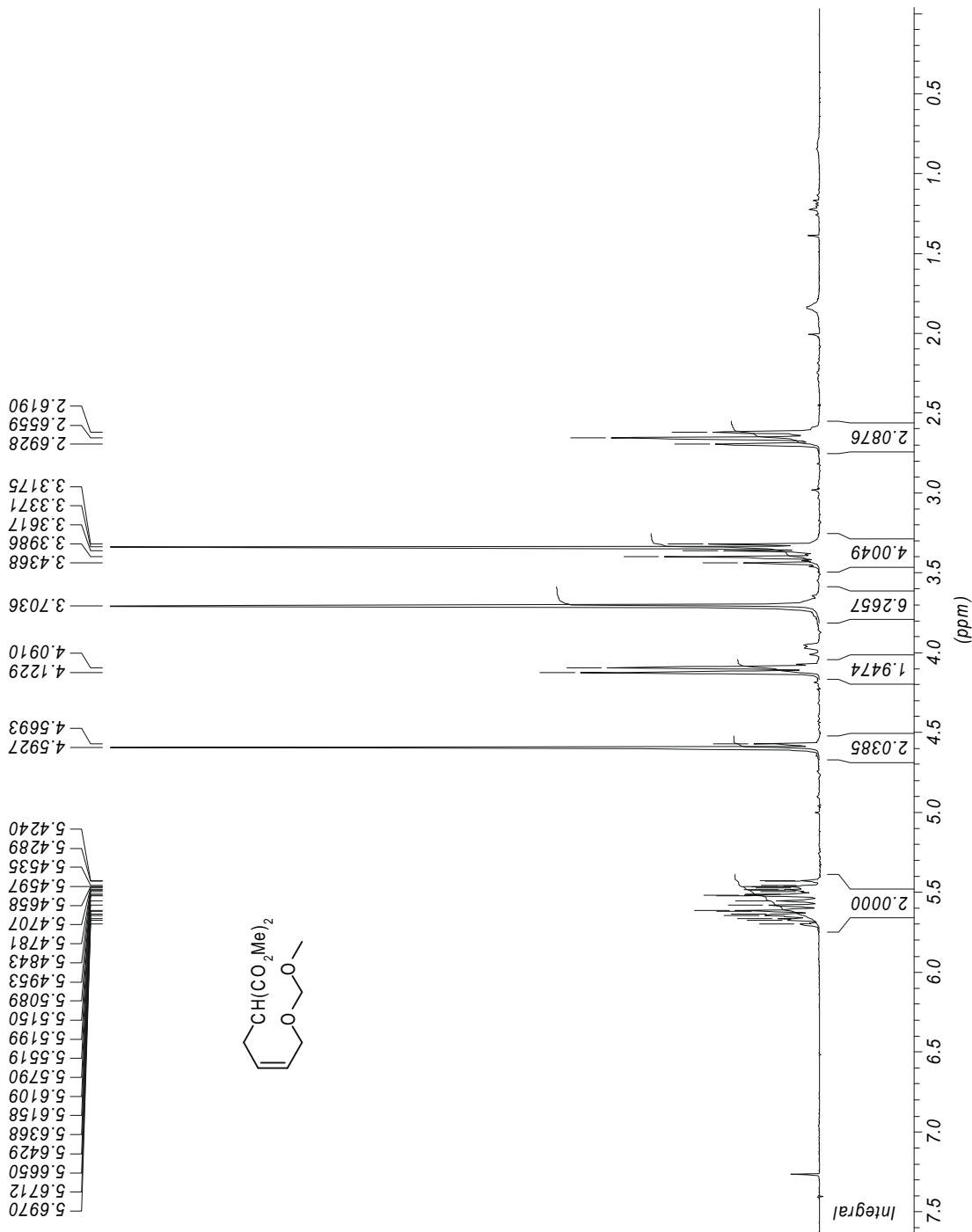
Stop : -0.15 ppm

SR : 3367.22 Hz



BARTELS AS 11 IN CDCL3

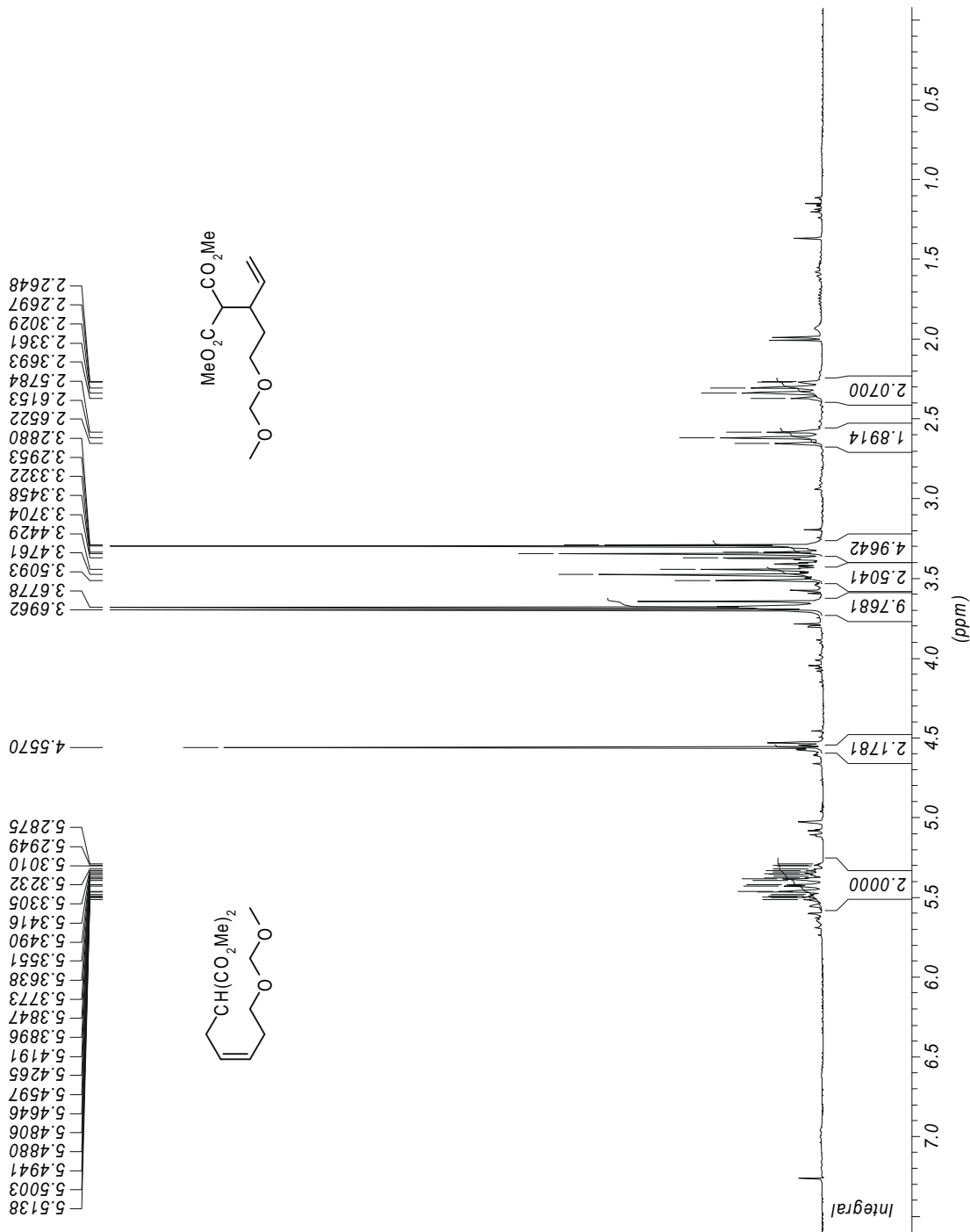
*** Current Data Parameters ***
NAME : A06U0F
EXPNO : 102
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 3449.90 Hz
O2 : 2229.00 Hz
PULPROG
SFO1 200.1334499 MHz
SW : 20.1480 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.64 ppm
Stop : -0.04 ppm
SR : 2338.54 Hz





AS 44 IN CDCL3 BARTELS

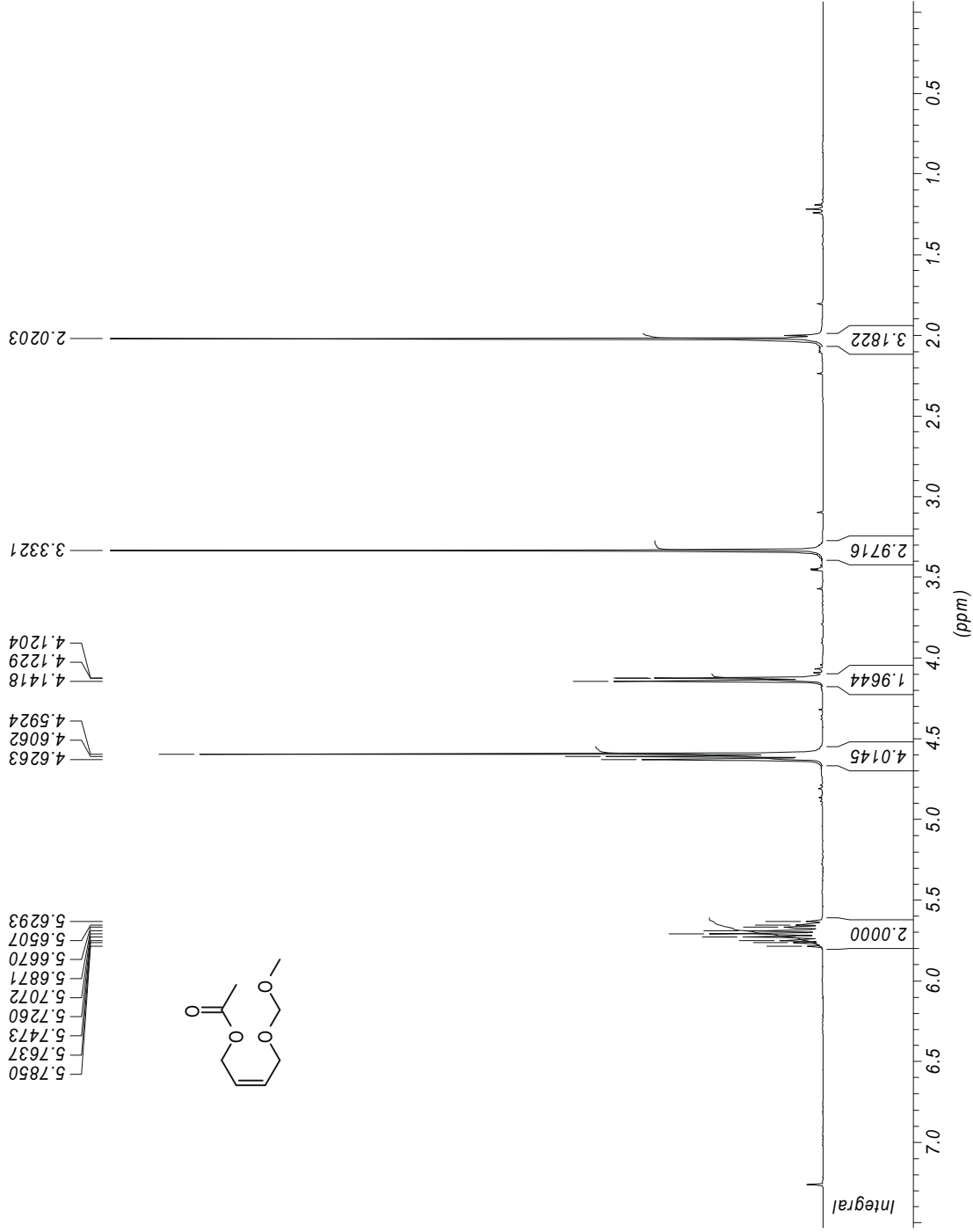
*** Current Data Parameters ***
NAME : a06u0f
EXPNO : 102
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 3449.90 Hz
O2 : 2229.00 Hz
PULPROG
SFO1 200.1334499 MHz
SW : 20.1480 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.60 ppm
Stop : -0.08 ppm
SR : 2340.26 Hz





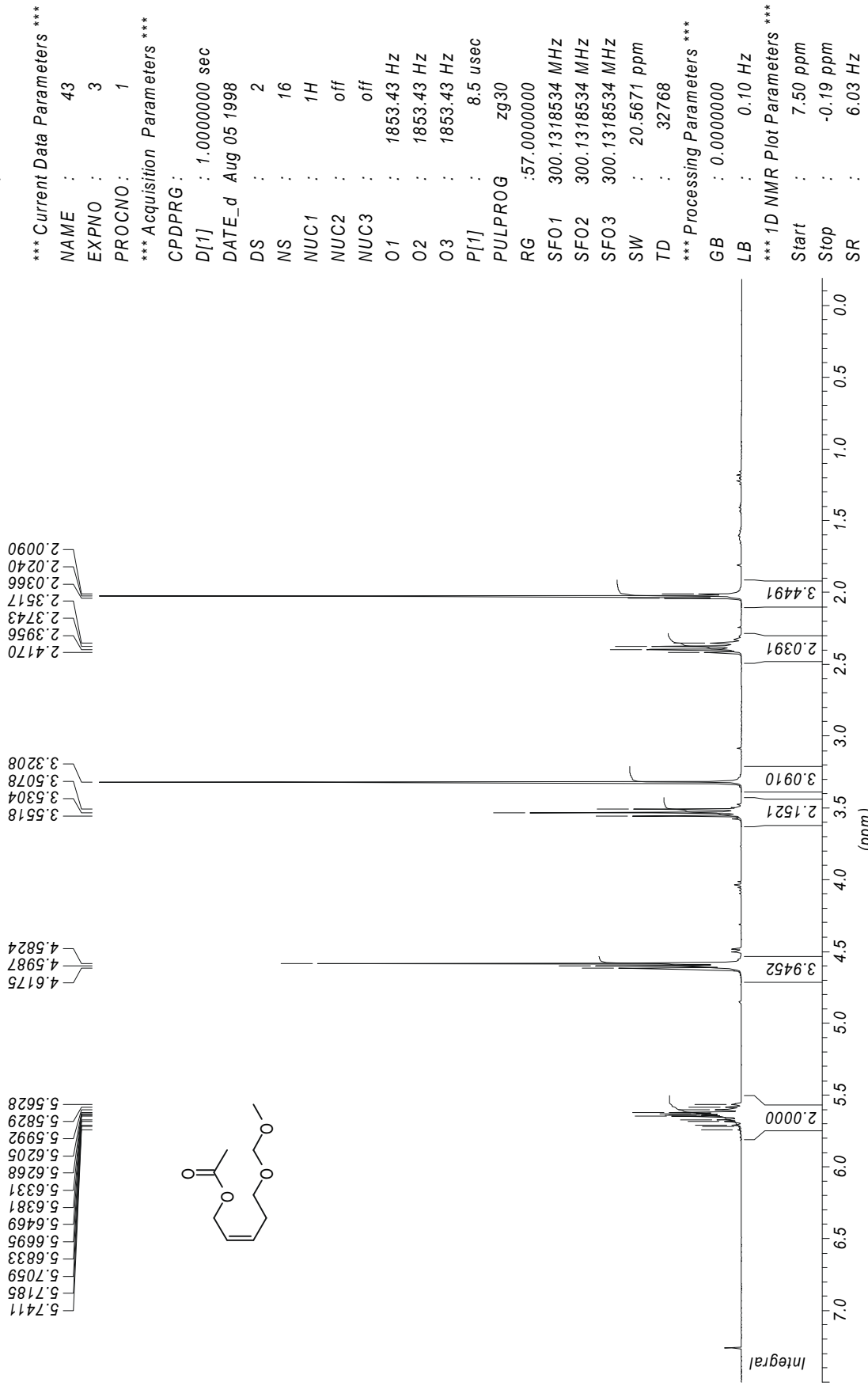
Bartels AS8 CDC/3

*** Current Data Parameters ***
NAME : 08
EXPNO : 5
PROCNO : 1
*** Acquisition Parameters ***
CPDPRG :
D[1] : 1.000000 sec
DATE_d Aug 05 1998
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 1853.43 Hz
O2 : 1853.43 Hz
O3 : 1853.43 Hz
P[1] : 8.5 usec
PULPROG zg30
RG : 57.000000
SFO1 300.1318534 MHz
SFO2 300.1318534 MHz
SFO3 300.1318534 MHz
SW : 20.5671 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.53 ppm
Stop : -0.07 ppm
SR : 6.03 Hz





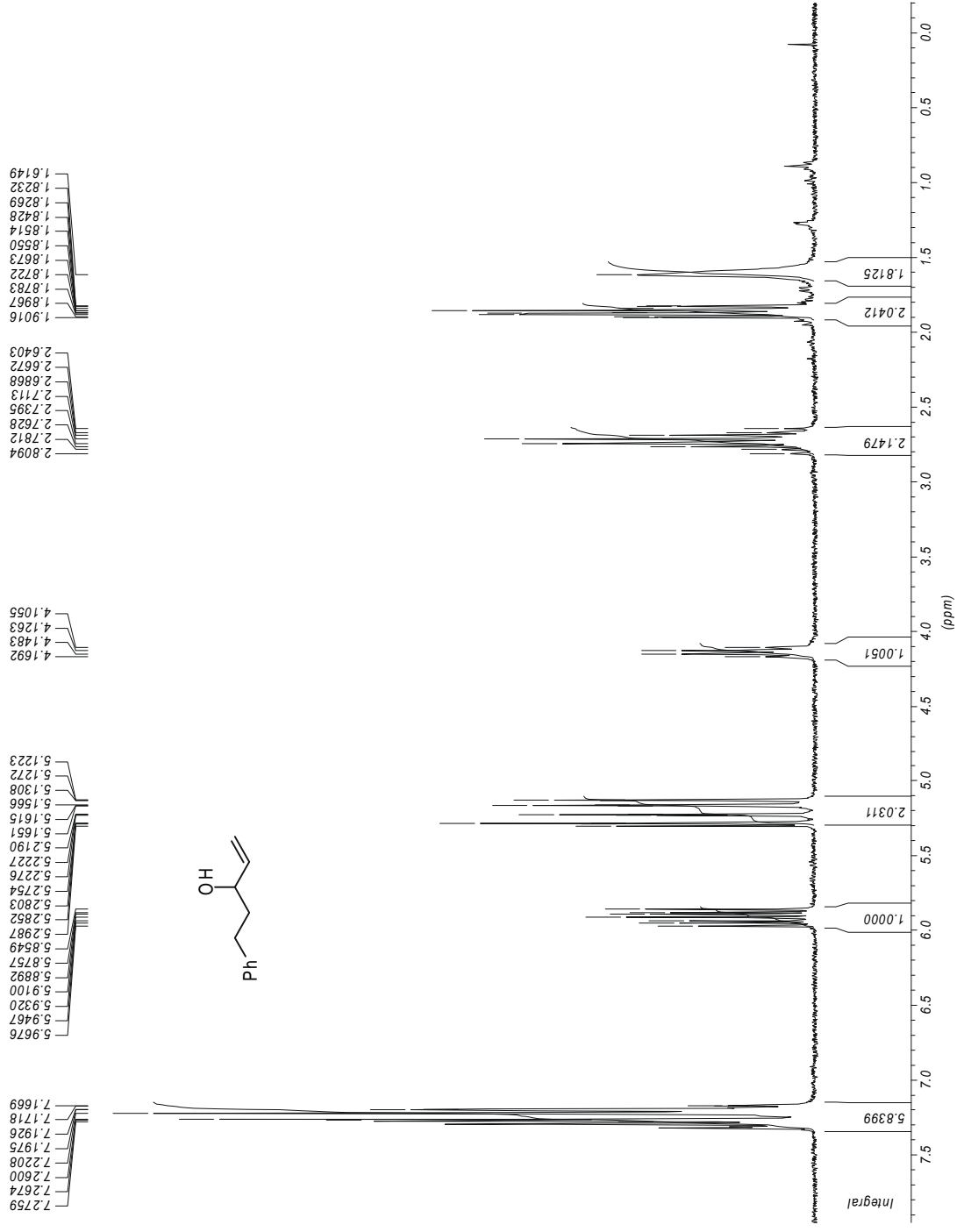
Bartels AS43 CDCI3





BB 163 IN CDCL3 BARTELS

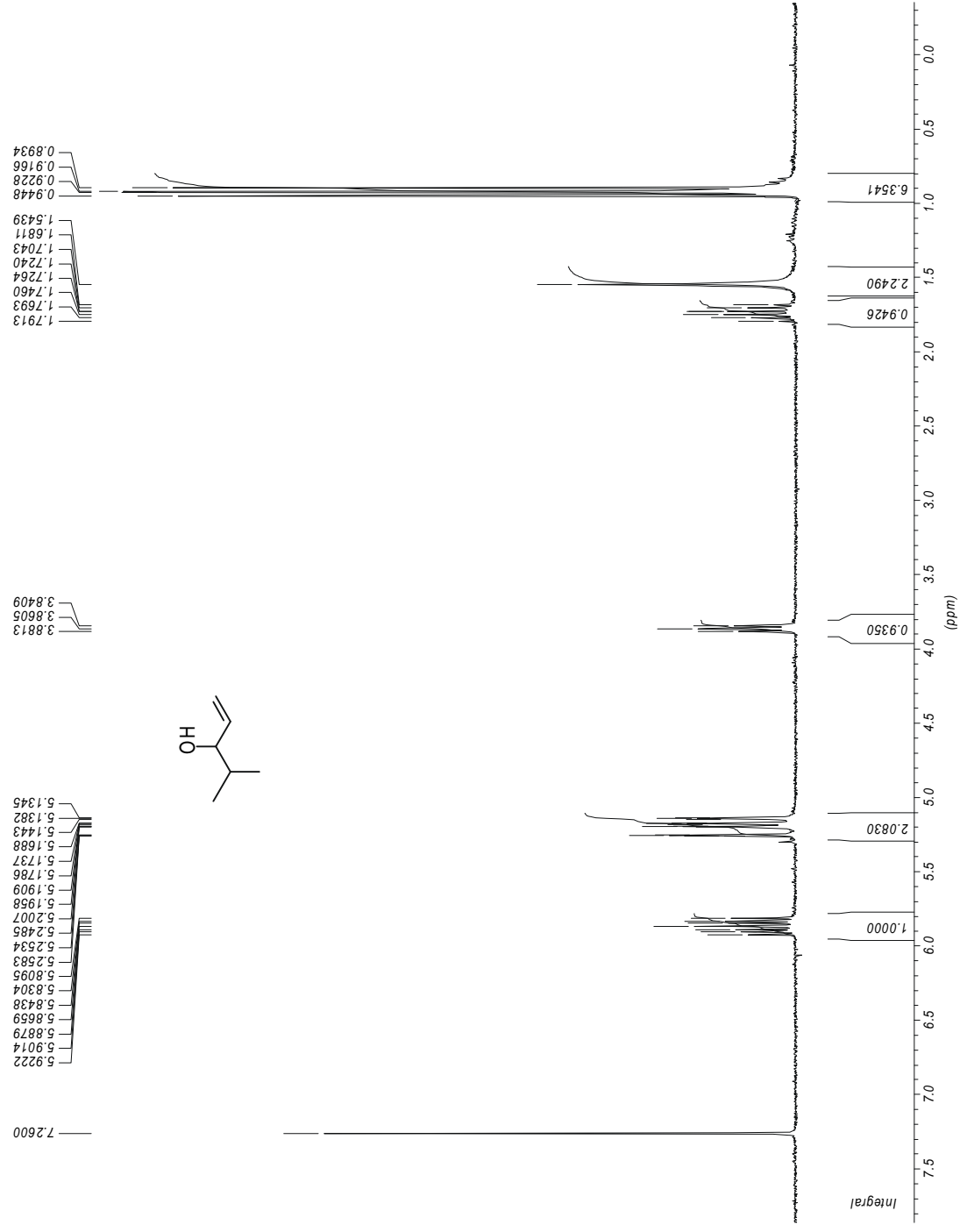
*** Current Data Parameters ***
NAME : au280f
EXPNO : 114
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 : 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.95 ppm
Stop : -0.21 ppm
SR : 3367.58 Hz





BB IPR VERZ OH IN CDCL3 BARTELS

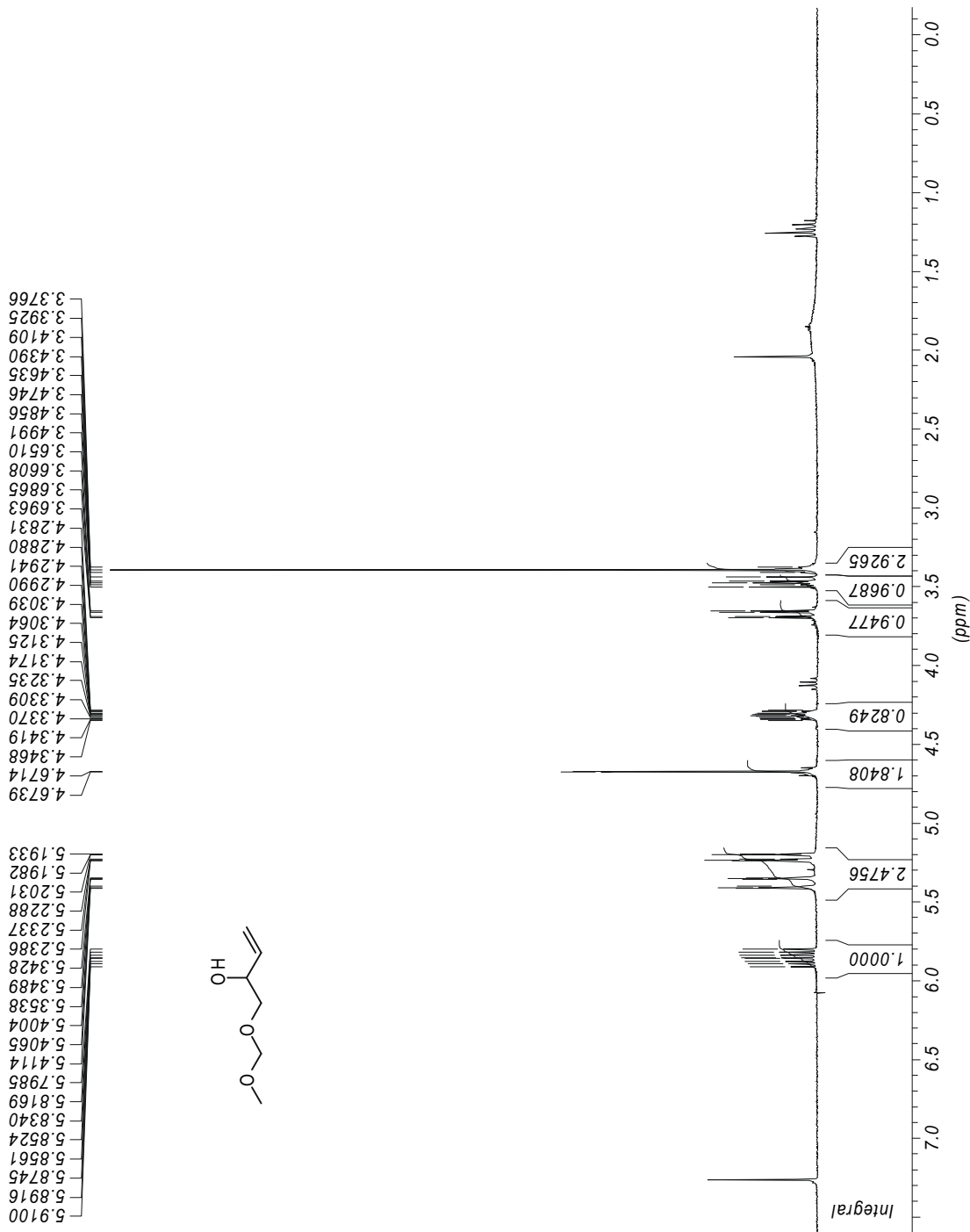
*** Current Data Parameters ***
NAME : se190f
EXPNO : 111
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 40
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.86 ppm
Stop : -0.35 ppm
SR : 3367.58 Hz





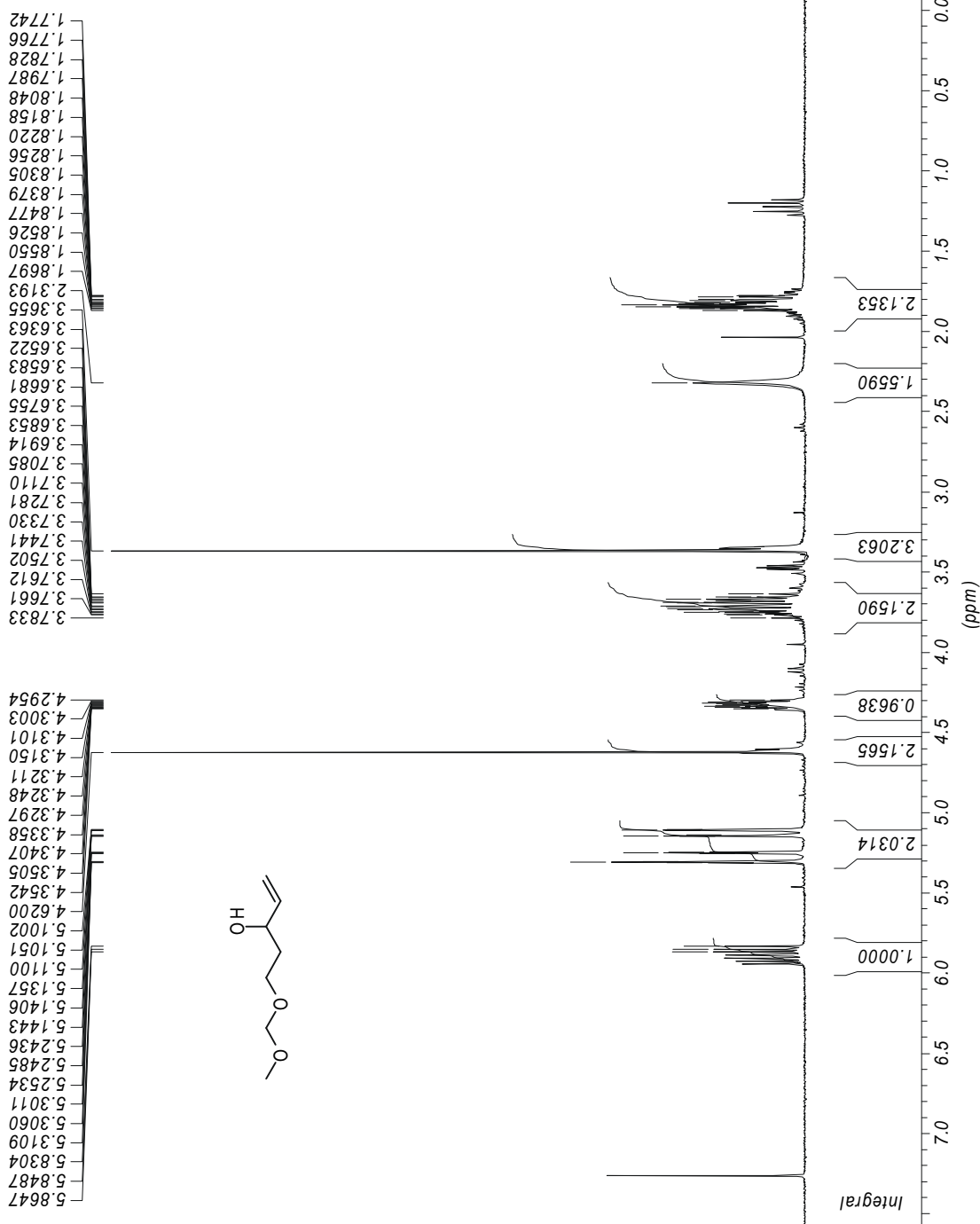
TC 13 IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : ma100f
EXPNO : 132
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.60 ppm
Stop : -0.17 ppm
SR : 3367.22 Hz





TL 17 IN CDCL3 BARTELS



*** Current Data Parameters ***

NAME : ma170f
EXPNO : 105
PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz

PULPROG

SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz

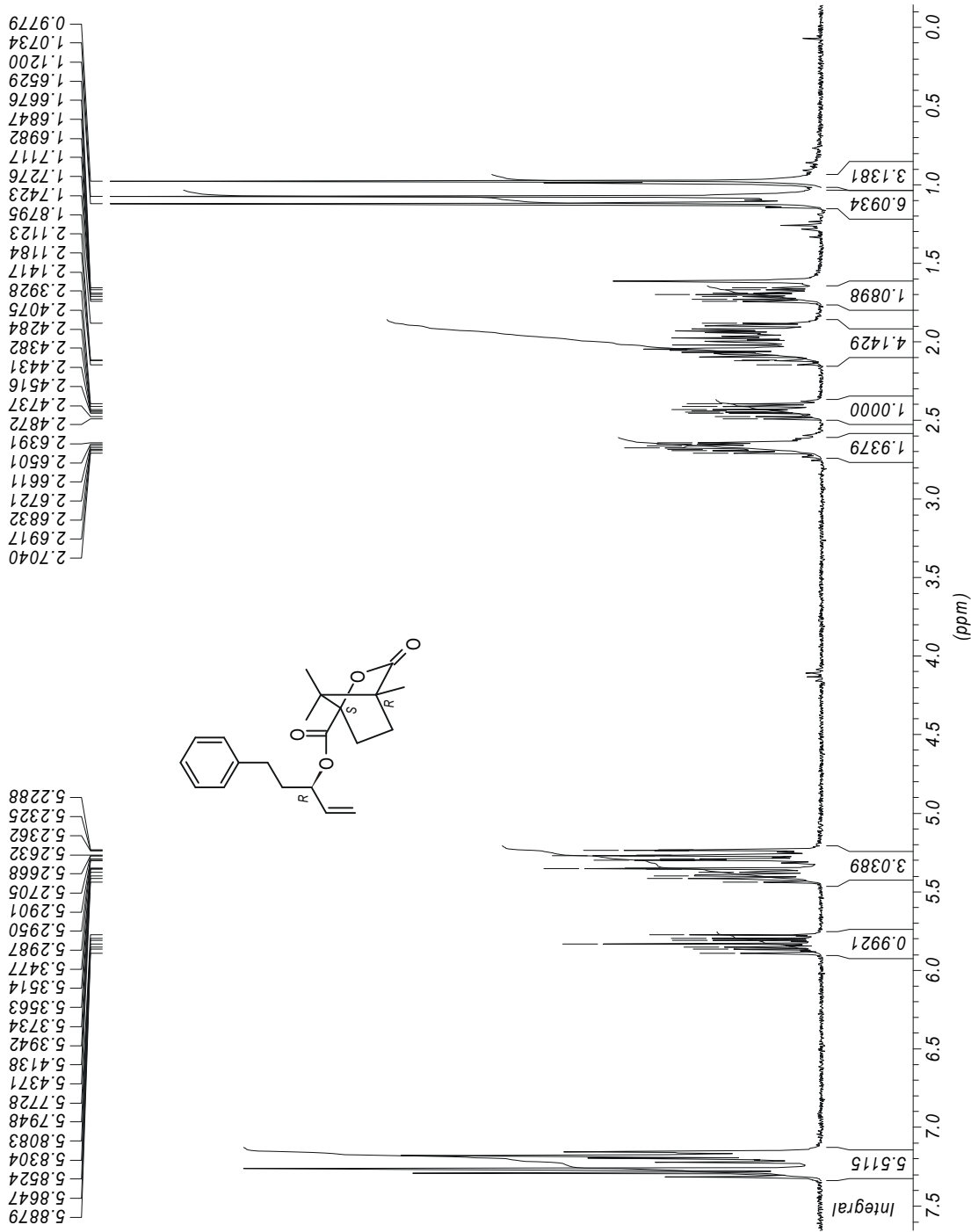
*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 7.57 ppm
Stop : -0.15 ppm
SR : 3367.58 Hz



BB 172 IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : no290f
EXPNO : 102
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.66 ppm
Stop : -0.15 ppm
SR : 3367.22 Hz





Bartels BB166 CDC13

*** Current Data Parameters ***
NAME : ok02hebe
EXPNO : 11
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :

D[1] : 1.0000000 sec

DATE_d .Oct04 2000

DS : 2

NS : 16

NUC1 : ¹H

NUC2 : off

NUC3 : off

O1 : 1853.43 Hz

O2 : 0.00 Hz

O3 : 0.00 Hz

PI[1] : 9.5 usec

PULPROG zg30

RG 114.0000000

SFO1 300.1318534 MHz

SFO2 300.1300000 MHz

SFO3 300.1300000 MHz

SW : 20.8242 ppm

TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000

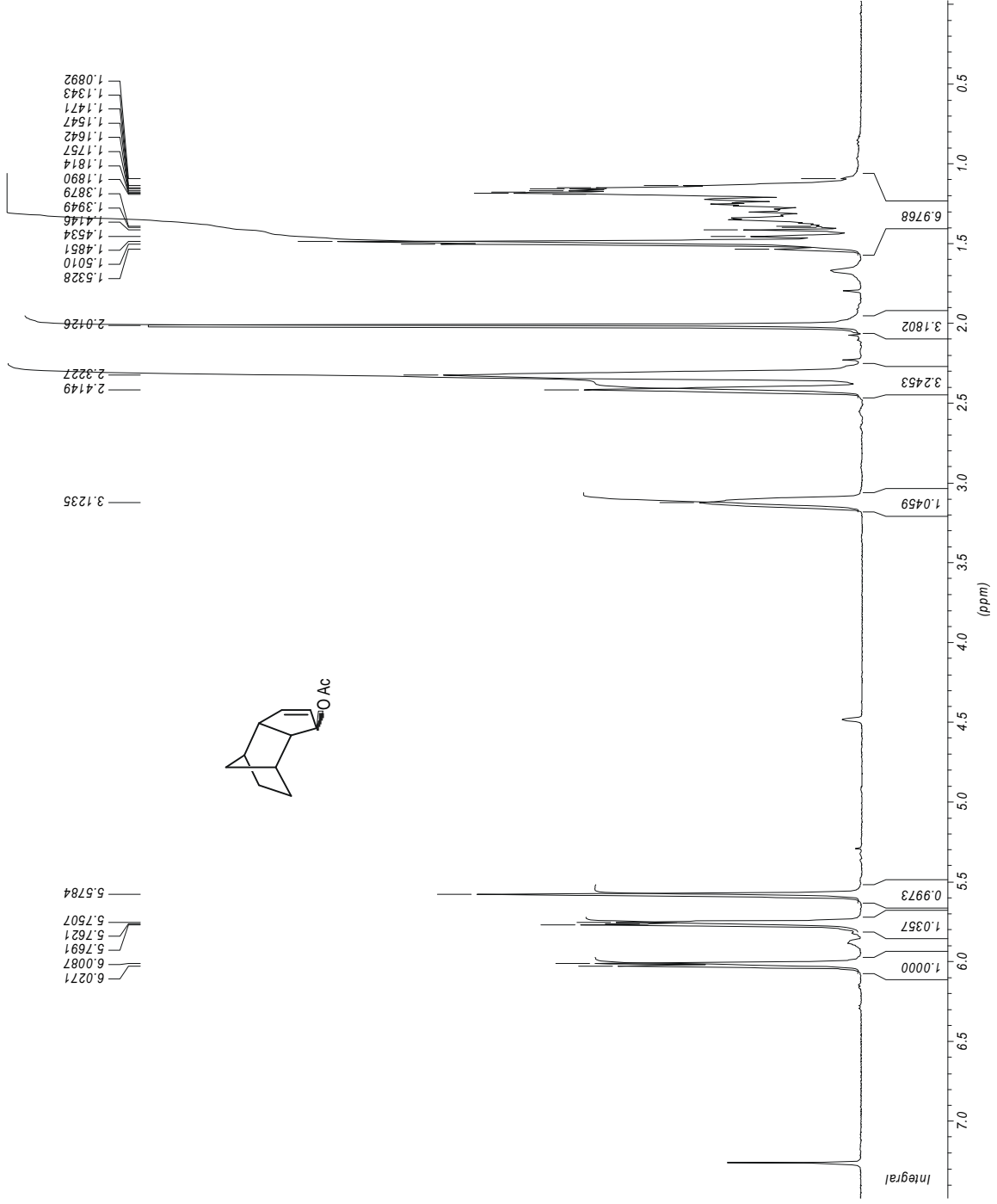
LB : 0.30 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 7.48 ppm

Stop : -0.02 ppm

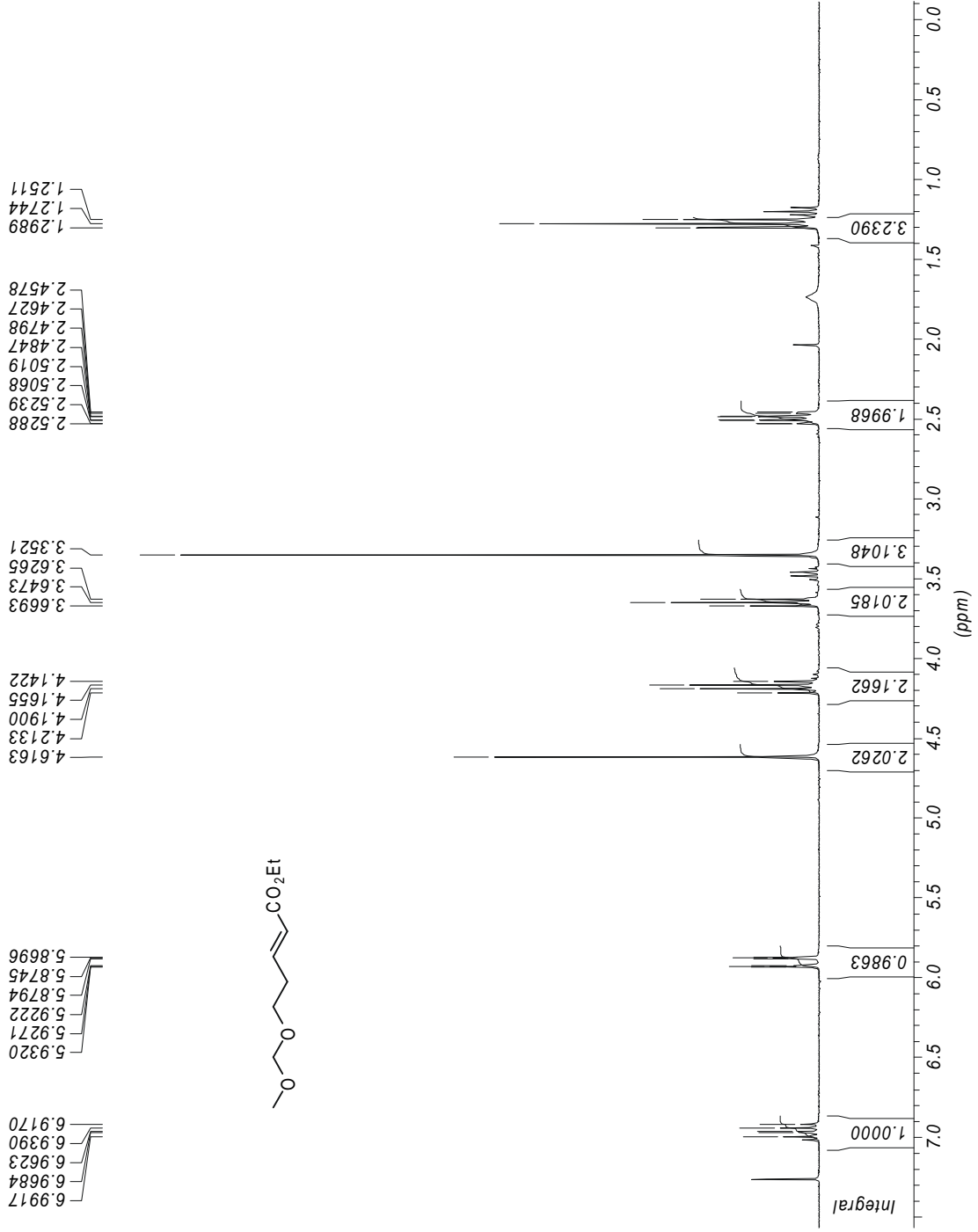
SR : 5.98 Hz





TL 26 IN CDCL3 BARTELS

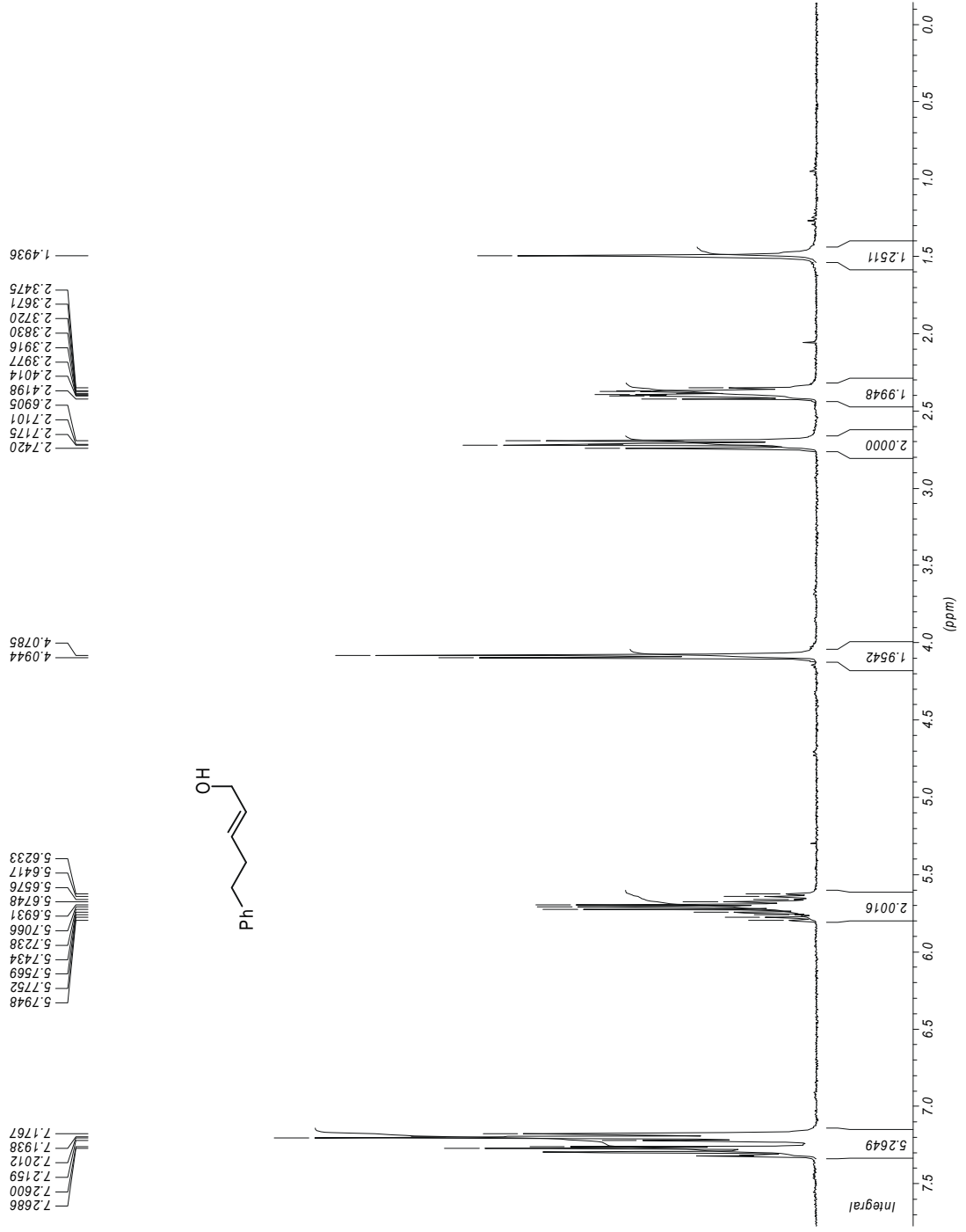
*** Current Data Parameters ***
NAME : jn010f
EXPNO : 118
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.57 ppm
Stop : -0.12 ppm
SR : 3367.22 Hz





BB 106 IN CDCL3 BARTELS

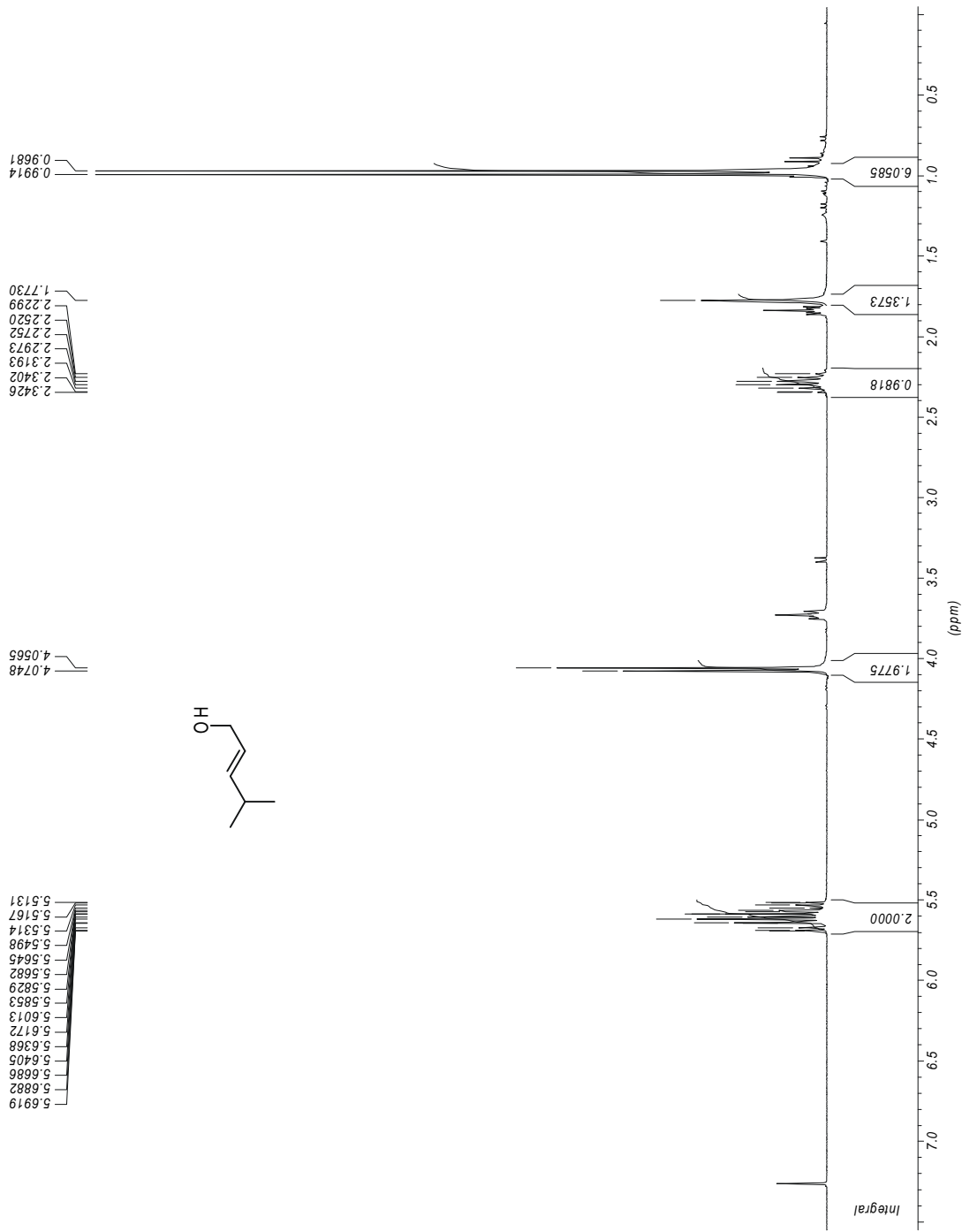
*** Current Data Parameters ***
NAME : se010f
EXPNO : 118
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.78 ppm
Stop : -0.15 ppm
SR : 3367.22 Hz





BB 295 in CDCl3 Bartels

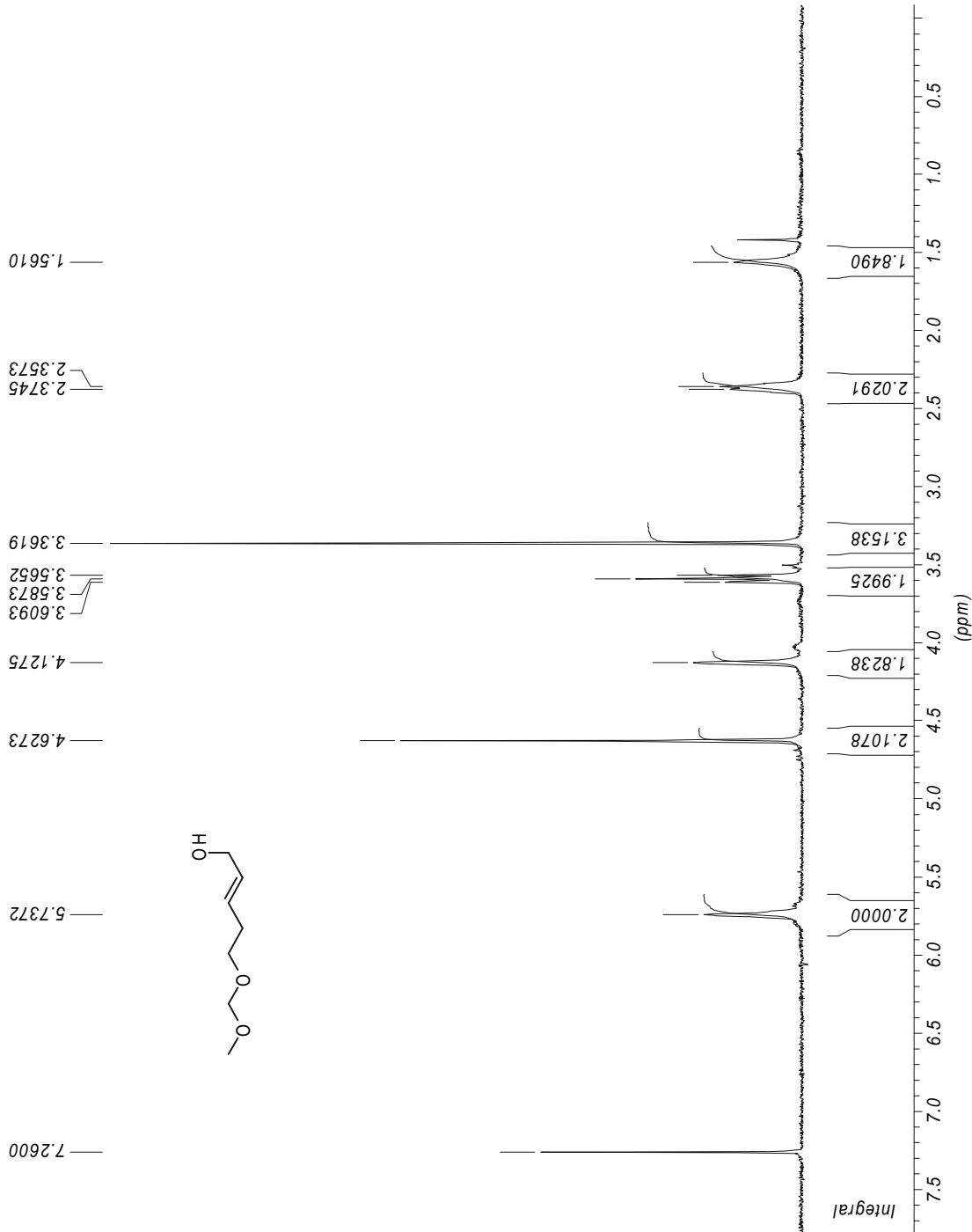
*** Current Data Parameters ***
NAME : se120f
EXPNO : 117
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.55 ppm
Stop : -0.05 ppm
SR : 3366.85 Hz





TL 28 IN CDCL3 BARTELS

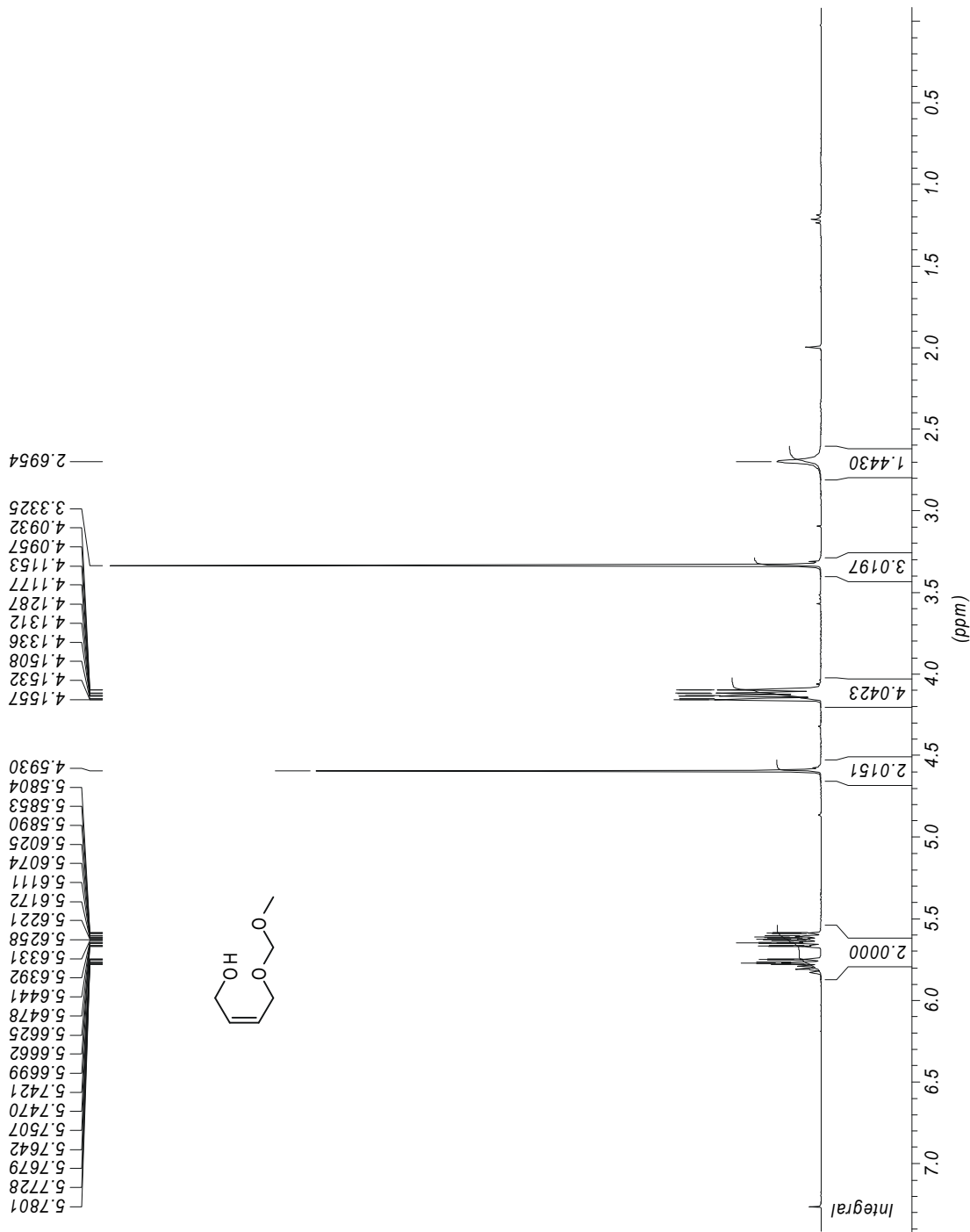
*** Current Data Parameters ***
NAME : jn100f
EXPNO : 121
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.78 ppm
Stop : -0.09 ppm
SR : 3367.22 Hz





AS 3 IN CDCL3 BARTELS

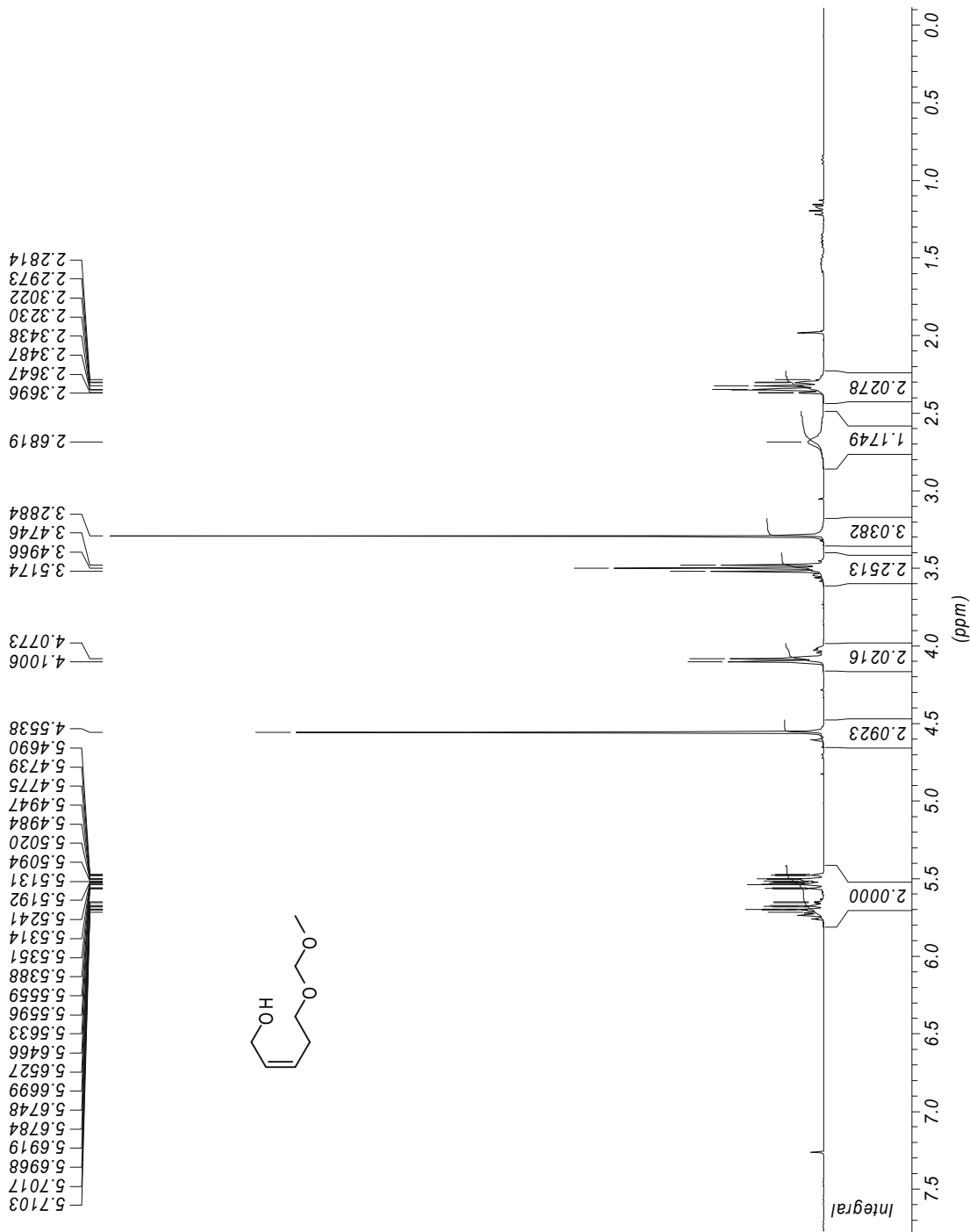
*** Current Data Parameters ***
NAME : au070f
EXPNO : 110
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.42 ppm
Stop : -0.09 ppm
SR : 3367.22 Hz





AS 40 IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***
NAME : au070f
EXPNO : 109
PROCNO : 2
*** Acquisition Parameters ***
DS : 2
NS : 16
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz
PULPROG
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 7.78 ppm
Stop : -0.12 ppm
SR : 3367.22 Hz





BB 416 A IN CDCL3 BARTELS

*** Current Data Parameters ***

NAME : se200f
EXPNO : 101
PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

DS : 2
NS : 40
O1 : 5173.72 Hz
O2 : 3200.00 Hz

PULPROG

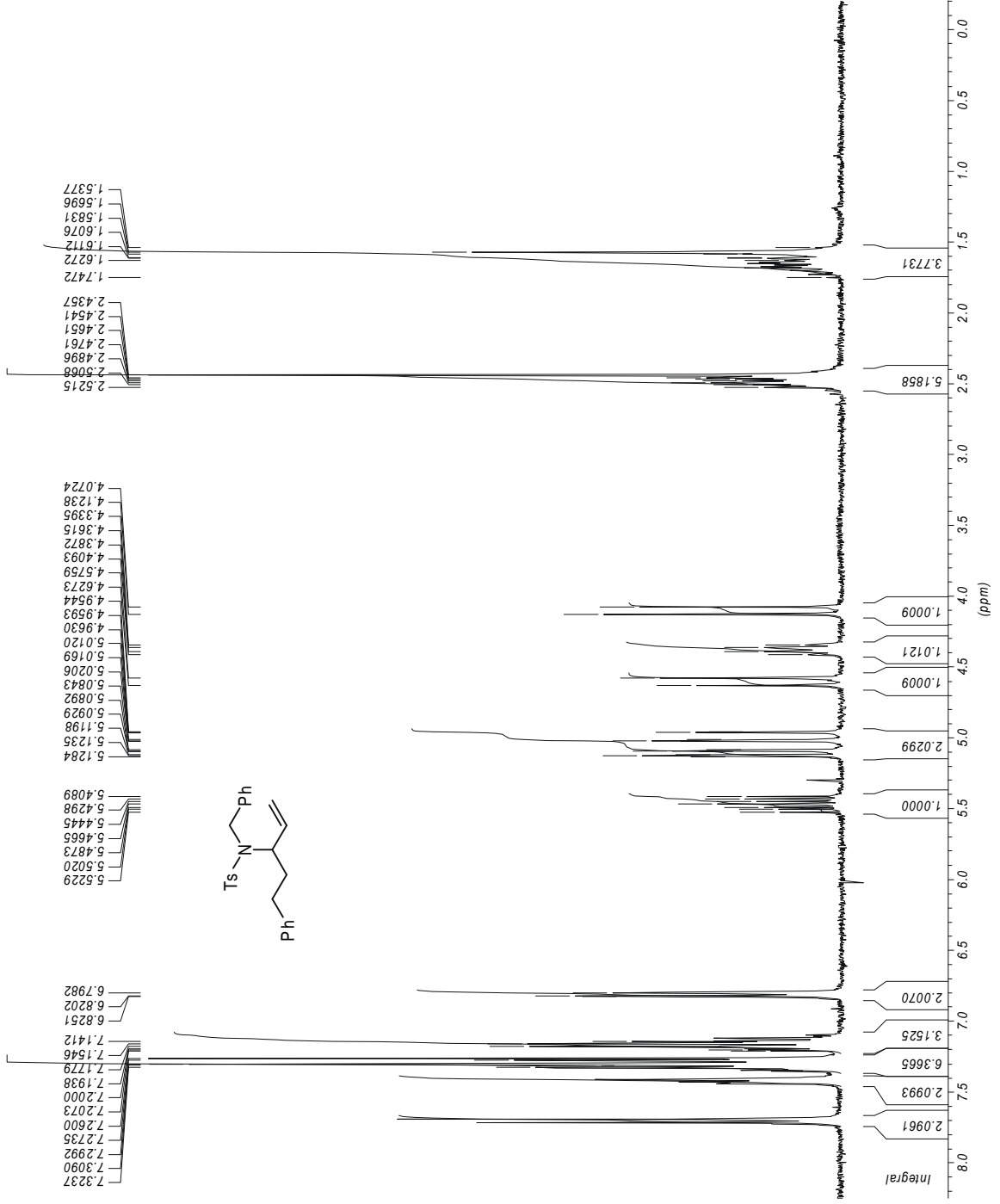
SFO1 300.1351737 MHz
SW : 20.0714 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz

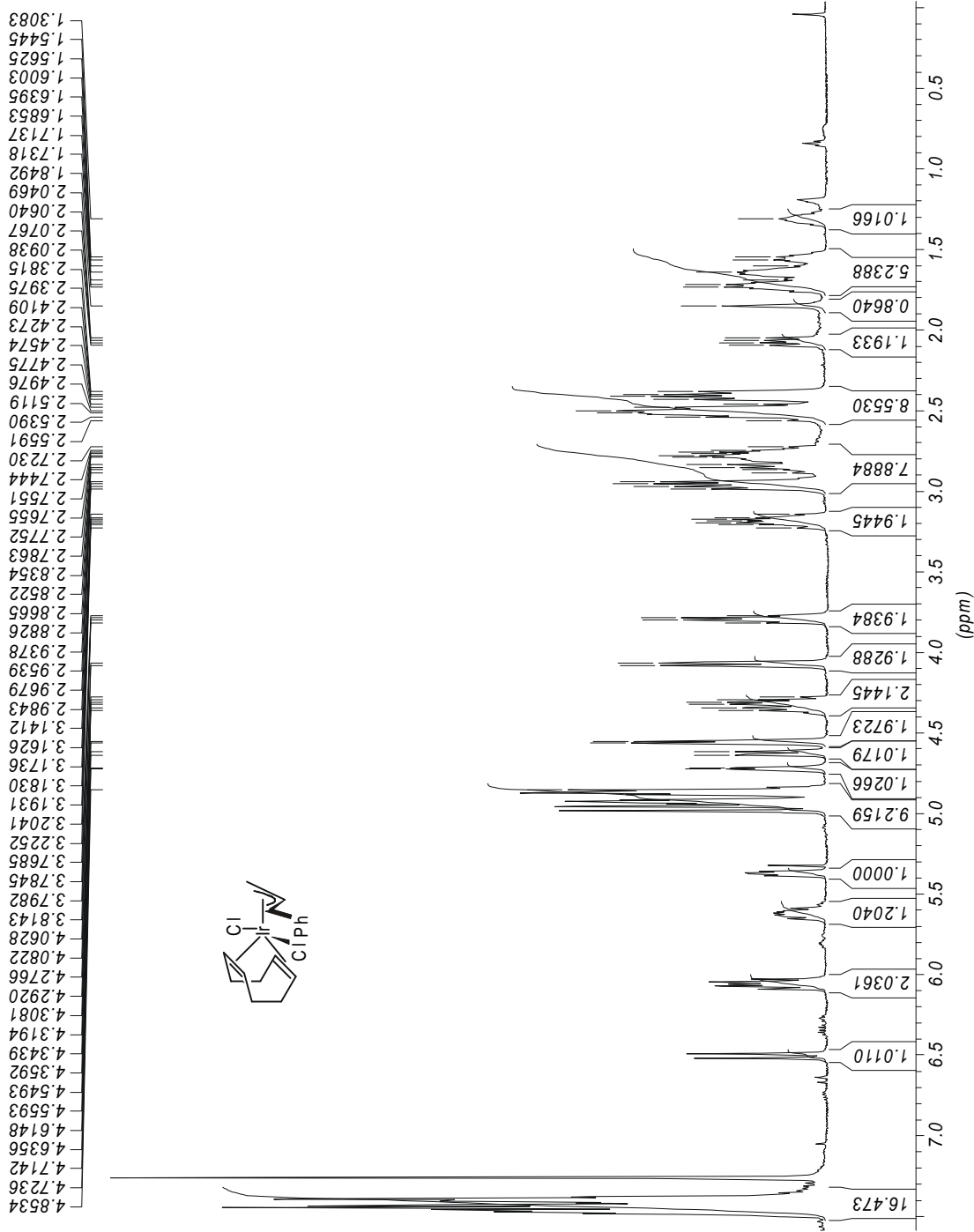
*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 8.25 ppm
Stop : -0.21 ppm
SR : 3367.58 Hz





BB 32.5 in CDCl₃ Bartels (Temp.: 233 K)



*** Current Data Parameters ***

NAME : heba13se
EXPNO : 8
PROCNO : 2

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :
D[1] : 1.000000 sec
DATE_d Sep 13 2000
DS : 2
NS : 40
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 2273.78 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 10.1 usec

PULPROG zg30
RG 256.000000
SFO1 500.1322738 MHz
SFO2 500.1300000 MHz
SFO3 500.1300000 MHz
SW : 10.9620 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

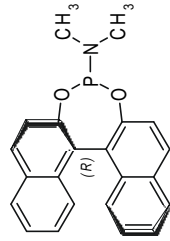
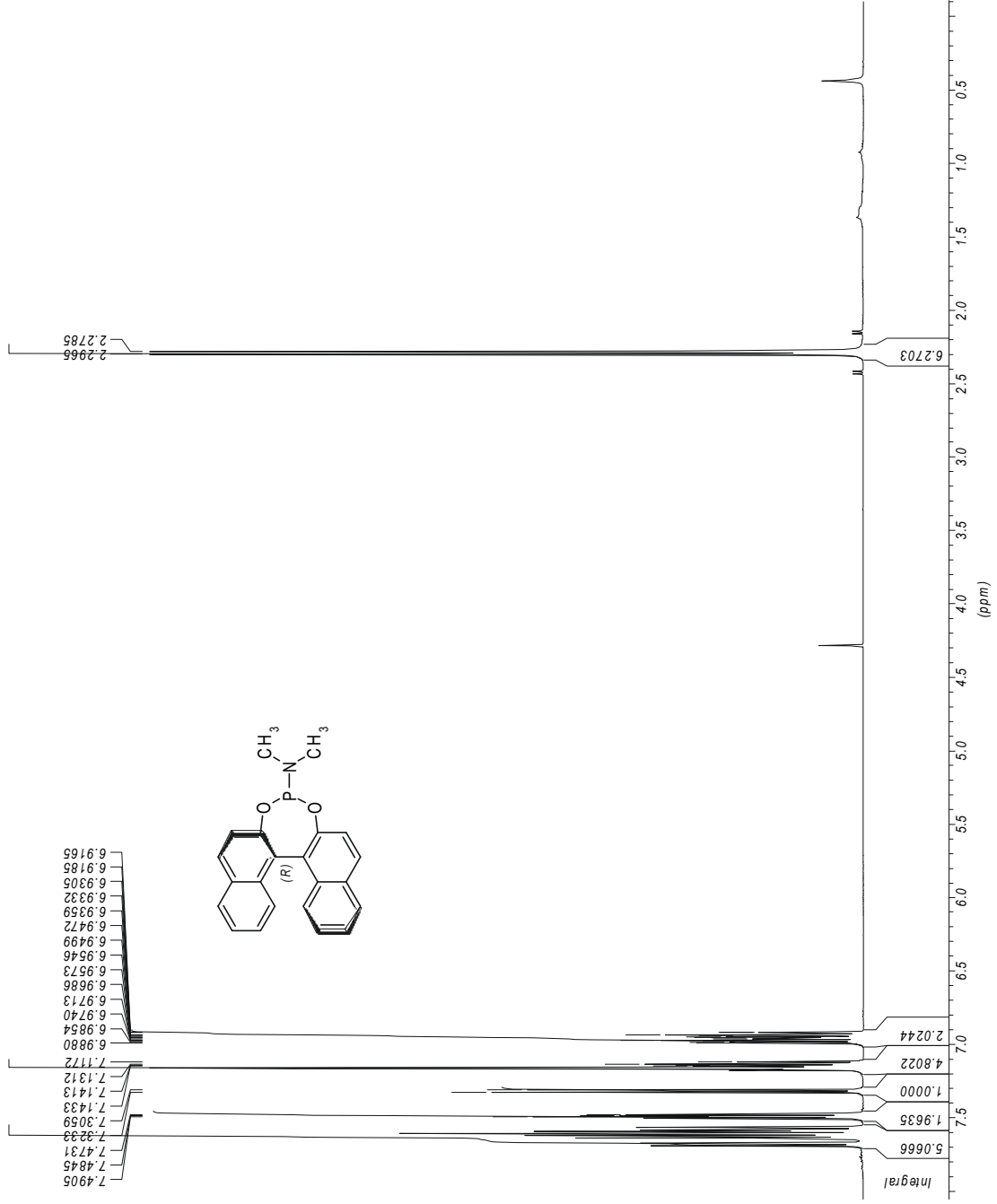
GB : 0.000000
LB : 0.10 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 7.59 ppm
Stop : -0.04 ppm
SR : 15.96 Hz



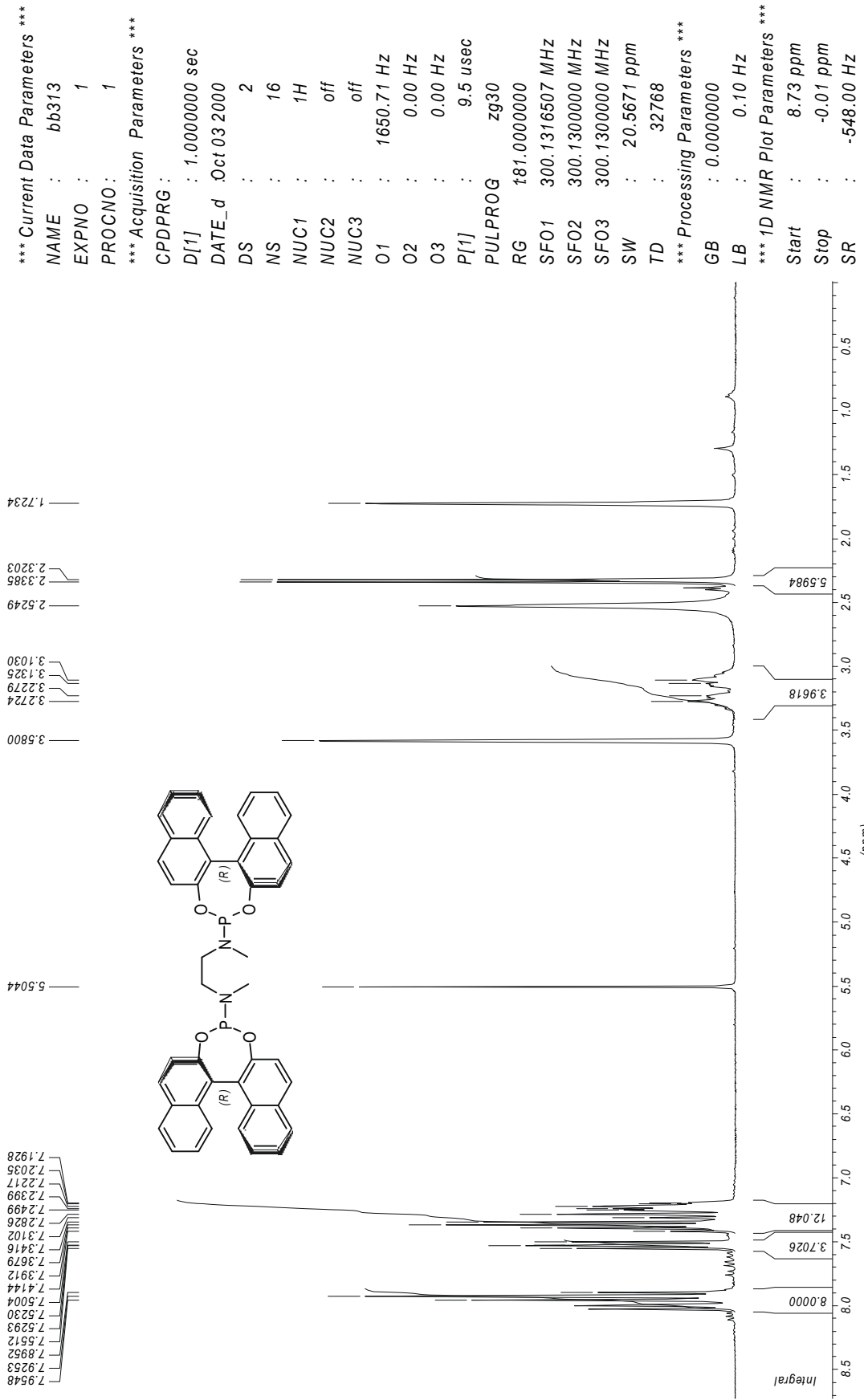
BB 286 in C6D6 Bartels



*** Current Data Parameters ***
NAME : 1
EXPNO : 111
PROCNO : 1
*** Acquisition Parameters ***
CPDPRG :
D[1] : 1.000000 sec
DATE_t : 12:34:09
DATE_d Jan 21 2000
DS : 2
NS : 32
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 4524.37 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 10.1 usec
PULPROG zg30
RG : 80.5999985
SFO1 500.1345244 MHz
SFO2 500.1300000 MHz
SFO3 500.1300000 MHz
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
SF 500.1300570 MHz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 8.05 ppm
Stop : -0.11 ppm
SR : 56.69 Hz
Hz_cm : 192.61



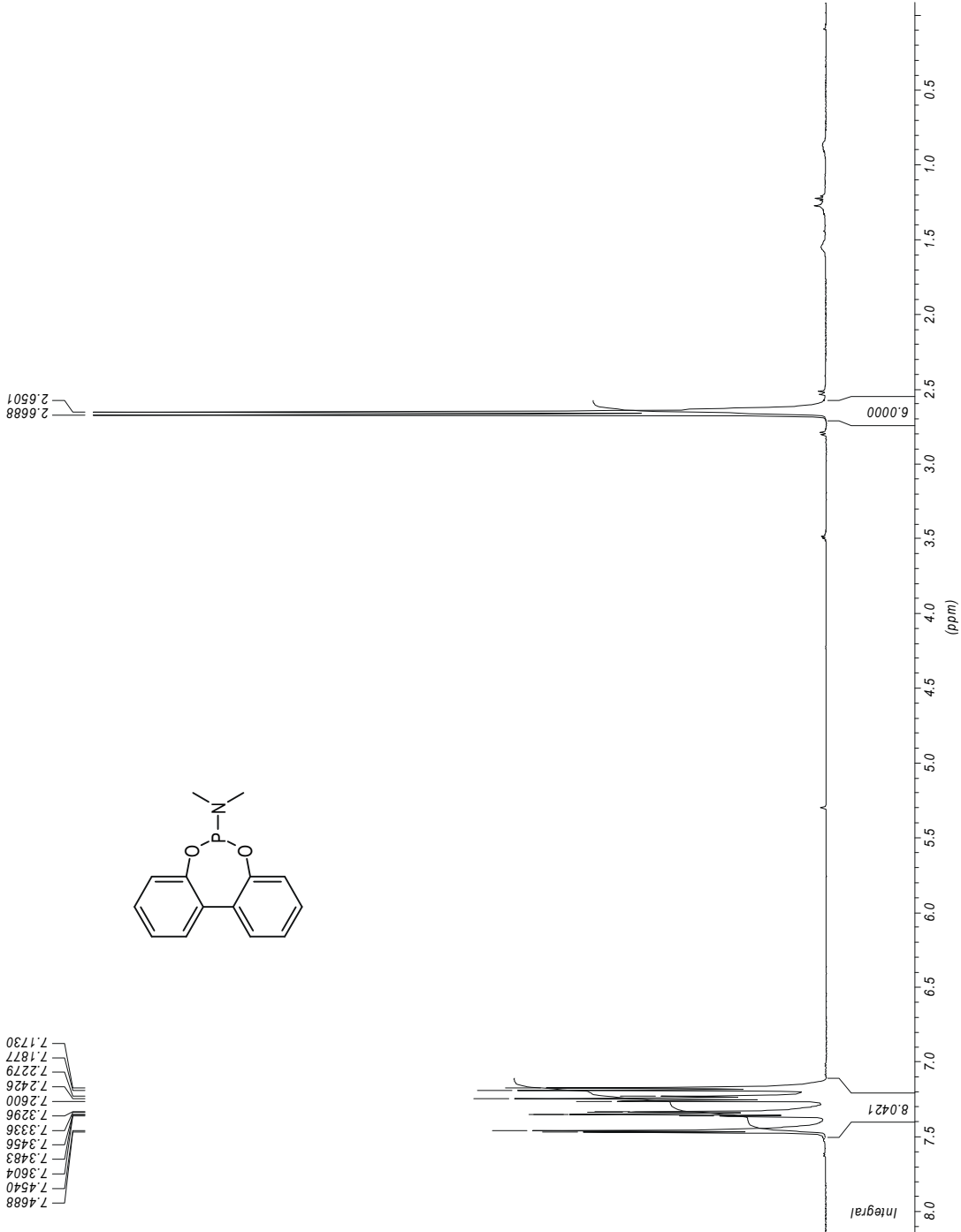
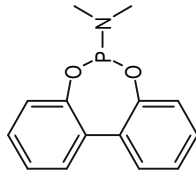
BB 313 in d8-THF Bartels





BB 341 in CDCl3 Bartels

7.4688
7.4540
7.3604
7.3483
7.3456
7.3336
7.3296
7.2600
7.2426
7.2279
7.1877
7.1730



*** Current Data Parameters ***

NAME : 341
EXPNO : 1
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :
D[1] : 1.0000000 sec
DATE_d : Nov 05 1999
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off

O1 : 4524.37 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 10.1 usec

PULPROG : zg30
RG : 512.0000000
SFO1 : 500.1345244 MHz
SFO2 : 500.1300000 MHz
SFO3 : 500.1300000 MHz
SW : 21.9239 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 8.14 ppm
Stop : -0.09 ppm
SR : 12.70 Hz



BB 199 in d8-THF Bartels

*** Current Data Parameters ***
NAME : 10
EXPNO : 101
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :
D[1] : 1.0000000 sec
DATE_d Sep 19 2000
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 1650.71 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 9.5 usec

PULPROG zg30

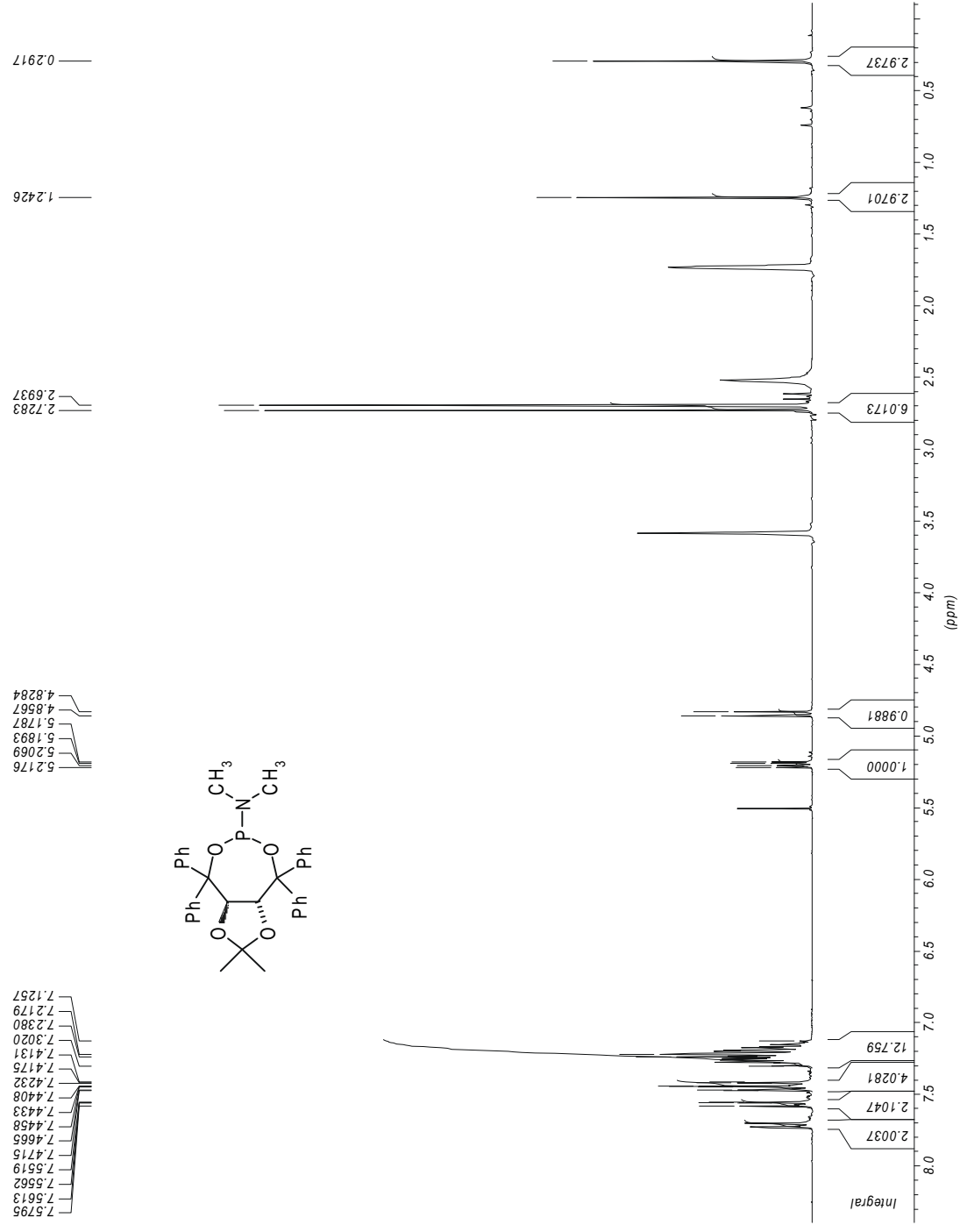
RG 181.0000000
SFO1 300.1316507 MHz
SFO2 300.1300000 MHz
SFO3 300.1300000 MHz
SW : 20.5671 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

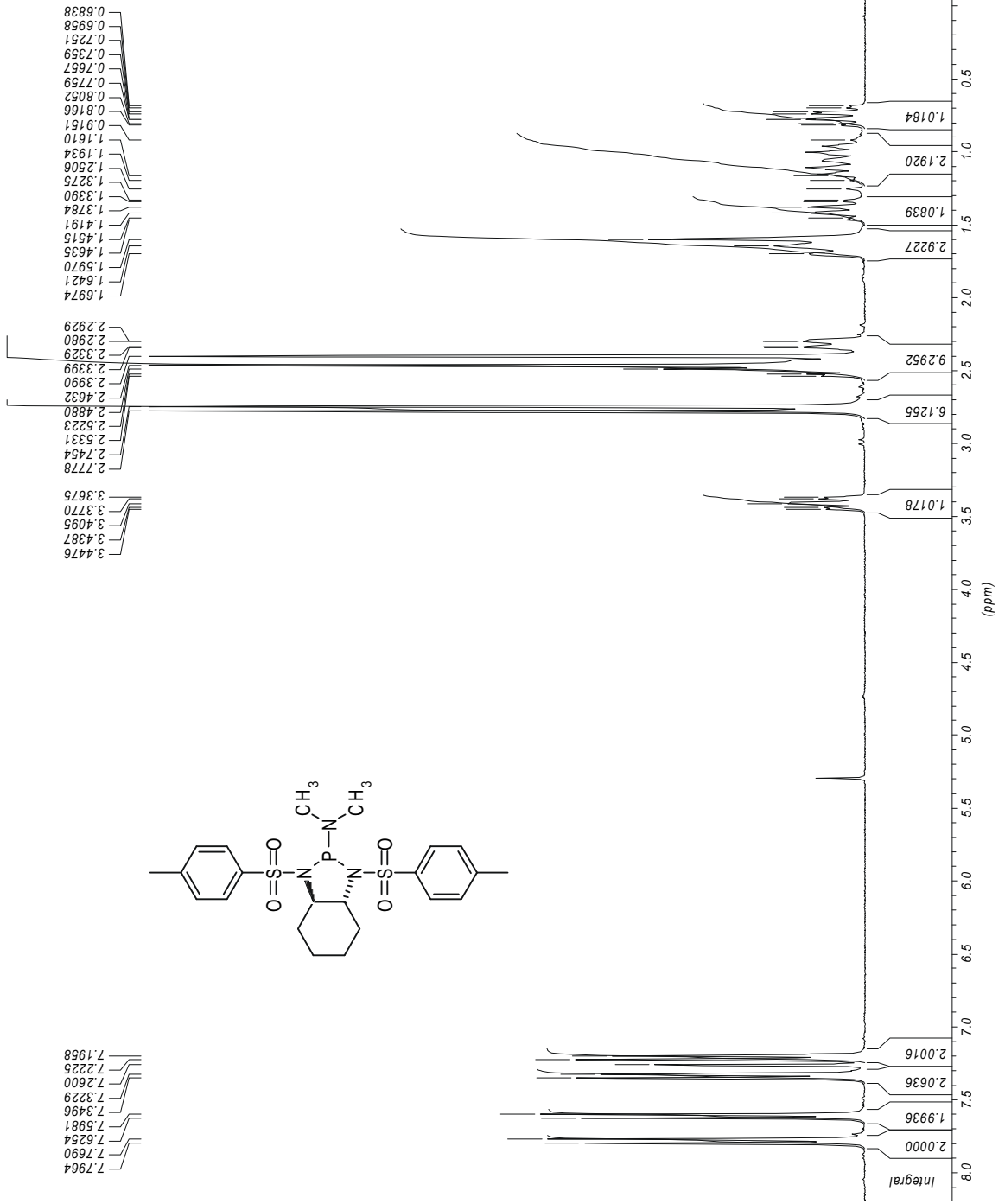
Start : 8.40 ppm
Stop : -0.12 ppm
SR : -548.94 Hz





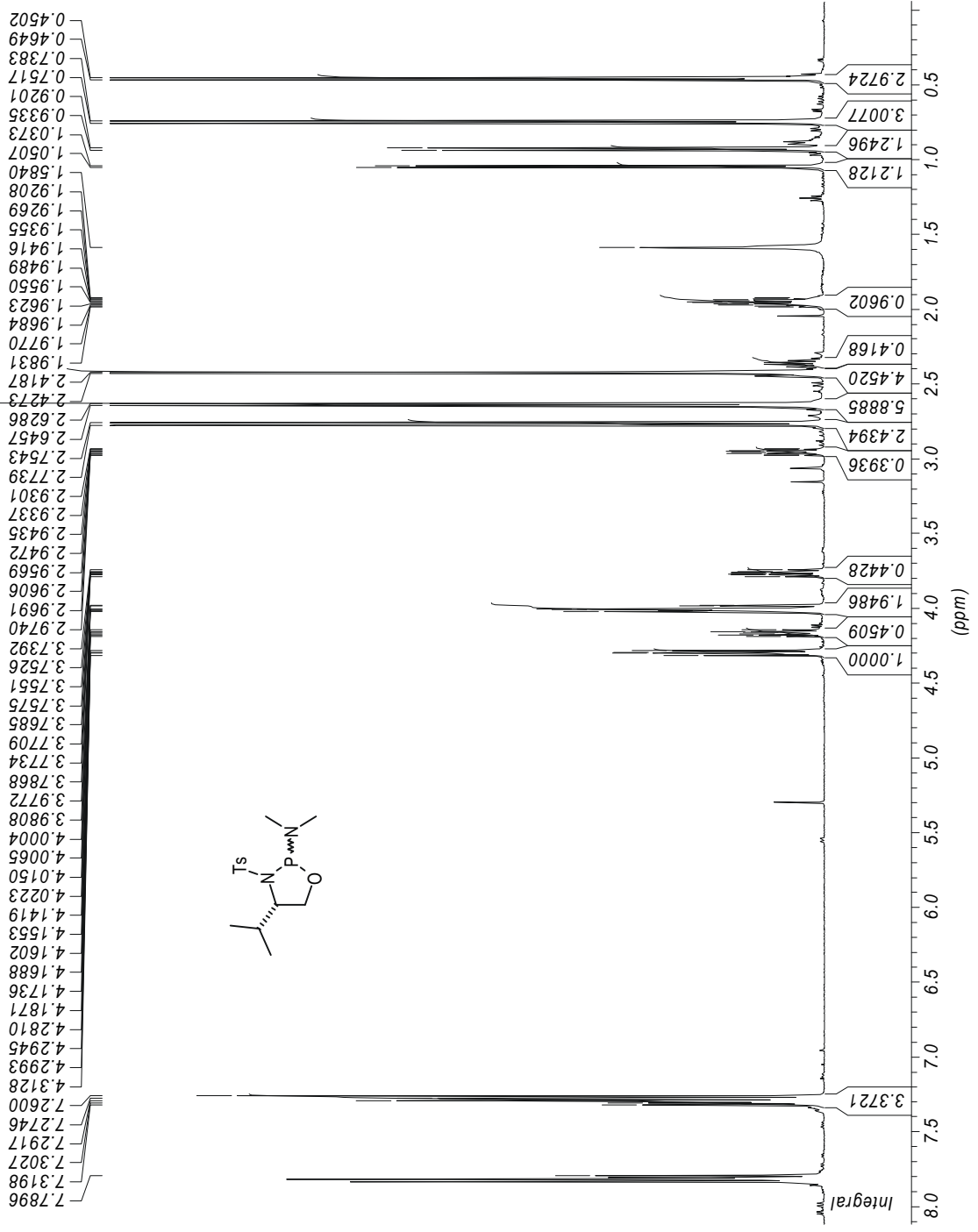
Bartels BB240 CDC13

*** Current Data Parameters ***
NAME : ok02heba
EXPNO : 11
PROCNO : 1
*** Acquisition Parameters ***
CPDPRG :
D[1] : 1.0000000 sec
DATE_d .Oct 02 2000
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 1853.43 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 9.5 usec
PULPROG zg30
RG 256.0000000
SFO1 300.1318534 MHz
SFO2 300.1300000 MHz
SFO3 300.1300000 MHz
SW : 20.8242 ppm
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.30 Hz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 8.19 ppm
Stop : -0.06 ppm
SR : 6.17 Hz





BB 203 in CDCl3 Bartels



*** Current Data Parameters ***

NAME : 203
EXPNO : 1
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :
D[1] : 1.000000 sec
DATE_d : Nov 20 1998
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 4001.04 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 10.2 usec

PULPROG : zg30
RG : 57.000000
SFO1 : 500.1340010 MHz
SFO2 : 500.1300000 MHz
SFO3 : 500.1300000 MHz
SW : 19.9946 ppm
TD : 32768

*** Processing Parameters ***

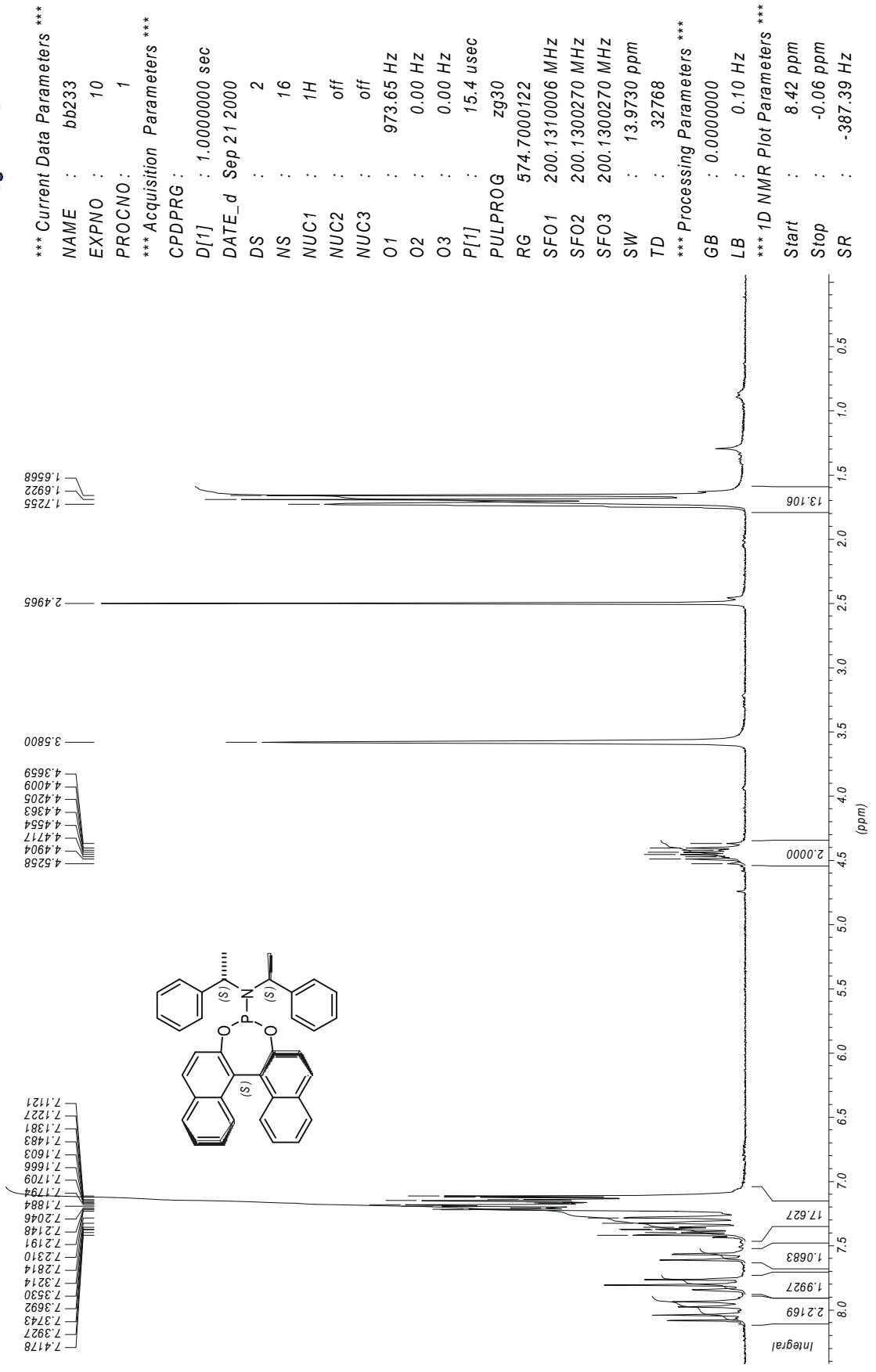
GB : 0.000000
LB : 0.30 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 8.12 ppm
Stop : -0.06 ppm
SR : 13.04 Hz



BB 233 in THF-D8 Bartels





BB 269 in d8-THF Bartels

*** Current Data Parameters ***
NAME : 1
EXPNO : 111
PROCNO : 1

*** Acquisition Parameters ***

CPDPRG :

D[1] : 1.0000000 sec

DATE_d Sep 19 2000

DS : 2

NS : 16

NUC1 : 1H

NUC2 : off

NUC3 : off

O1 : 1650.71 Hz

O2 : 0.00 Hz

O3 : 0.00 Hz

P[1] : 9.5 usec

PULPROG zg30

RG : 40.2999992

SFO1 300.1316507 MHz

SFO2 300.1300000 MHz

SFO3 300.1300000 MHz

SW : 20.5671 ppm

TD : 32768

*** Processing Parameters ***

GB : 0.0000000

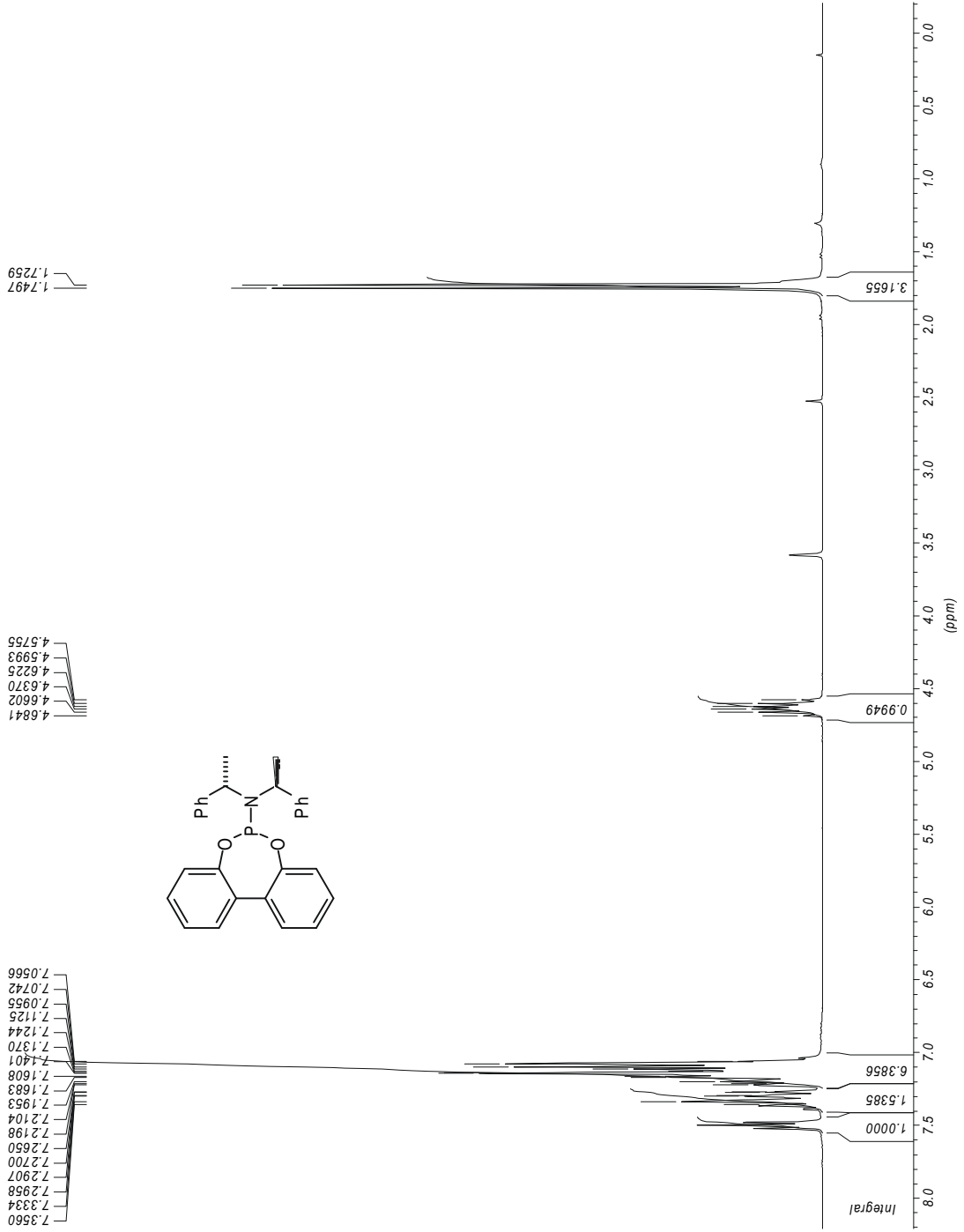
LB : 0.10 Hz

*** 1D NMR Plot Parameters ***

Start : 8.21 ppm

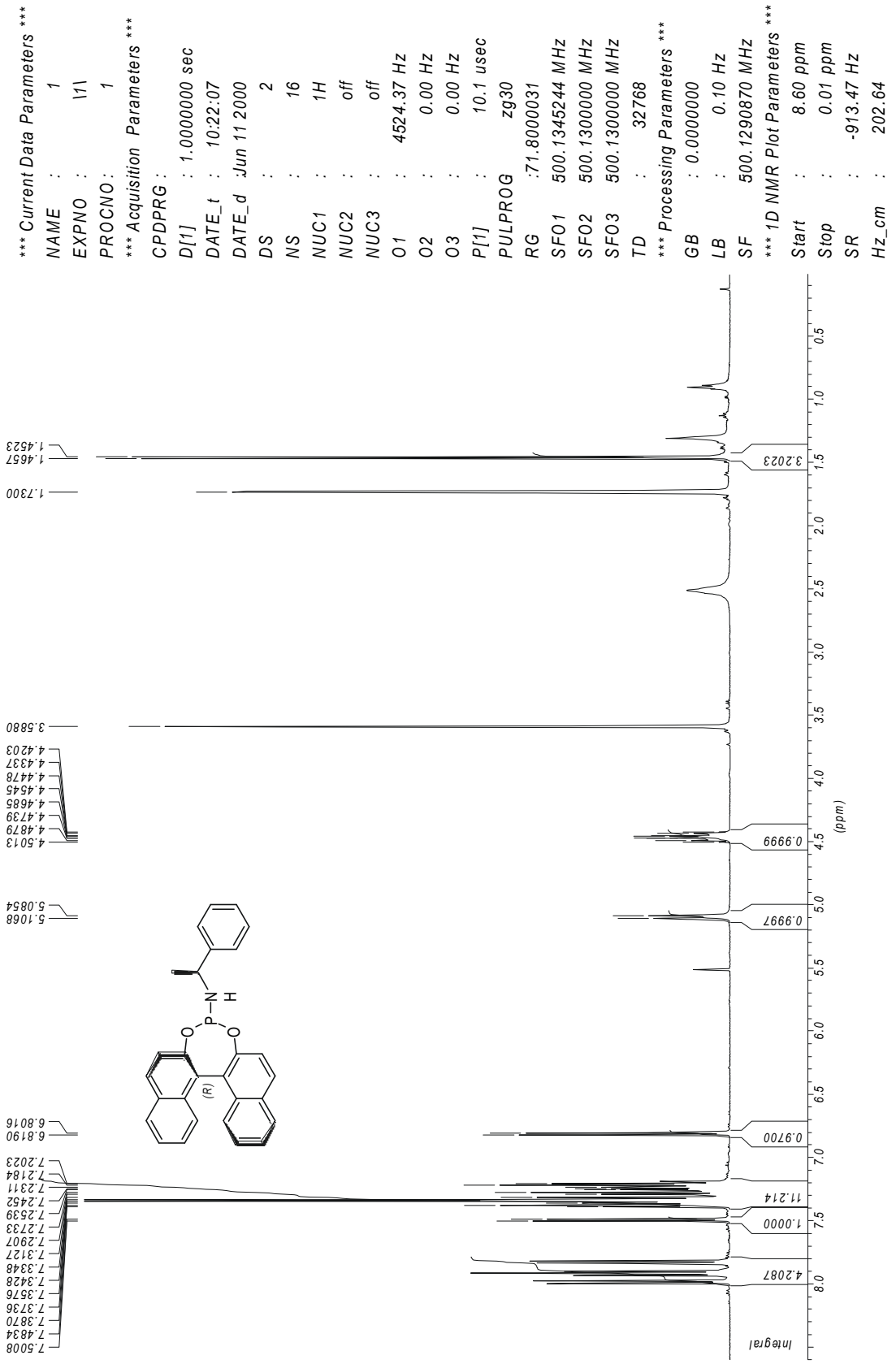
Stop : -0.21 ppm

SR : -547.81 Hz





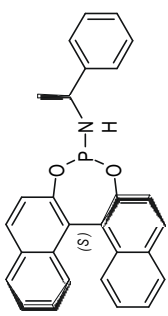
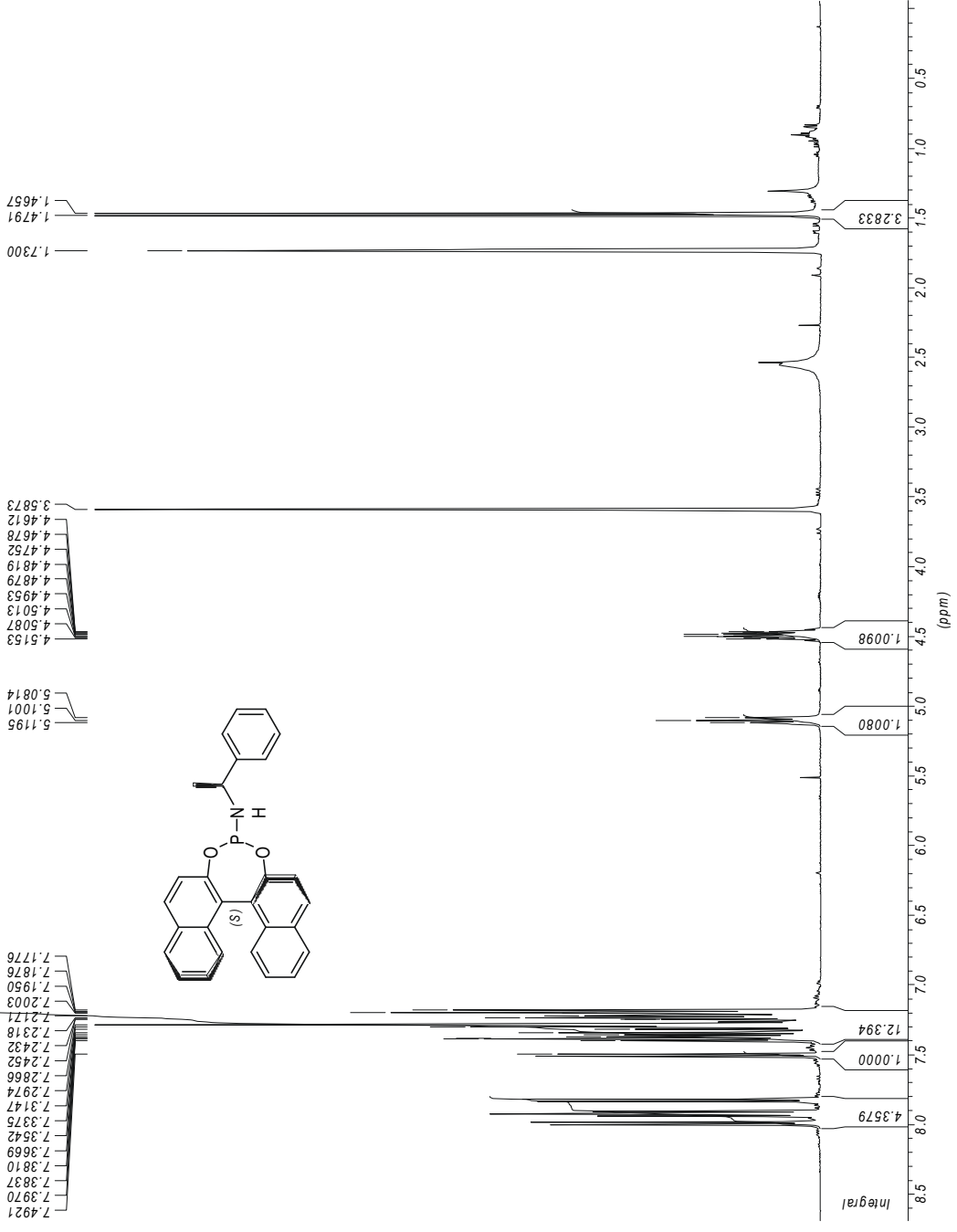
BB 318 in d8-THF Bartels





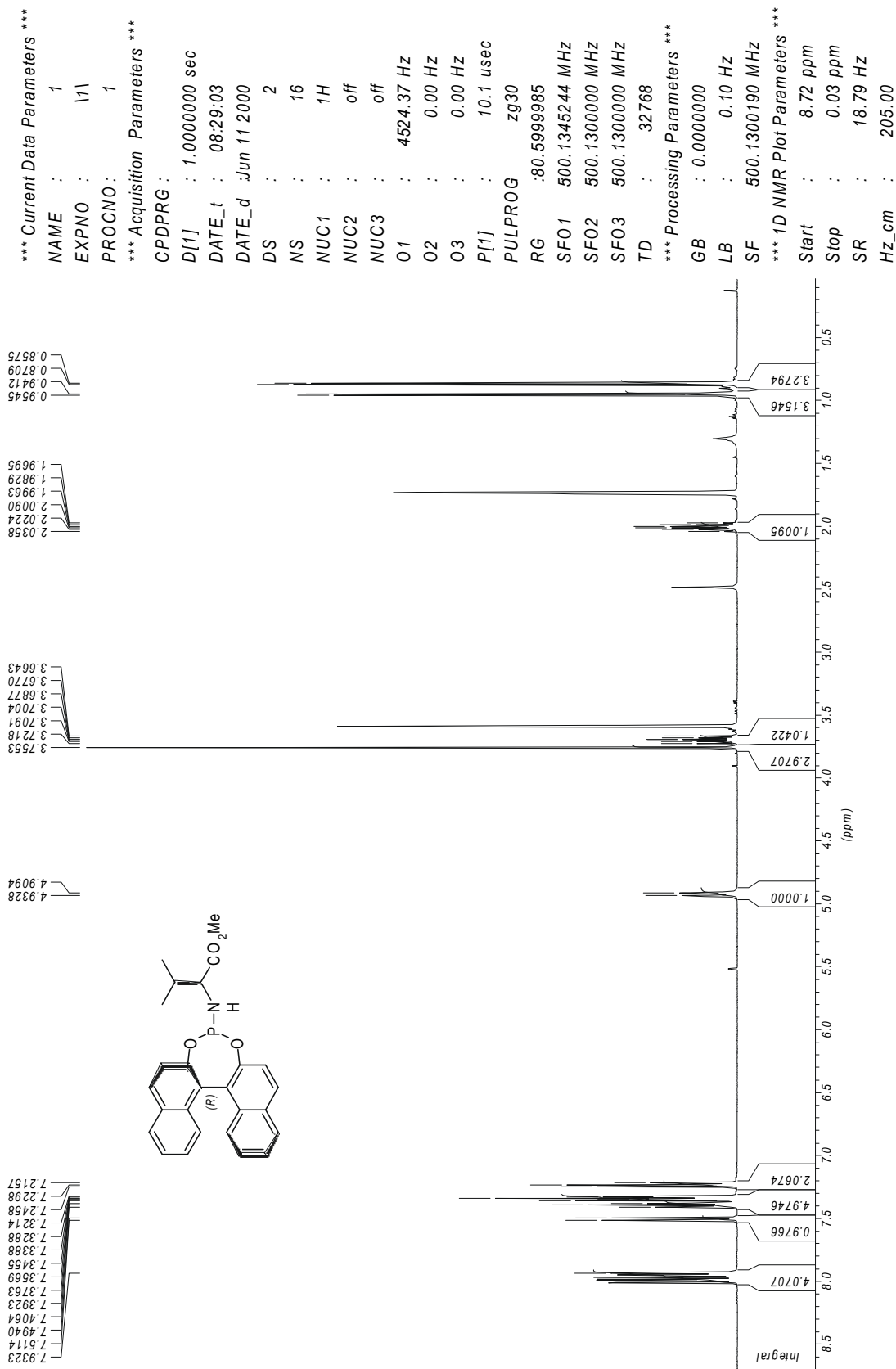
BB 337 in d8-THF Bartels

*** Current Data Parameters ***
NAME : 1
EXPNO : 111
PROCNO : 1
*** Acquisition Parameters ***
CPDPRG :
D[1] : 1.000000 sec
DATE_t : 02:17:19
DATE_d Jun 12 2000
DS : 2
NS : 16
NUC1 : 1H
NUC2 : off
NUC3 : off
O1 : 4524.37 Hz
O2 : 0.00 Hz
O3 : 0.00 Hz
P[1] : 10.1 usec
PULPROG zg30
RG : 71.8000031
SFO1 500.1345244 MHz
SFO2 500.1300000 MHz
SFO3 500.1300000 MHz
TD : 32768
*** Processing Parameters ***
GB : 0.0000000
LB : 0.10 Hz
SF 500.1290870 MHz
*** 1D NMR Plot Parameters ***
Start : 8.69 ppm
Stop : -0.06 ppm
SR : -913.14 Hz
Hz_cm : 206.42



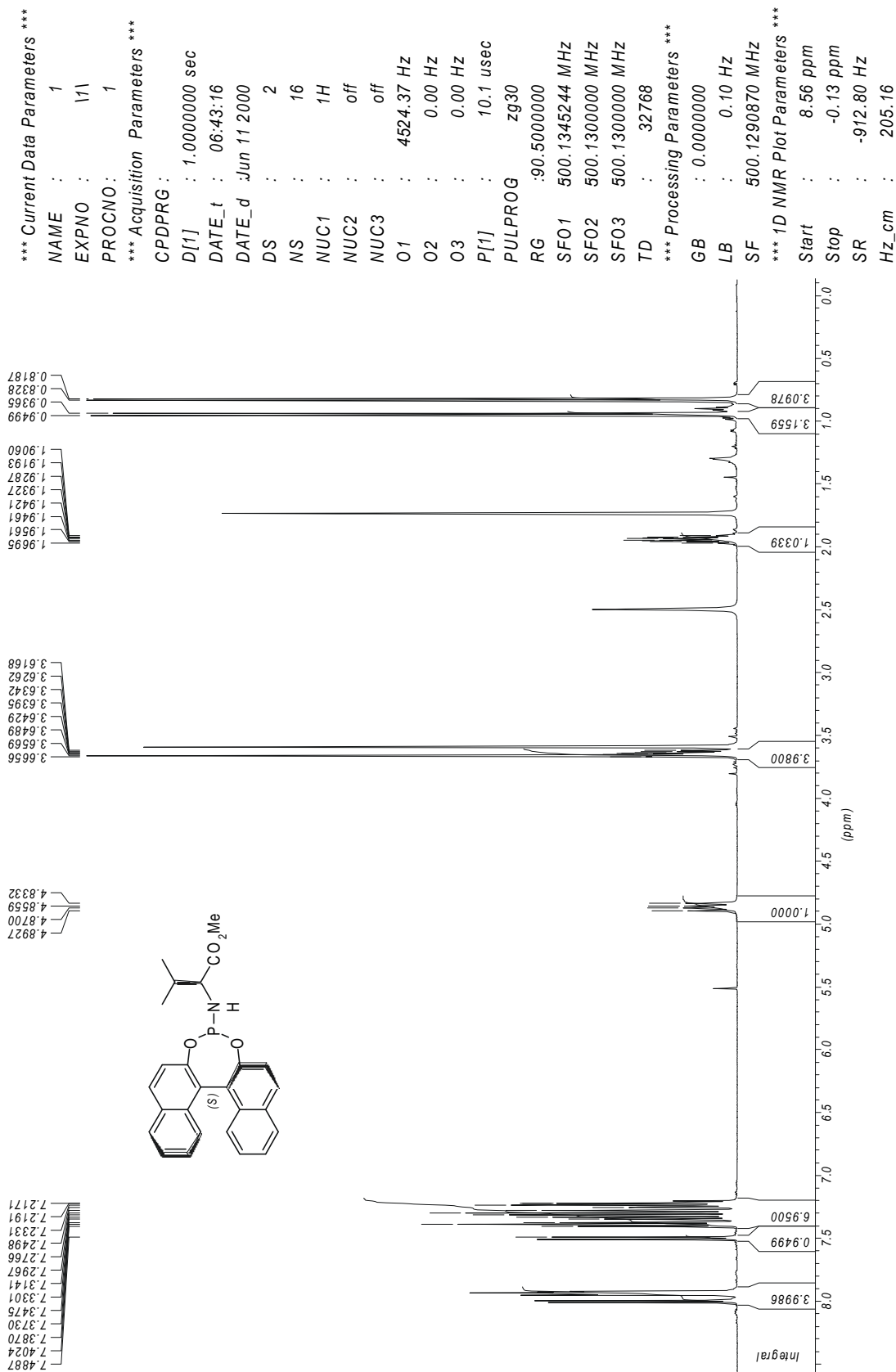


BB 349 in d8-THF



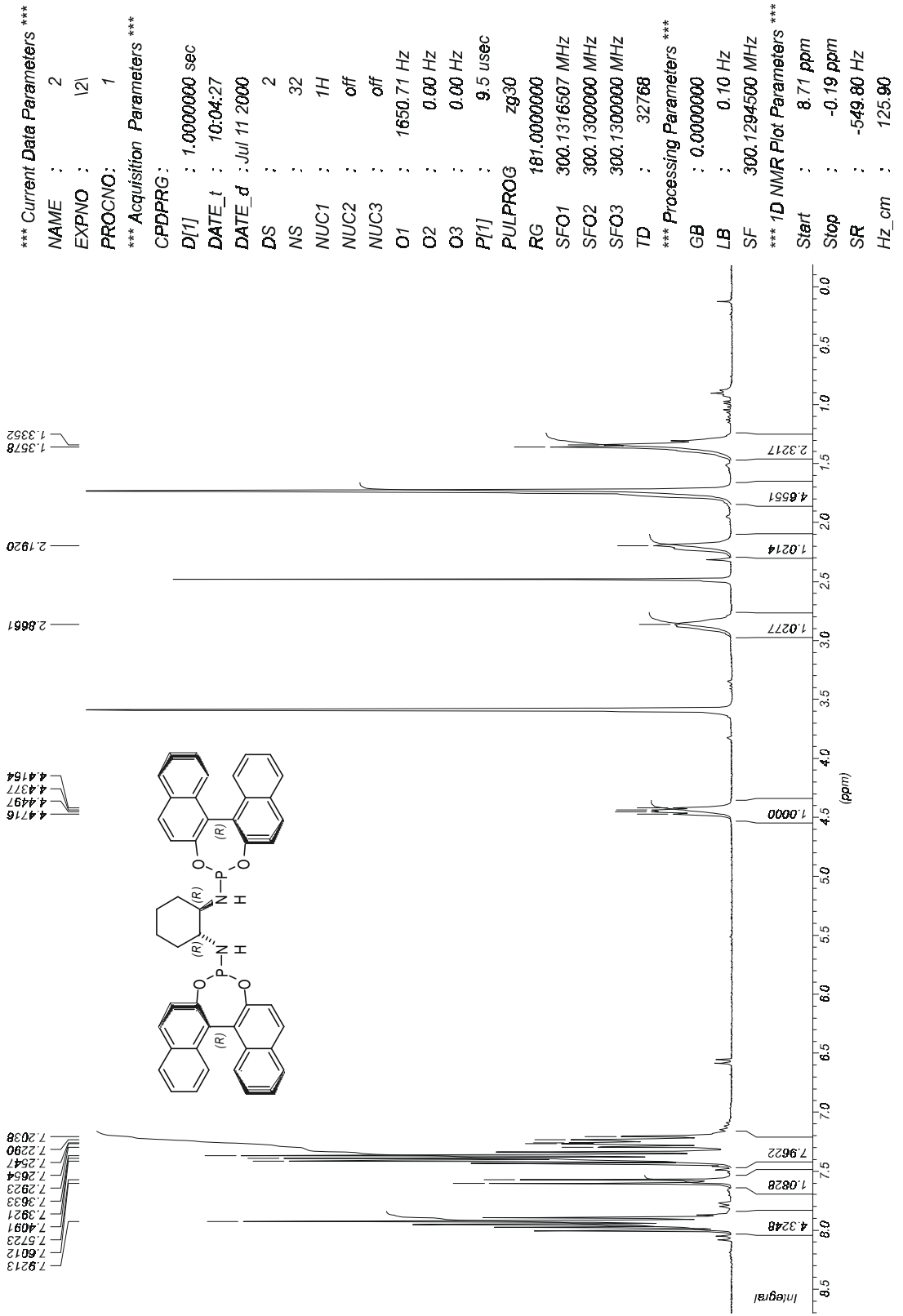


BB 340 in d8-THF Bartels



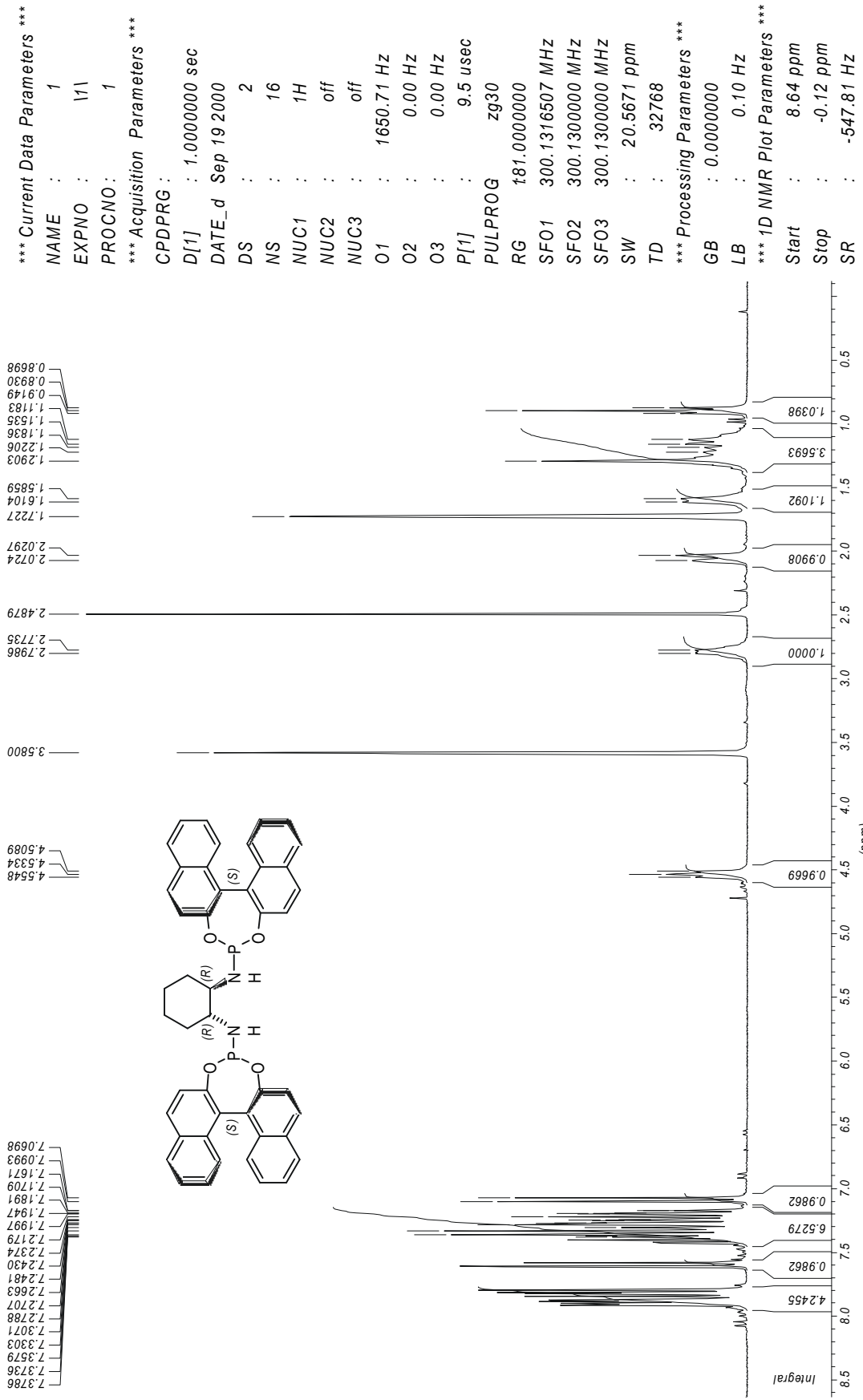


BB 400 in d8-THF Bartels

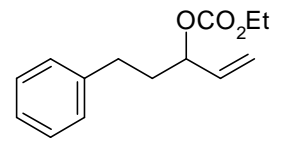
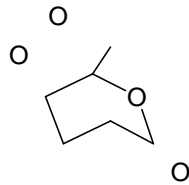
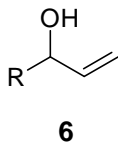
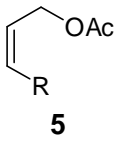
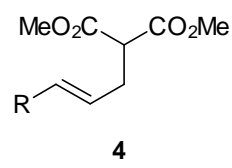
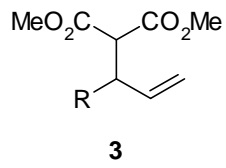
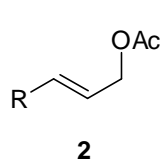
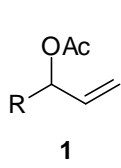




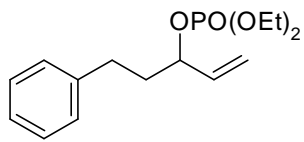
BB 406 in d8-THF Bartels



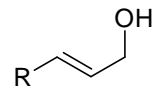
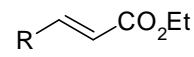
Formelzusammenstellung



18b



19b



DANKSAGUNG

Zunächst möchte ich Herrn Prof. Dr. Günter Helmchen danken für die Überlassung des Themas, seine Tipps bei Problemen, seine Warnungen vor Sackgassen und für seine Leidenschaft für die Chemie, die auf mich ansteckend gewirkt hat.

Außerdem möchte ich den Angestellten des Organisch-Chemischen Instituts danken, die mir bei der Durchführung der Arbeit durch Anfertigung von NMR-Spektren, Massenspektren, Elementaranalysen, Kristallstrukturanalysen, Glasgeräten, Schreiner-, Installations- und Feinmechanikarbeiten, durch Reparatur von Pumpen und elektrischen Geräten sowie durch die Reinigung des Labors sehr geholfen haben.

Frau Brandt danke ich für die zuverlässige Regelung der finanziellen Dinge.

Ein Teil der Arbeit, die Synthese der funktionalisierten Substrate, wurde von meinen Forschungspraktikanten Alexandra Spieß und Torben Leßmann durchgeführt. Dafür ebenfalls ein herzliches Dankeschön.

Besonderer Dank gebührt den Mitarbeitern der Arbeitskreise Helmchen und Kazmaier, die mir an einigen Stellen geholfen haben, allen voran meinen Laborkollegen Thomas Weiss, Eike Bergner, Wolfgang Staffel und Olena Tverskoy, die zur lustigen Arbeitsatmosphäre im Labor beigetragen haben. Aber auch mit Oliver Koch, Sabine Maier, Matthias Krämer, Hinnerk Rey, Elvira Montenegro, Cristina Garcia-Yebra, Jordi Vazquez, Kerstin Brödner, Christian Korff, Erhardt Bappert und Gesa Paradies hatte ich viel Spaß. Leider ist es mir (bis jetzt) nicht gelungen, Olli, Matthias und Hinnerk von ihren Irrwegen abzubringen. Gesa danke ich auch für die finale Korrektur der Arbeit.

Meinen Eltern und meinem Bruder Marc möchte ich für die Unterstützung während des Studiums und der Promotion danken.

Schließlich möchte ich meiner Freundin Kirstin danken, die meinen Worcoholic-Tendenzen mit Geduld und Liebe entgegentrat und, wenn nötig, mich daran erinnert hat, daß es außer Chemie auch noch wichtige Dinge gibt.

Hiermit erkläre ich an Eides statt, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig
und ohne unerlaubte Hilfsmittel durchgeführt habe.

Dossenheim, im Februar 2001