

Ru(2)—Ru(1)—C(6)	78.0 (2)	C(11)—Ru(1)—C(14)	102.1 (3)
Ru(2)—Ru(1)—C(11)	169.2 (3)	C(12)—Ru(1)—C(13)	170.4 (3)
Ru(2)—Ru(1)—C(12)	86.2 (3)	C(12)—Ru(1)—C(14)	91.5 (4)
Ru(2)—Ru(1)—C(13)	84.5 (2)	C(13)—Ru(1)—C(14)	90.5 (3)
Ru(2)—Ru(1)—C(14)	88.2 (2)	Ru(1)—Ru(2)—C(1)	67.2 (2)
C(6)—Ru(1)—C(11)	91.7 (3)	Ru(1)—Ru(2)—C(21)	96.3 (3)
C(6)—Ru(1)—C(12)	86.3 (3)	Ru(1)—Ru(2)—C(22)	96.2 (2)
C(6)—Ru(1)—C(13)	89.5 (3)	C(21)—Ru(2)—C(22)	92.3 (3)
C(6)—Ru(1)—C(14)	166.2 (3)	Ru(2)—C(1)—C(6)	116.9 (5)
C(11)—Ru(1)—C(12)	96.5 (4)	Ru(1)—C(6)—C(1)	97.8 (4)
C(11)—Ru(1)—C(13)	92.2 (3)		

The absorption correction was based on ψ -scan measurements for five representative strong reflections. The structure was solved by Patterson methods (*DIRDIF92*; Beurskens *et al.*, 1992). H atoms were placed in calculated positions (C—H 0.96 Å) and assigned fixed coordinates and refined isotropic displacement parameters.

MSC/AFC Diffractometer Control Software (Molecular Structure Corporation, 1993a) was used for data collection and cell refinement. The *TEXSAN* software package (Molecular Structure Corporation, 1993b) was used for all other calculations, molecular graphics and preparation of the material for publication.

The authors acknowledge the Venezuelan National Research Council (CONICIT) for providing funds for the purchase of the Rigaku AFC-7S diffractometer (Project PI-092).

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: BK1081). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, G. A. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–S19.
- Appleton, T. G., Clark, H. C. & Manzer, L. E. (1973). *Coord. Chem. Rev.* **10**, 335–422.
- Arce, A. J., De Sanctis, Y., Manzur, J. & Capparelli, M. V. (1994). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **33**, 2193–2195.
- Beurskens, P. T., Admiraal, G., Beurskens, G., Bosman, W. P., García-Granda, S., Smits, J. M. M. & Smykalla, C. (1992). *The DIRDIF Program System*. Technical Report. Crystallography Laboratory, Univ. of Nijmegen, The Netherlands.
- Braun, S., Dahler, P. & Eilbracht, P. (1978). *J. Organomet. Chem.* **146**, 135–141.
- Eilbracht, P. & Dahler, P. (1977). *J. Organomet. Chem.* **135**, C23–C25.
- Heineke, D. & Vahrenkamp, H. (1993). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **32**, 1048–1049.
- Herrmann, W. A., Kriechbaum, G., Bauer, C., Guggolz, E. & Ziegler, M. L. (1981). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **20**, 815–817.
- Hoxmeier, R. J., Knobler, C. B. & Kaesz, H. D. (1979). *Inorg. Chem.* **18**, 3462–3466.
- Molecular Structure Corporation (1993a). *MSC/AFC Diffractometer Control Software*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Molecular Structure Corporation (1993b). *TEXSAN. Single Crystal Structure Analysis Software*. Version 1.6. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Orpen, A. G., Brammer, L., Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G. & Taylor, R. (1989). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. S1–S83.

- Shustorovich, E. M., Porai-Koshits, M. A. & Buslaev, Yu. A. (1975). *Coord. Chem. Rev.* **17**, 1–98.
- Töfke, S., Haupt, E. T. K. & Beherens, U. (1986). *Chem. Ber.* **119**, 96–106.
- Wilcox, C. F. Jr & Craig, R. R. (1961). *J. Am. Chem. Soc.* **83**, 3866–3871.

Acta Cryst. (1995). **C51**, 1120–1124

Die Chloroindate [PPh₄]₂[In₂Cl₆] und [PPh₄]₂[InCl₅].CH₃CN

WILFRIED BUBENHEIM, GERLINDE FRENZEN UND
ULRICH MÜLLER

*Fachbereich Biologie/Chemie der Universität,
D-34109 Kassel, Deutschland*

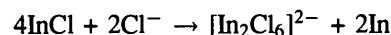
(Eingegangen am 27. Juli 1994; angenommen am 17. Oktober 1994)

Abstract

Tetraphenylphosphonium hexachlorodiindate contains centrosymmetric [In₂Cl₆]²⁻ ions having an In—In bond length of 2.727 (1) Å. In tetraphenylphosphonium pentachloroindate acetonitrile solvate, the [InCl₅]²⁻ ions have trigonal bipyramidal configurations and thus differ from the square pyramidal arrangement seen in [NEt₄]₂[InCl₅].

Kommentar

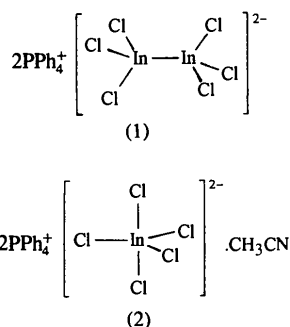
Bei der Reaktion von Indiummonochlorid mit Tetraphenylphosphoniumchlorid entsteht in Acetonitril das Hexachlorodiindat(II) neben metallischem Indium (Bubenheim & Müller, 1994; dort sind auch die experimentellen Details angegeben):



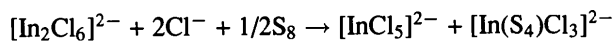
Diese Reaktion ist insofern überraschend, als Indium(I)-Verbindungen normalerweise zu In und In^{III} disproportionieren (Tuck, 1993). Andererseits ist die Bildung von In^{II}-Verbindungen aus In^I und In^{III} bekannt. So wurden die Verbindungen [NBu₄]₂[In₂X₆] (X = Cl, Br, I) durch Reaktion von NBu₄X mit den Halogeniden In⁺[InX₄]⁻ hergestellt und spektroskopisch charakterisiert (Freeland, Hencher, Tuck & Contreras, 1976). Ähnlich wurden auch Addukte In₂X₄(tmen)₂ durch Umsetzung von Tetramethyl-ethandiamin (tmen) mit In[InX₄] erhalten; in diesen Verbindungen liegen In—In-Bindungen vor (Peppe & Tuck, 1984; Khan, Peppe & Tuck, 1984). Ein Ion [In₂Br₆]²⁻ mit In—In-Bindung liegt auch im In₂[In₂Br₆] vor (Staffel & Meyer, 1987). Entsprechende Verbindungen, die [Ga₂X₆]²⁻-Ionen ent-

halten, sind ebenfalls bekannt, z.B. $[\text{NET}_4]_2[\text{Ga}_2\text{Cl}_6]$ (Brown & Hall, 1973), $[\text{NPr}_4]_2[\text{Ga}_2\text{Br}_6]$ (Cumming, Hall & Wright, 1974), $\text{Li}_2[\text{Ga}_2\text{Br}_6]$ (Hönle & Simon, 1986), $\text{Ga}_2[\text{Ga}_2\text{I}_6]$ (Gerlach, Hönle & Simon, 1982), $[\text{HPPH}_3]_2[\text{Ga}_2\text{X}_6]$ (Khan, Tuck, Taylor & Rogers, 1986). Eine Übersicht über metallorganische Verbindungen mit In—In-Bindungen gibt Uhl (1993).

Im zentrosymmetrischen Anion von (1) (Fig. 1) ist eine In—In-Bindung vorhanden, die 2,727 (1) Å lang ist. Sie ist damit ähnlich wie im $\text{In}_2[\text{In}_2\text{Br}_6]$ (2,688 und 2,716 Å; Staffel & Meyer, 1987), aber kürzer als im $\text{In}_2[\text{CH}(\text{SiMe}_3)_2]_4$ (2,828 Å; Uhl, Layh & Hiller, 1989) und im $\text{In}_2\text{Br}_3\text{I}(\text{tmen})_2$ (2,775 Å; Khan, Peppe & Tuck, 1984).



Im Beisein von PPh_4Cl kann $[\text{PPh}_4]_2[\text{In}_2\text{Cl}_6]$ mit Schwefel oxidiert werden, wobei das Tetraphenylphosphonium-pentachloroindat(III) eines der Produkte ist; es kristallisiert mit eingebautem Acetonitril:



Über das Tetrasulfido-trichloro-indat haben wir an anderer Stelle berichtet (Bubenheim & Müller, 1994). In (2) hat das Anion eine trigonal-bipyramidale Konfiguration (Fig. 2). Es steht damit im Gegensatz zum tetragonalen $[\text{NET}_4]_2[\text{InCl}_5]$, in welchem es quadratisch-pyramidal ist (Brown, Einstein & Tuck, 1969); als Ursache für den pyramidalen Aufbau wurden Kristallpackungseffekte vermutet. Beim isoelektronischen $[\text{SnCl}_5]^-$ -Ion wurde mit verschiedenen Kationen bisher nur die trigonal-bipyramidale Struktur gefunden (Bryan, 1964; Ginzburg, Boky, Yanovsky, Struchkov, Setkina & Kursanov, 1977; Shamir, Luski, Bino, Cohen & Gibson, 1985); dies gilt auch für $[\text{PPh}_4][\text{SnCl}_5]$ (Müller & Siekmann, 1995), obwohl die Packung der Tetraphenylphosphonium-Ionen Strukturen mit quadratisch-pyramidalem Anion begünstigt, wenn das Verhältnis von Kationen zu Anionen 1:1 ist (Müller, 1980). Das eingebaute Acetonitril ist in zwei Lagen und zwei Orientierungen fehlgeordnet; wir finden vier Atome in gerader Linie mit halbbesetzten Lagen für die beiden endständigen Atome und mit einem Inversionszentrum in der Mitte. Die Bindungslängen (1,23 und 1,28 Å) liegen zwischen den üblichen Werten für

$\text{C}\equiv\text{N}$ - (1,12 Å) und $\text{C}-\text{C}$ -Bindungen (1,5 Å). Demnach sind statistisch je drei der vier Lagen besetzt, und die Methylgruppe kann sich am einen oder anderen Ende befinden.

Sowohl in (1) wie in (2) sind die Kationen zu $[\text{PPh}_4]_2$ -Paaren um je ein Inversionszentrum angeordnet, wobei sich drei Phenylgruppen des einen Ions drei Phenylgruppen des zweiten Ions auf Lücke gegenüberstehen (Fig. 3 und 4). Dies ist eine Anordnung, die in Tetraphenylphosphonium-Salzen häufig angetroffen wird, wenn zwei PPh_4^+ -Ionen auf ein Anion kommen (Müller, Klingelhöfer, Eicher & Bohrer, 1984; Conradi, Bohrer, Weber & Müller, 1986).

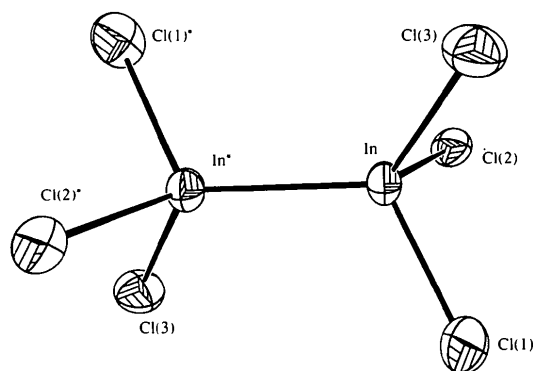


Fig. 1. Das $[\text{In}_2\text{Cl}_6]^{2-}$ -Ion mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (40% Aufenthaltswahrscheinlichkeit).

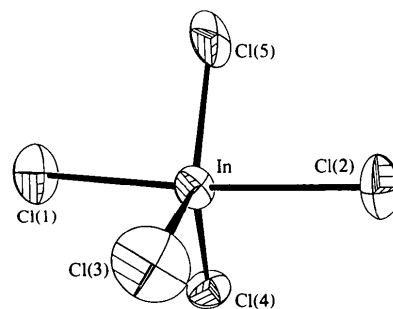


Fig. 2. Das $[\text{InCl}_5]^{2-}$ -Ion mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (40% Aufenthaltswahrscheinlichkeit).

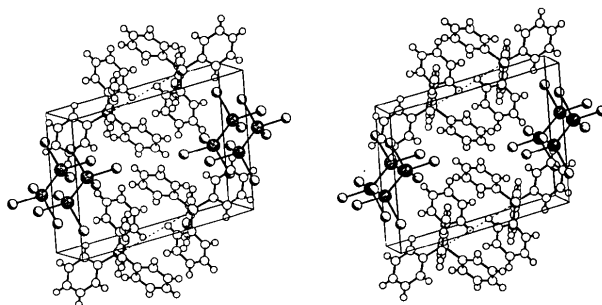


Fig. 3. Stereoskopische Ansicht der Elementarzelle von (1). Punktiert: Verbindungslinie zwischen den P-Atomen in den $[\text{PPh}_4]_2$ -Paaren.

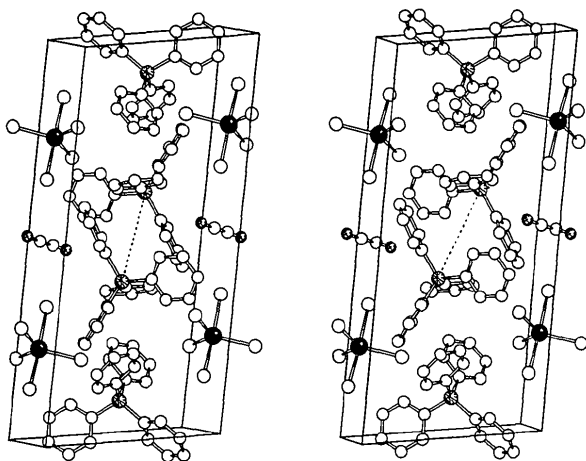


Fig. 4. Stereoskopische Ansicht der Elementarzelle von (2). Punktiert: Verbindungslinie zwischen den P-Atomen in den [PPh₄]₂-Paaren. Von den vier gezeigten Atomlagen der Acetonitrilmoleküle sind statistisch immer nur drei besetzt.

Experimentelles

Verbindung (1)

Kristalldaten

[(C₆H₅)₄P]₂[In₂Cl₆]

$M_r = 1121,08$

Triklin

$P\bar{1}$

$a = 9,199 (3) \text{ \AA}$

$b = 10,278 (3) \text{ \AA}$

$c = 13,057 (3) \text{ \AA}$

$\alpha = 102,17 (2)^\circ$

$\beta = 99,36 (3)^\circ$

$\gamma = 92,69 (2)^\circ$

$V = 1186,5 (6) \text{ \AA}^3$

$Z = 1$

$D_x = 1,569 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ Strahlung

$\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$

Gitterparameter aus 25

Reflexen

$\theta = 6-22^\circ$

$\mu = 1,410 \text{ mm}^{-1}$

$T = 300 (1) \text{ K}$

Kristallplättchen $< 0,3 \text{ mm}$

Farblos

Datensammlung

Enraf-Nonius CAD-4

Diffraktometer

ω -Abtastung

Absorptionskorrektur:

empirisch nach ψ -Scans

$T_{\min} = 0,29$, $T_{\max} = 0,36$

8318 gemessene Reflexe

4160 unabhängige Reflexe

3452 beobachtete Reflexe

$[I > 2\sigma(I)]$

Verfeinerung

Verfeinerung auf F^2

$R(F) = 0,0319$

$R(F^2) = 0,0758$

$S = 1,057$

4160 Reflexe

262 Parameter

starre C—H-Gruppen

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0496P)^2]$

mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$R_{\text{int}} = 0,0275$

$\theta_{\text{max}} = 25^\circ$

$h = -10 \rightarrow 10$

$k = -12 \rightarrow 12$

$l = -15 \rightarrow 15$

2 Kontrollreflexe

Häufigkeit: 60 min

Intensitätsschwankung:

3,9%

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,002$

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,807 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,637 \text{ e \AA}^{-3}$

Extinktionskorrektur: keine

Atomformfaktoren aus

International Tables for

Crystallography (1992,

Bd. C, Tabelle 4.2.6.8 und

6.1.1.4)

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor (\AA^2) für (1)

$$U_{\text{äq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^*$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
In	0,07874 (3)	0,43949 (3)	0,07189 (2)	0,0433 (1)
Cl(1)	0,1247 (1)	0,2153 (1)	-0,00027 (9)	0,0696 (3)
Cl(2)	0,3273 (1)	0,5334 (1)	0,15458 (8)	0,0575 (2)
Cl(3)	-0,0238 (1)	0,4258 (1)	0,22894 (8)	0,0650 (3)
P	0,44394 (9)	0,92059 (9)	0,71304 (6)	0,0358 (2)
C(11)	0,3944 (4)	0,7767 (3)	0,6056 (3)	0,0403 (7)
C(12)	0,4763 (4)	0,7484 (4)	0,5245 (3)	0,0471 (8)
C(13)	0,4321 (5)	0,6422 (4)	0,4405 (3)	0,060 (1)
C(14)	0,3049 (5)	0,5637 (4)	0,4340 (3)	0,067 (1)
C(15)	0,2228 (5)	0,5904 (5)	0,5134 (4)	0,073 (1)
C(16)	0,2660 (4)	0,6962 (4)	0,6004 (3)	0,062 (1)
C(21)	0,3389 (3)	1,0556 (4)	0,6828 (3)	0,0402 (8)
C(22)	0,3530 (4)	1,1771 (4)	0,7559 (3)	0,0493 (9)
C(23)	0,2719 (5)	1,2809 (4)	0,7327 (4)	0,062 (1)
C(24)	0,1787 (5)	1,2627 (5)	0,6361 (4)	0,065 (1)
C(25)	0,1643 (4)	1,1446 (5)	0,5627 (4)	0,064 (1)
C(26)	0,2438 (4)	1,0401 (4)	0,5854 (3)	0,0497 (9)
C(31)	0,6372 (3)	0,9710 (3)	0,7248 (2)	0,0375 (7)
C(32)	0,6819 (4)	1,0934 (4)	0,7067 (3)	0,0491 (9)
C(33)	0,8305 (4)	1,1305 (4)	0,7157 (3)	0,059 (1)
C(34)	0,9347 (4)	1,0454 (5)	0,7437 (3)	0,057 (1)
C(35)	0,8911 (4)	0,9245 (5)	0,7602 (3)	0,062 (1)
C(36)	0,7425 (4)	0,8858 (4)	0,7514 (3)	0,056 (1)
C(41)	0,4003 (3)	0,8741 (3)	0,8304 (3)	0,0387 (7)
C(42)	0,3060 (4)	0,9444 (4)	0,8900 (3)	0,0463 (8)
C(43)	0,2671 (4)	0,8989 (4)	0,9752 (3)	0,055 (1)
C(44)	0,3216 (4)	0,7866 (4)	1,0023 (3)	0,0519 (9)
C(45)	0,4155 (5)	0,7179 (4)	0,9437 (3)	0,058 (1)
C(46)	0,4541 (4)	0,7601 (4)	0,8574 (3)	0,055 (1)

Tabelle 2. Bindungsabstände (\AA) und -winkel ($^\circ$) in (1)

In—In ⁱ	2,727 (1)	P—C(11)	1,794 (4)
In—Cl(1)	2,384 (1)	P—C(41)	1,797 (3)
In—Cl(3)	2,419 (1)	P—C(31)	1,801 (3)
In—Cl(2)	2,424 (1)	P—C(21)	1,802 (3)
Cl(1)—In—Cl(2)	100,51 (5)	C(11)—P—C(41)	107,0 (2)
Cl(1)—In—Cl(3)	104,30 (5)	C(11)—P—C(31)	108,8 (2)
Cl(3)—In—Cl(2)	99,85 (5)	C(41)—P—C(31)	112,9 (2)
Cl(1)—In—In ⁱ	114,05 (4)	C(11)—P—C(21)	109,1 (2)
Cl(2)—In—In ⁱ	118,50 (4)	C(41)—P—C(21)	110,8 (2)
Cl(3)—In—In ⁱ	117,14 (4)	C(31)—P—C(21)	108,2 (2)

Symmetriebezeichnung: (i) $-x, 1 - y, -z$.

Verbindung (2)

Kristalldaten

[(C₆H₅)₄P]₂[InCl₅].CH₃CN

$M_r = 1011,93$

Triklin

$P\bar{1}$

$a = 10,093 (2) \text{ \AA}$

$b = 11,018 (3) \text{ \AA}$

$c = 22,133 (4) \text{ \AA}$

$\alpha = 96,03 (2)^\circ$

$\beta = 95,25 (2)^\circ$

$\gamma = 107,34 (2)^\circ$

$V = 2316,8 (9) \text{ \AA}^3$

$Z = 2$

$D_x = 1,451 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ Strahlung

$\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$

Gitterparameter aus 24

Reflexen

$\theta = 7-14^\circ$

$\mu = 0,902 \text{ mm}^{-1}$

$T = 299 (2) \text{ K}$

dreieckiges

Kristallplättchen $< 0,3 \text{ mm}$

Farblos

Datensammlung

Enraf-Nonius CAD-4

Diffraktometer

$R_{\text{int}} = 0,0092$

$\theta_{\text{max}} = 25,0^\circ$

ω -Abtastung
Absorptionskorrektur:
empirisch nach ψ -Scans
 $T_{\min} = 0,86$, $T_{\max} = 0,89$
8795 gemessene Reflexe
8108 unabhängige Reflexe
7095 beobachtete Reflexe
 $[I > 2\sigma(I)]$

$h = -11 \rightarrow 11$
 $k = -13 \rightarrow 13$
 $l = -1 \rightarrow 26$
2 Kontrollreflexe
Häufigkeit: 60 min
Intensitätsschwankung:
4,2%

C(262)	0,4777 (3)	0,2418 (3)	0,0306 (1)	0,0568 (7)
C(312)	0,8352 (3)	0,3894 (3)	0,1341 (1)	0,0523 (7)
C(322)	0,9135 (5)	0,4762 (4)	0,1845 (2)	0,091 (1)
C(332)	1,0100 (5)	0,4420 (5)	0,2221 (2)	0,107 (2)
C(342)	1,0234 (5)	0,3224 (5)	0,2114 (2)	0,092 (1)
C(352)	0,9424 (5)	0,2350 (5)	0,1639 (2)	0,088 (1)
C(362)	0,8479 (4)	0,2685 (4)	0,1243 (2)	0,0677 (9)
C(412)	0,8052 (3)	0,5692 (3)	0,0464 (1)	0,0471 (6)
C(422)	0,7671 (3)	0,5702 (3)	-0,0153 (1)	0,0598 (8)
C(432)	0,8319 (4)	0,6759 (4)	-0,0430 (2)	0,074 (1)
C(442)	0,9310 (4)	0,7787 (4)	-0,0101 (2)	0,072 (1)
C(452)	0,9705 (4)	0,7794 (4)	0,0501 (2)	0,083 (1)
C(462)	0,9086 (4)	0,6743 (4)	0,0789 (2)	0,076 (1)

Verfeinerung

Verfeinerung auf F^2 $R(F) = 0,0297$ $R(F^2) = 0,0762$ $S = 1,075$

8108 Reflexe

564 Parameter

starre C—H-Gruppen

 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,044P)^2 + 1,111P]$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$ $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,135$ $\Delta\rho_{\max} = 0,720 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ $\Delta\rho_{\min} = -0,457 \text{ e } \text{Å}^{-3}$

Extinktionskorrektur: keine

Atomformfaktoren aus

International Tables for
Crystallography (1992,Bd. C, Tabelle 4.2.6.8 und
6.1.1.4)Tabelle 4. Bindungsabstände (Å) und -winkel ($^\circ$) in (2)

In—Cl(1)	2,499 (1)	P(11)—C(111)	1,791 (3)
In—Cl(2)	2,515 (1)	P(11)—C(311)	1,796 (3)
In—Cl(3)	2,416 (1)	P(11)—C(411)	1,799 (3)
In—Cl(4)	2,409 (1)	P(11)—C(211)	1,808 (3)
In—Cl(5)	2,415 (1)	P(22)—C(112)	1,788 (3)
C(1)—N	1,23 (1)	P(22)—C(212)	1,793 (3)
C(1)—C(1')	1,28 (1)	P(22)—C(312)	1,797 (3)
		P(22)—C(412)	1,801 (3)
Cl(1)—In—Cl(2)	174,74 (3)	C(111)—P(11)—C(211)	108,1 (1)
Cl(1)—In—Cl(3)	91,71 (4)	C(111)—P(11)—C(311)	109,2 (1)
Cl(1)—In—Cl(4)	92,17 (4)	C(111)—P(11)—C(411)	112,2 (1)
Cl(1)—In—Cl(5)	88,73 (3)	C(211)—P(11)—C(311)	109,0 (1)
Cl(2)—In—Cl(3)	91,05 (4)	C(211)—P(11)—C(411)	112,5 (1)
Cl(2)—In—Cl(4)	90,81 (4)	C(311)—P(11)—C(411)	105,7 (1)
Cl(2)—In—Cl(5)	86,01 (3)	C(112)—P(22)—C(212)	110,4 (1)
Cl(3)—In—Cl(4)	113,87 (3)	C(112)—P(22)—C(312)	107,5 (1)
Cl(3)—In—Cl(5)	124,24 (3)	C(112)—P(22)—C(412)	108,8 (1)
Cl(4)—In—Cl(5)	121,83 (4)	C(212)—P(22)—C(312)	109,2 (1)
N—C(1)—C(1')	176,6 (1)	C(212)—P(22)—C(412)	109,4 (1)
		C(312)—P(22)—C(412)	111,5 (2)

Symmetriebezeichnung: (i) $1 - x, 2 - y, 1 - z$.

Datensammlung und Gitterverfeinerung: Enraf-Nonius CAD-4 Meßprogramm. Datenreduktion: XCAD-4 (Harms, 1987). Lösung der Struktur mit Programm: SHELXS86 (Sheldrick, 1985). Verfeinerung der Struktur mit Programm: SHELXL93 (Sheldrick, 1993). Zeichenprogramm: ORTEX (McArdle, 1994), SCHAKAL (Keller, 1988). Programm zur Berechnung der geometrischen Daten und zur Erstellung der Tabellen: SHELXL93.

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für gewährte Unterstützung.

Die Listen der Strukturparameter, anisotropen Verschiebungsparameter, H-Atom Koordinaten, und vollständigen geometrischen Daten sind bei der IUCr (Aktenzeichen: SE1075) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Literatur

- Brown, K. L. & Hall, D. (1973). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1843–1845.
Brown, D. S., Einstein, F. W. B. & Tuck, D. G. (1969). *Inorg. Chem.* **8**, 14–18.
Bryan, R. F. (1964). *J. Am. Chem. Soc.* **86**, 733–734.
Bubenheim, E. & Müller, U. (1994). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **620**, 1607–1612.
Conradi, E., Bohrer, R., Weber, R. & Müller, U. (1986). *Z. Kristallogr.* **181**, 187–198.
Cumming, H. J., Hall, D. & Wright, C. E. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 107–109.
Freeland, B. H., Hencher, J. L., Tuck, D. G. & Contreras, J. G. (1976). *Inorg. Chem.* **15**, 2144–2146.

Tabelle 3. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor (Å^2) für (2)

$$U_{\text{äq}} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
In	0,33422 (2)	0,02187 (2)	0,238645 (8)	0,03987 (7)
Cl(1)	0,23077 (9)	0,07623 (8)	0,14216 (3)	0,0636 (2)
Cl(2)	0,42730 (9)	-0,02031 (8)	0,34104 (4)	0,0693 (2)
Cl(3)	0,22173 (8)	-0,20521 (6)	0,20658 (4)	0,0565 (2)
Cl(4)	0,56821 (8)	0,09958 (8)	0,21228 (4)	0,0633 (2)
Cl(5)	0,23044 (9)	0,16027 (8)	0,29605 (4)	0,0652 (2)
C(1)	0,5259 (8)	0,9549 (6)	0,4931 (3)	0,117 (2)
N	0,5707 (9)	0,8656 (11)	0,4771 (4)	0,149 (5)
P(11)	-0,07452 (7)	0,66741 (6)	0,40350 (3)	0,0435 (2)
C(111)	0,0688 (3)	0,6111 (3)	0,3864 (1)	0,0459 (6)
C(121)	0,1951 (3)	0,6956 (3)	0,3763 (1)	0,0527 (7)
C(131)	0,3045 (4)	0,6504 (3)	0,3636 (1)	0,0630 (8)
C(141)	0,2902 (4)	0,5219 (4)	0,3625 (1)	0,0685 (9)
C(151)	0,1669 (4)	0,4379 (3)	0,3736 (1)	0,0660 (9)
C(161)	0,0560 (4)	0,4809 (3)	0,3856 (1)	0,0563 (7)
C(211)	-0,0251 (3)	0,7669 (2)	0,4773 (1)	0,0481 (6)
C(221)	-0,1170 (4)	0,8274 (3)	0,4995 (2)	0,0617 (8)
C(231)	-0,0873 (5)	0,8935 (3)	0,5580 (2)	0,073 (1)
C(241)	0,0330 (5)	0,9017 (3)	0,5937 (2)	0,076 (1)
C(251)	0,1273 (4)	0,8453 (3)	0,5720 (2)	0,076 (1)
C(261)	0,0963 (4)	0,7757 (3)	0,5134 (1)	0,0608 (8)
C(311)	-0,2246 (3)	0,5324 (3)	0,4075 (1)	0,0487 (6)
C(321)	-0,2747 (3)	0,5077 (3)	0,4622 (1)	0,0549 (7)
C(331)	-0,3908 (4)	0,4011 (3)	0,4623 (2)	0,0681 (9)
C(341)	-0,4528 (4)	0,3205 (3)	0,4095 (2)	0,0706 (9)
C(351)	-0,4002 (4)	0,3444 (3)	0,3556 (2)	0,076 (1)
C(361)	-0,2875 (4)	0,4506 (3)	0,3540 (2)	0,0692 (9)
C(411)	-0,1273 (3)	0,7494 (2)	0,3441 (1)	0,0451 (6)
C(421)	-0,0447 (3)	0,7926 (3)	0,2993 (1)	0,0531 (7)
C(431)	-0,0911 (4)	0,8556 (3)	0,2552 (2)	0,0622 (8)
C(441)	-0,2174 (4)	0,8776 (3)	0,2558 (2)	0,0665 (9)
C(451)	-0,2995 (4)	0,8368 (4)	0,2999 (2)	0,074 (1)
C(461)	-0,2562 (3)	0,7720 (3)	0,3436 (2)	0,0654 (8)
P(22)	0,71497 (7)	0,43798 (7)	0,08456 (3)	0,0428 (2)
C(112)	0,6006 (3)	0,4894 (2)	0,1311 (1)	0,0414 (6)
C(122)	0,5379 (4)	0,4109 (3)	0,1725 (1)	0,0586 (8)
C(132)	0,4440 (4)	0,4453 (3)	0,2066 (2)	0,0691 (9)
C(142)	0,4152 (4)	0,5577 (3)	0,2010 (2)	0,0660 (9)
C(152)	0,4781 (3)	0,6363 (3)	0,1607 (1)	0,0602 (8)
C(162)	0,5694 (3)	0,6018 (3)	0,1250 (1)	0,0485 (6)
C(212)	0,6172 (3)	0,3041 (3)	0,0284 (1)	0,0467 (6)
C(222)	0,6847 (4)	0,2589 (3)	-0,0170 (1)	0,0623 (8)
C(232)	0,6106 (5)	0,1537 (4)	-0,0593 (2)	0,075 (1)
C(242)	0,4718 (5)	0,0936 (3)	-0,0569 (2)	0,077 (1)
C(252)	0,4055 (4)	0,1378 (3)	-0,0124 (2)	0,0731 (9)

- Gerlach, G., Hönle, W. & Simon, A. (1982). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **486**, 7–21.
- Ginzburg, A. G., Bokyi, N. G., Yanovsky, A. I., Struchkov, Yu. T., Setkina, V. N. & Kursanov, D. N. (1977). *J. Organomet. Chem.* **136**, 45–55.
- Harms, K. (1987). *XCAD-4. Programm zur Datenreduktion von CAD-4-Meßdaten*. Univ. Marburg, Deutschland.
- Hönle, W. & Simon, A. (1986). *Z. Naturforsch. Teil B*, **41**, 1391–1398.
- Keller, E. (1988). *SCHAKAL. Programm zur graphischen Repräsentation von molekularen und kristallographischen Modellen*. Univ. Freiburg, Deutschland.
- Khan, M. A., Peppe, C. & Tuck, D. G. (1984). *Can. J. Chem.* **62**, 601–605.
- Khan, M. A., Tuck, D. G., Taylor, M. J. & Rogers, D. A. (1986). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **16**, 895–905.
- McArdle, P. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 438–439.
- Müller, U. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1075–1081.
- Müller, U., Klingelhöfer, P., Eicher, J. & Bohrer, R. (1984). *Z. Kristallogr.* **168**, 121–131.
- Müller, U. & Siekmann, J. (1995). *Acta Cryst.* In Vorbereitung.
- Peppe, C. & Tuck, D. G. (1984). *Can. J. Chem.* **62**, 2793–2797.
- Shamir, J., Luski, S., Bino, A., Cohen, S. & Gibson, D. (1985). *Inorg. Chem.* **24**, 2301–2309.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Programm zur Lösung von Kristallstrukturen*. Univ. Göttingen, Deutschland.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Programm zur Verfeinerung von Kristallstrukturen*. Univ. Göttingen, Deutschland.
- Staffel, T. & Meyer, G. (1987). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **552**, 113–122.
- Tuck, D. G. (1993). *Chem. Soc. Rev.* pp. 269–276.
- Uhl, W. (1993). *Angew. Chem.* **105**, 1449–1461; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **32**, 1386–1397.
- Uhl, W., Layh, M. & Hiller, W. (1989). *J. Organomet. Chem.* **368**, 139–154.

Acta Cryst. (1995). **C51**, 1124–1125

Tetramethylammonium Dichlorotriphenylstannate

SEIK WENG NG

Institute of Advanced Studies, University of Malaya, 59100 Kuala Lumpur, Malaysia

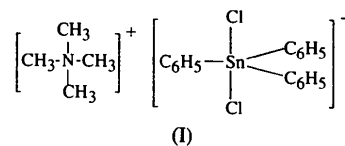
(Received 29 March 1994; accepted 16 December 1994)

Abstract

The crystal structure of tetramethylammonium dichlorotriphenylstannate, [(CH₃)₄N][SnCl₂(C₆H₅)₃], consists of non-interacting ammonium cations and *trans*-C₃SnCl₂ trigonal-bipyramidal stannate anions.

Comment

The Sn atom of the title compound (I) lies on the rotation axis and the Sn—Cl bond lengths are equal [Sn—Cl 2.598 (1) Å]; the bond is lengthened relative to the Sn—Cl bond in the parent triphenyltin chloride Lewis acid [Sn—Cl 2.354 (1) and 2.356 (1) Å (Tse, Lee & Gabe, 1986)].



The dichlorotriphenylstannate ion retains its stereochemical integrity in solution, as inferred from the solution NMR spectrum of the tetraethylammonium salt (Holecek, Nadvornik, Handlir & Lycka, 1983). The phenacyltriphenylarsonium salt shows two inequivalent Sn—Cl bond distances [2.573 (7) and 2.689 (6) Å (Harrison, Molloy, Phillips, Smith & Crowe, 1978)]. The dibromotriphenylstannate ion also displays *trans* trigonal-bipyramidal coordination at the Sn atom [Sn—Br 2.7512 (9) and 2.7908 (7) Å] in the tetraethylammonium salt (Wharf & Simard, 1991).

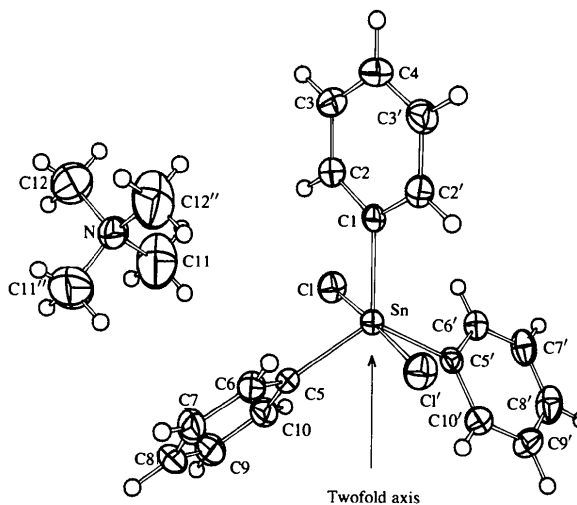


Fig. 1. Atomic labelling scheme for tetramethylammonium dichlorotriphenylstannate. Displacement ellipsoids are plotted at the 30% level.

Experimental

Tetramethylammonium chloride was heated with an equimolar amount of triphenyltin chloride in ethanol. Slow cooling of the filtered solution gave crystals of the title salt.

Crystal data

[(CH₃)₄N][SnCl₂(C₆H₅)₃]
M_r = 495.06
 Monoclinic
 C₂
a = 14.648 (2) Å
b = 9.8802 (5) Å
c = 10.900 (1) Å
 β = 134.984 (3)°
V = 1115.7 (2) Å³
Z = 2
D_x = 1.474 Mg m⁻³

Mo *K*α radiation
 λ = 0.71073 Å
 Cell parameters from 25 reflections
 θ = 10–12°
 μ = 1.396 mm⁻¹
T = 300 K
 Irregular
 0.21 × 0.14 × 0.14 mm
 (0.16 mm radius)
 Colorless