

## References

- AFZAL, D., LENHERT, P. G. & LUKEHART, C. M. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 3050–3052.
- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- DAVIS, J. H. JR. & LUKEHART, C. M. (1984). *Organometallics*, **3**, 1763–1764.
- JEFFREY, J. C., LAURIE, J. C. V., MOORE, I., RAZAY, H. & STONE, F. G. A. (1984). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1563–1569.
- LENHERT, P. G. (1975). *J. Appl. Cryst.* **8**, 568–570.
- STEWART, J. M. (1967). *XRAY67 Program System for X-ray Crystallography for the Univac 1108, CDC 3600/6600, IBM 360/50, 65, 75, IBM 7094*. Report TR-6758. Computer Science Center, Univ. of Maryland: College Park, Maryland.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- WEHE, D. J., BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1962). *ORABS, A Fortran Program for Calculating Single-Crystal Absorption Corrections*. Report ORNL-TM-229. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.

*Acta Cryst.* (1986). **C42**, 1136–1138

## Struktur von Di- $\mu$ -acetato(*O, O'*)-bis[*N*-(2,3,4-trimethoxybenzyliden)-2,4,6-trimethylanilinato-*N, C*]dipalladium(II)

VON W. HILLER UND A. CASTINEIRAS

*Institut für Anorganische Chemie der Universität Tübingen, Auf der Morgenstelle 18,  
D-7400 Tübingen, Bundesrepublik Deutschland*

UND J. M. VILA, A. SUAREZ, M. T. PEREIRA UND M. GAYOSO

*Departamento de Química Inorganica, Facultad de Química, Universidad de Santiago, Santiago de Compostela,  
Spanien*

(Eingegangen am 25. August 1985; angenommen am 27. März 1986)

**Abstract.**  $\text{C}_{42}\text{H}_{50}\text{N}_2\text{O}_{10}\text{Pd}_2$ ,  $M_r = 955.67$ , tetragonal,  $P4_212$ ,  $a = 13.164$  (3),  $c = 24.852$  (4) Å,  $V = 4306.9$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.474$  g cm<sup>-3</sup>,  $\text{Cu K}\alpha$ ,  $\lambda = 1.54184$  Å,  $\mu = 73.603$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1952$ ,  $T = 293$  K, final  $R = 0.032$  for 1704 significant [ $I > 3\sigma(I)$ ] reflections. In the dinuclear molecule each Pd<sup>II</sup> atom shows a square-planar coordination and is bonded to the N- and *ortho*-C-atom of the (2,3,4-trimethoxy)benzyl group and to two oxygen atoms of the bridging acetato groups.

**Einleitung.** Als Teil unserer Untersuchungen über Cyclometallierungsreaktionen von polyheterosubstituierten Aromaten und Schiffchen Basen (Vila, Pereira, Gayoso & Gayoso, 1985; Hiller, Castineiras, Strähle, Suarez, Vila, Gayoso, Gayoso & Garcia Fernandez, 1986) berichten wir im folgenden über die Struktur der Titelverbindung. Mehrkernige Palladium-Komplexe finden besonderes Interesse in der Katalyse (Maugh, 1983).

**Experimentelles.** Die Reaktion von *N*-(2,3,4-trimethoxybenzyliden)-2,4,6-trimethylanilin mit Pd<sup>II</sup>-acetat und Umkristallisieren in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/Hexan ergibt gelbe prismenförmige Kristalle; 0,15 × 0,25 × 0,3 mm; Buerger Präzessionsaufnahmen, Laue-Symmetrie 4/*m*

2/*m* 2/*m*, beobachtete Auslöschungsregeln 00*l* nur vorhanden für  $l = 4n$ ,  $h00$  nur vorhanden für  $h = 2n$ , tetragonale Raumgruppe  $P4_212$  oder  $P4_3212$ , erstere bestätigte sich durch die nachfolgenden Rechnungen; Vierkreisdiffraktometer CAD-4 (Fa. Enraf-Nonius, Delft),  $\text{Cu K}\alpha$ , Graphitmonochromator; Verfeinerung der Gitterparameter anhand von 25 genau zentrierten Reflexen ( $8 < \theta < 27^\circ$ ). Registrierung der Reflexintensitäten mit  $\omega/\theta$  scan im Beugungswinkelbereich von  $\theta = 3\text{--}63^\circ$ ,  $h \pm 15$ ,  $k \pm 15$ ,  $l \pm 28$ ; alle 60 min drei Kontrollreflexe, keine signifikante Änderung der Intensität; 7483 Reflexe erfasst, LP-Korrektur, empirische Absorptionskorrektur (Azimuth scan), Transmissionsfaktoren 0,766–0,978 (North, Phillips & Mathews, 1968), 2093 symmetrieunabhängige Reflexe ( $R_{\text{int}} = 0,023$ ), davon 1704 mit  $I > 3\sigma(I)$  für die Verfeinerungsrechnungen. Lage des Pd-Atoms aus einer Pattersonsynthese, O-, N-, C- und H-Positionen aus nachfolgenden Differenzfouriersynthesen, Lagen der H-Atome nur in die Strukturfaktorrechnung einbezogen, alle anderen Atomlagen mit anisotropen Temperaturparametern verfeinert, Extinktionskoeffizient in die Verfeinerung einbezogen,  $6,034 \times 10^{-8}$  (Zachariasen, 1963),  $R = 0,032$ ,  $wR = 0,036$ , 254 Parameter,  $S = 2,329$ ,  $1/w = \sigma_f^2$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,001$ ,  $\Delta\rho < |0,43| \text{ e \AA}^{-3}$ . Die Atomformfaktoren wurden den *International Tables for*

*X-ray Crystallography* (1974) entnommen. Die Rechnungen erfolgten auf dem Computer VAX 11/750 (Zentrum für Datenverarbeitung der Universität Tübingen) mit dem *Structure Determination Package* (Frenz, 1978).

**Diskussion.** Die Lage- und Temperaturparameter finden sich in Tabelle 1, ausgewählte Abstände und Winkel in Tabelle 2.\* Fig. 1 zeigt die Atombezeichnung, Fig. 2 eine stereoskopische Darstellung der Struktur.

Die asymmetrische Einheit enthält eine Molekülhälfte, die über eine 2-zählige Drehachse zur dimeren Struktur der Titelverbindung führt. Die Pd-Atome besitzen eine verzerrt quadratisch-planare Umgebung, die von je zwei O-Atomen der beiden *cis*-überbrückenden Acetatgruppen und von den N- und *ortho*-C-Atomen [C(11)] des zweizähligen Liganden gebildet wird. Der Diederwinkel zwischen dem

planaren, fünfgliedrigen Chelatring [Pd, N, C(3), C(12), C(11)] und der Ebene [O(1), O(2), O(1'), O(2')] beträgt 119,2(7)° zu letzterer Ebene ist die Acetatgruppe [O(1), C(1), C(2), O(2)] um 40,5(7)° abgewinkelt. Aus den unterschiedlichen Pd—O-Abständen von 2,043(4) bzw. 2,125(4) Å ergibt sich

Tabelle 2. Ausgewählte Bindungsabstände (Å) und -winkel (°) (Standardabweichungen in Klammern)

Der Index i entspricht der äquivalenten Position 1 - y, 1 - x, ½ - z.

Pd—O(1)	2,043 (4)	O(1)—Pd—O(2')	91,5 (2)
Pd—O(2')	2,125 (4)	O(1)—Pd—N	171,1 (2)
Pd—N	2,013 (4)	O(1)—Pd—C(11)	90,8 (2)
Pd—C(11)	1,962 (5)	O(2')—Pd—N	96,2 (2)
O(1)—C(1)	1,235 (7)	O(2')—Pd—C(11)	170,6 (2)
O(2')—C(1)	1,223 (7)	N—Pd—C(11)	80,8 (2)
N—C(3)	1,296 (9)	Pd—O(1)—C(1)	122,5 (3)
C(3)—C(12)	1,428 (8)	Pd—N—C(3)	115,0 (4)
C(11)—C(12)	1,385 (7)	Pd—C(11)—C(12)	113,4 (4)
Pd—Pd'	3,194 (1)	O(1)—C(1)—O(2')	129,5 (5)
		O(1)—C(1)—C(2)	113,2 (5)
		O(2')—C(1)—C(2)	117,3 (5)
		N—C(3)—C(12)	115,6 (6)
		C(3)—C(12)—C(11)	115,2 (5)

\* Listen der anisotropen Temperaturparameter, der Lagen der H-Atome, aller Bindungsabstände und -winkel, sowie der beobachteten und berechneten Strukturparameter sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42955: 25 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tabelle 1. Lageparameter und äquivalente isotrope Temperaturparameter  $B_{\text{äq}}$  (Å<sup>2</sup>) (Standardabweichungen in Klammern)

$$B_{\text{äq}} = \frac{1}{3}(B_{11}a^2 + B_{22}b^2 + B_{33}c^2 + B_{12}ab\cos\gamma + B_{13}accos\beta + B_{23}bccos\alpha).$$

	x	y	z	$B_{\text{äq}}$
Pd	0,85702 (4)	-0,01681 (4)	0,22661 (2)	3,2
O(1)	0,9703 (4)	-0,0382 (4)	0,1716 (2)	4,2
O(2)	1,0879 (4)	0,0560 (4)	0,2120 (2)	4,3
O(13)	0,4977 (4)	0,1061 (5)	0,1730 (2)	5,1
O(14)	0,5374 (5)	0,1141 (5)	0,0613 (2)	5,1
O(15)	0,7217 (5)	0,0725 (5)	0,0256 (2)	6,0
N	0,7307 (4)	0,0028 (5)	0,2710 (2)	3,6
C(1)	1,0556 (6)	-0,0003 (6)	0,1768 (3)	3,9
C(2)	1,1292 (8)	-0,0321 (9)	0,1328 (4)	7,2
C(3)	0,6516 (6)	0,0330 (7)	0,2444 (3)	4,1
C(11)	0,7639 (6)	0,0279 (6)	0,1697 (3)	3,5
C(12)	0,6667 (6)	0,0482 (6)	0,1881 (3)	3,1
C(13)	0,5896 (6)	0,0799 (7)	0,1520 (3)	4,2
C(14)	0,6113 (6)	0,0858 (6)	0,0978 (3)	3,6
C(15)	0,7091 (7)	0,0640 (7)	0,0795 (3)	4,0
C(16)	0,7860 (6)	0,0352 (6)	0,1154 (3)	3,6
C(21)	0,7257 (6)	-0,0108 (7)	0,3281 (3)	3,6
C(22)	0,7308 (7)	-0,1085 (7)	0,3499 (3)	4,5
C(23)	0,7294 (8)	-0,1182 (8)	0,4059 (3)	5,6
C(24)	0,7229 (8)	-0,0333 (9)	0,4393 (3)	5,6
C(25)	0,7193 (8)	0,0607 (8)	0,4161 (3)	5,3
C(26)	0,7194 (6)	0,0754 (7)	0,3608 (3)	4,2
C(131)	0,4147 (8)	0,0512 (9)	0,1561 (5)	7,2
C(141)	0,533 (1)	0,2191 (9)	0,0528 (5)	8,0
C(151)	0,8129 (9)	0,0369 (9)	0,0032 (4)	7,1
C(221)	0,7367 (8)	-0,1996 (7)	0,3147 (4)	5,2
C(241)	0,717 (1)	-0,049 (1)	0,4990 (4)	8,9
C(261)	0,7142 (7)	0,1809 (7)	0,3381 (4)	4,8

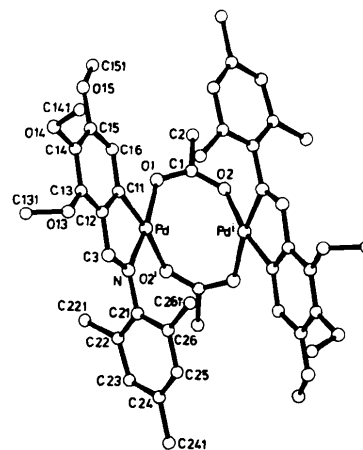


Fig. 1. Molekülstruktur und Atombezeichnung.

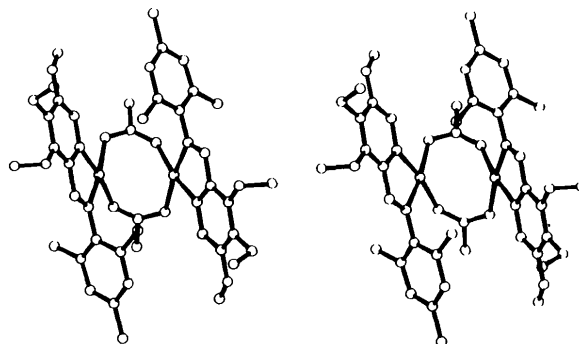


Fig. 2. Stereoskopische Darstellung der Struktur.

ein Hinweis auf den *trans*-Effekt der Pd-C(11)- $\sigma$ -Bindung (Maitlis, 1971). Die gefundenen Abstände Pd—O sind vergleichbar denen in anderen acetatüberbrückten dimeren Pd-Komplexen (Churchill, Wasserman & Young, 1980; Hiraki, Fuchita & Takechi, 1981; Pfeffer, Wehman & Van Koten, 1985; Ruger, Rittner, Jones, Isenberg & Sheldrick, 1981). Im Vergleich zur Summe der Kovalenzradien (Pauling, 1960) ist der Pd—C(11)-Bindungsabstand mit 1,962 (5) Å um 0,09 Å leicht verkürzt, die Pd—N-Bindungslänge 2,013 (4) Å entspricht dagegen dem erwarteten Wert. Eine deutliche Verzerrung der quadratisch-planaren Koordinationssphäre ist an dem Winkel N—Pd—C(11) [80,8 (2)°] zu erkennen, ein ähnlicher Wert [81,2 (1)°] ist auch in Pd(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(acac) (Hiller, Castineiras, Strähle, Suarez, Vila, Gayoso, Gayoso & Garcia Fernandez, 1986) zu beobachten. Der Abstand Pd...Pd<sup>i</sup> beträgt 3,194 (1) Å, in analog gebauten bis( $\mu$ -carboxylato)Pd-Verbindungen variieren diese Werte von 2,84 Å bis 2,96 Å und werden als nichbindend betrachtet (Churchill, Wasserman & Young, 1980; Wong-Ng, Cheng, Kocman, Lüth & Nyburg, 1979; Zocchi, Tieghi & Albinati, 1973).

Die Geometrie des Schiffische Base-Liganden ist in guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten (Alyea, Dee & Ferguson, 1985; Castineiras, Hiller, Strähle, Sousa, Rodriguez, Bastida & Sanchez-Bermudez, 1986). Die Ebenen [Pd, C(3), N, C(21)] und [N, C(21), C(22), C(26)] bilden einen Diederwinkel von 71,5 (8)°.

Wir danken dem Ministerio de Educacion y Ciencia (Spanien) für die finanzielle Unterstützung (AC).

## Literatur

- ALYEA, E. C., DEE, T. D. & FERGUSON, G. (1985). *J. Cryst. Spectrosc. Res.* **15**, 29–38.
- CASTINEIRAS, A., HILLER, W., STRÄHLE, J., SOUSA, A., RODRIGUEZ, A., BASTIDA, R. & SANCHEZ-BERMUDEZ, A. (1986). *Acta Cryst.* In Druck.
- CHURCHILL, M. R., WASSERMAN, H. J. & YOUNG, G. J. (1980). *Inorg. Chem.* **19**, 762–770.
- FRENZ, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP – A Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Solution*. In *Computing in Crystallography*, herausgegeben von H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI. Delft Univ. Press.
- HILLER, W., CASTINEIRAS, A., STRÄHLE, J., SUAREZ, A., VILA, J. M., GAYOSO, E., GAYOSO, M. & GARCIA FERNANDEZ, M. E. (1986). *Z. Anorg. Allg. Chemie.* In Druck.
- HIRAKI, K., FUCHITA, Y. & TAKECHI, K. (1981). *Inorg. Chem.* **20**, 4316–4320.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Bd. IV. Tabelle 2.2B. Birmingham: Kynoch Press. (Gegenwertiger Verteiler D. Reidel, Dordrecht.)
- MAITLIS, P. M. (1971). *The Organic Chemistry of Palladium*. Bd. 1. S. 37–41. New York: Academic Press.
- MAUGH, T. H. II (1983). *Science*, **220**, 592–595.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- PAULING, L. (1960). *Die Natur der chemischen Bindung*, 3. Aufl. S. 224. Weinheim: Verlag Chemie.
- PFEFFER, M. M., WEHMAN, E. & VAN KOTEN, G. (1985). *J. Organomet. Chem.* **282**, 127–131.
- RUGER, R., RITTNER, W., JONES, P. G., ISENBERG, W. & SHELDRICK, G. M. (1981). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **20**, 382–383.
- VILA, J. M., PEREIRA, M. T., GAYOSO, E. & GAYOSO, M. (1985). 8th Ann. Meet. Chem. Soc. Portugal, Braga. Abstr. 277–278.
- WONG-NG, W., CHENG, P. T., KOCMAN, V., LÜTH, H. & NYBURG, S. C. (1979). *Inorg. Chem.* **18**, 2620–2623.
- ZACHARIASEN, W. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 1139–1144.
- ZOCCHI, M., TIEGHI, G. & ALBINATI, A. (1973). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* S. 883–885.

*Acta Cryst.* (1986). **C42**, 1138–1140

## Diphenyl[8-quinolinethiolato(1-)-S]antimony(III)

BY HANS PREUT, UDO PRAECKEL AND FRIEDO HUBER\*

*Fachbereich Chemie, Universität Dortmund, D-4600 Dortmund 50, Federal Republic of Germany*

(Received 26 October 1985; accepted 28 April 1986)

**Abstract.** [Sb(C<sub>9</sub>H<sub>6</sub>NS)(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>], *M<sub>r</sub>* = 436.18, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>/*n*, *a* = 13.441 (4), *b* = 9.314 (4), *c* = 15.178 (4) Å,  $\beta$  = 109.47 (5)°, *V* = 1791 Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.618 Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda$ (Mo *K* $\alpha$ ) = 0.71069 Å,  $\mu$  = 1.67 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 864, *T* = 294 (1) K. Final *R* = 0.032 for 2630 unique observed X-ray diffractometer data. The 8-quinolinethiolato(1-) ligand chelates Sb *via*

S [Sb—S: 2.444 (1) Å] and N [Sb—N: 2.767 (3) Å]. Angles around Sb: N—Sb—C(phenyl I) = 156.7 (1), S—Sb—C(phenyl II) = 99.2 (1), N—Sb—C(phenyl II) = 80.5 (1), S—Sb—N = 70.7 (1), S—Sb—C(phenyl I) = 87.4 (1), C(phenyl I)—Sb—C(phenyl II) = 95.8 (2)°. Each molecule has a close Sb...Sb contact [3.884 (1) Å] to a neighbouring symmetrically equivalent molecule. The Sb atom of the neighbouring molecule is in a *trans* position to S [Sb...Sb—S

\* To whom correspondence should be addressed.