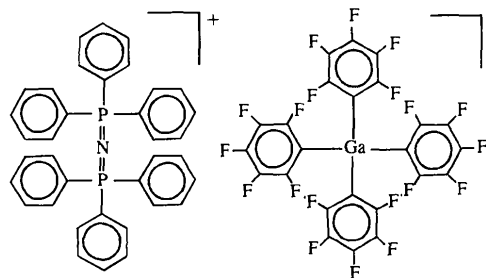


- Bradley, D. C., Chudzynska, H. & Frigo, D. M. (1988). *Chemtronics*, **3**, 159–161.
- Bradley, D. C., Chudzynska, H., Faktor, M. C., Frigo, D. M., Hursthouse, M. B., Hussain, B. & Smith, L. M. (1988). *Polyhedron*, **7**, 1289–1298.
- Burford, N., Royan, B. W., Spence, R. E. V. H., Cameron, T. S., Linden, A. & Rogers, R. D. (1990). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1521–1528.
- Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
- Feher, F. J., Budzichowski, T. A. & Weller, K. J. (1993). *Polyhedron*, **12**, 591–599.
- Foster, D. F., Rushworth, S. A., Cole-Hamilton, D. J., Jones, A. C. & Stagg, J. P. (1988). *Chemtronics*, **3**, 38–43.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Molecular Structure Corporation (1987). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. Revised. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Moore, A. H., Scott, M. D., Davies, J. I., Bradley, D. C., Faktor, M. M. & Chudzynska, H. (1986). *J. Cryst. Growth*, **77**, 19–22.
- Robinson, W. T., Wilkins, C. J. & Zhang, Z. (1990). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 219–227.
- Spek, A. L. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1233–1235.
- Vranka, R. G. & Amma, E. L. (1967). *J. Am. Chem. Soc.* **89**, 3121–3126.

wenig größer als der Mittelwert [142,2(3)°] von 497 Eintragungen in der CSD (Allen, Kennard & Taylor, 1983). Im Anion $[\text{Ga}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]^-$ ist das zentrale Gallium-Atom ungefähr tetraedrisch von den Pentafluorphenylgruppen koordiniert [Mittelwert C—Ga—C = 110(2)°]. Die Gallium-Kohlenstoff-Abstände variieren geringfügig [1,984(8) bis 2,039(8) Å] und bleiben größer als der Mittelwert über die Abstände Ga—C in Vergleichstrukturen mit Gallium-Kohlenstoff-Bindungen [Ga—C = 1,985(2) Å für 760 Fragmente in 290 Verbindungen aus der CSD].



(I)

Acta Cryst. (1996). **C52**, 1663–1666

Bis(triphenylphosphin)iminium-Tetrakis(pentafluorphenyl)gallat

KARL-FRIEDRICH TEBBE, THEO GILLES, FRANK CONRAD UND WIELAND TYRRA

Institut für Anorganische Chemie, Universität zu Köln, Greinstraße 6, D-50939 Köln, Deutschland. E-mail: tebbe@rrz.uni-koeln.de

(Eingegangen am 27 November 1995; angenommen am 29 Januar 1996)

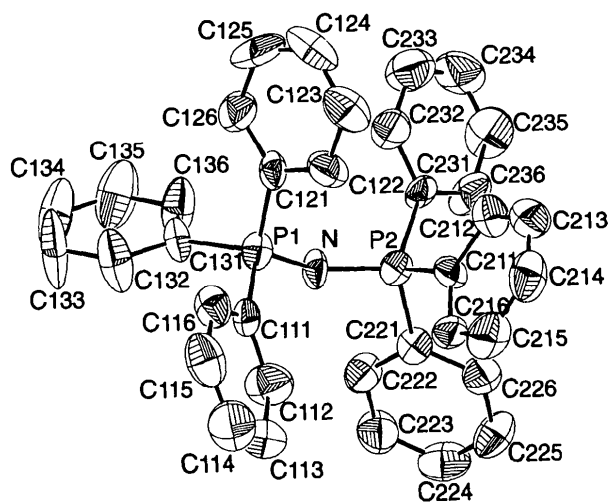
Abstract

The crystal structure of bis(triphenylphosphine)iminium tetrakis(pentafluorophenyl)gallate, $[\text{N}\{\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3\}_2][\text{Ga}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$, has been determined by X-ray diffraction methods. The tetrakis(pentafluorophenyl)gallate anion has almost tetrahedral geometry.

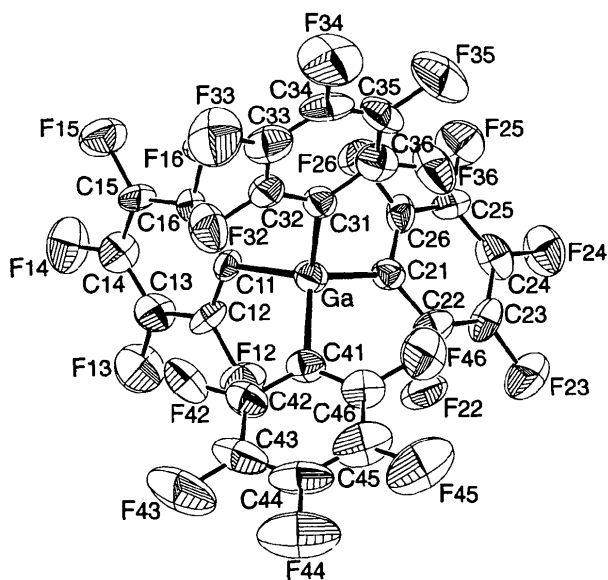
Kommentar

Die Kristallstruktur des Salzes $[\text{PNP}][\text{Ga}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$ enthält das Kation $[\text{PNP}]^+$ und das Anion $[\text{Ga}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]^-$ jeweils auf allgemeinen Lagen (Fig. 1). Das Kation zeigt keine strukturellen Besonderheiten. Der zentrale Bindungswinkel, $\text{P1—N—P2} = 146,2(4)^\circ$, ist nur

Ein isoliertes Tetraorganylgallat-Anion $[\text{GaR}_4]^-$ ist bisher offensichtlich noch nicht strukturell charakterisiert worden, so daß Vergleichsdaten fehlen. In der analogen Gold-Verbindung Bis(triphenylphosphin)iminium-Tetrakis(pentafluorphenyl)gold(III) (Murray *et al.*, 1987) ist das Gold-Atom quadratisch planar koordiniert. Die Verbindung Tetrakis(μ_2 -dimethylendiphenylphosphin)-tetrakis(pentafluorphenyl)pentagold-(I,II,III) Tetrakis(pentafluorphenyl)gold Dichlormethan-Solvat (Usón, Laguna, Laguna, Jiménez & Jones, 1991) enthält ebenfalls das quadratisch planare Anion $[\text{Au}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]^-$. Die drei isostrukturellen Verbindungen Tetrakis(pentafluorphenyl)silan (Karipides & Forster, 1978), Tetrakis(pentafluorphenyl)germanium und Tetrakis(pentafluorphenyl)zinn (Karipides, Forman, Thomas & Reed, 1974) sind wie das Tetrakis(pentafluorphenyl)borat-Anion tetraedrisch aufgebaut. In den sechs bisher strukturell charakterisierten Verbindungen mit ausschließlicher Verknüpfung des Galliums mit vier C-Atomen Tetramethyl-bis(μ_2 -phenylethynyl)digallium (Teclé, Ilesley & Oliver, 1981), [Methanido-bis(dimethylphosphonium-methylid)]-dimethylgallium (Schmidbauer, Gasser, Krüger & Sekutowski, 1977), (μ_2 -1,4-Dioxan-*O,O'*)bis{bis(μ_2 -trimethylsilylmethylen)-(1,4-dioxan-*O*)-bis(trimethylsilyl)methyl]-gallium-lithium} (Uhl, Klinkhammer, Layh & Massa, 1991), Bis[1,1-(μ_2 -dimethylgallium)]diferrocen (Lee, Pennington, Laske & Robinson, 1990), Bis(η^5 -cyclopentadienyl)-(μ_2 -methyl)dimethyl(μ_2 - σ^3 -cyclohexen-1,1,2-triyl)gallium-zirconium (Erker, Albrecht, Krüger & Werner, 1992) und Bis(η^5 -cyclopentadienyl)-(μ_2 -methyl)-dimethyl-(μ_2 - σ^3 -benzol-1,1,2-triyl)-gallium-zirconium (Erker *et al.*, 1992) ist das Gallium ausnahmslos Teil eines Ringsystems.



(a)



(b)

Fig. 1. $[PNP][Ga(C_6F_5)_4]$. Struktur der Baugruppen mit thermischen Ellipsoiden (50% Wahrscheinlichkeit) und der Atombezeichnung (a) für das Kation $[PNP]^+$, und (b) für das Anion $[Ga(C_6F_5)_4]^-$.

Diese Verbindungen sind deshalb mit der hier vorgestellten Struktur nicht vergleichbar. Die Kristallstruktur des $[PNP][Ga(C_6F_5)_4]$ läßt sich in gewellte kationische Schichten ($y = 0, 1/2$) und gewellte anionische Schichten ($y = 1/4, 3/4$) parallel (0 1 0) zerlegen, wobei jeweils ein Pentafluorphenylring abwechselnd nach oben und unten in die kationischen Schichten hineinragt (Fig. 2). Bemerkenswerte interionische Abstände werden nicht beobachtet. Diese beginnen bei $F \cdots H = 2,55 \text{ \AA}$. Die thermischen Parameter der Atome lassen sich für das Anion und das Kation näherungsweise mit dem Schwingungsmodell für starre Körper (Trueblood, 1978) in Einklang bringen.

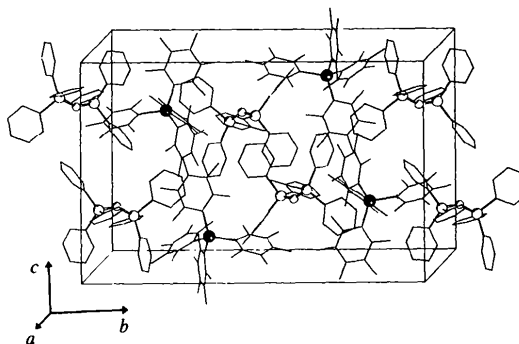


Fig. 2. $[PNP][Ga(C_6F_5)_4]$. Kristallstruktur.

Experimentelles

Durch Umsetzung von Bis(pentafluorphenyl)cadmium mit Galliumtrichlorid im stöchiometrischen Verhältnis 2:1 in Acetonitril wird ähnlich wie bei der Umsetzung von Pentafluorphenylmagnesiumbromid mit $GaCl_3$ zu $Mg[Ga(C_6F_5)_4]_2$ (Ludovici, Tyrra & Naumann, 1992) zunächst Cadmiumtetrakis(pentafluorphenyl)gallat als Acetonitril-Addukt erhalten. Das Kation wird mit $[PNP]Cl$ ausgetauscht. Die Reindarstellung erfolgt durch säulenchromatographische Abtrennung der anorganischen Salze (Kieselgel, Laufmittel CH_2Cl_2) und anschließendes Umkristallisieren aus CH_2Cl_2/n -Hexan. Die Verbindung kristallisiert aus CH_2Cl_2/n -Hexan in Form von farblosen Polyedern.

Kristalldaten

$(C_{36}H_{30}NP_2)[Ga(C_6F_5)_4]$

$M_r = 1276,54 (6)$

Monoklin

$P2_1/n$

$a = 13,473 (2) \text{ \AA}$

$b = 25,444 (4) \text{ \AA}$

$c = 16,158 (4) \text{ \AA}$

$\beta = 100,01 (2)^\circ$

$V = 5454,8 (18) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 1,554 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ Strahlung

$\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$

Gitterparameter aus 24

Reflexen

$\theta = 3,20\text{--}12,88^\circ$

$\mu = 0,673 \text{ mm}^{-1}$

$T = 293 (2) \text{ K}$

Polyeder

$0,23 \times 0,20 \times 0,15 \text{ mm}$

Farblos

Datensammlung

Enraf-Nonius CAD-4

Diffraktometer

ω/θ Abtastung

Absorptionskorrektur:

empirisch über ψ -

Scans (North, Phillips &

Mathews, 1968)

$T_{\min} = 0,980, T_{\max} =$

$0,999$

6990 gemessene Reflexe

6661 unabhängige Reflexe

2872 beobachtete Reflexe

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

$R_{\text{int}} = 0,0854$

$\theta_{\max} = 21,98^\circ$

$h = 0 \rightarrow 14$

$k = 0 \rightarrow 26$

$l = -17 \rightarrow 16$

3 Kontrollreflexe

Häufigkeit: 120 min

Intensitätsschwankung:

0,7%

Verfeinerung

Verfeinerung auf F^2

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,0741$

$wR(F^2) = 0,0871$

$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,001$

$\Delta\rho_{\max} = 0,293 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -0,303 \text{ e \AA}^{-3}$

$S = 0,986$
 6316 Reflexe
 759 Parameter
 Die H-Lagen wurden mit
HFIX43 streng geometrisch berechnet und mit einem gemeinsamen isotropen Temperaturkoeffizienten verfeinert
 $w = 1/\sigma^2(F_o^2)$

Extinktionskorrektur:
SHELXL93 (Sheldrick, 1993)
 Extinktionskoeffizient:
 0,00043 (7)
 Atomformfaktoren aus
International Tables for Crystallography (1992, Bd. C)

C24	0,0176 (7)	0,2303 (4)	0,9138 (7)	0,058 (3)
F24	0,0000 (4)	0,2485 (2)	0,9864 (3)	0,081 (2)
C25	0,0252 (7)	0,2612 (4)	0,8469 (7)	0,049 (3)
F25	0,0140 (4)	0,3137 (2)	0,8575 (3)	0,083 (2)
C26	0,0442 (6)	0,2402 (4)	0,7738 (6)	0,047 (3)
F26	0,0517 (4)	0,2754 (2)	0,7116 (3)	0,065 (2)
C31	-0,0197 (7)	0,1903 (3)	0,5543 (6)	0,044 (3)
C32	-0,0044 (8)	0,1840 (3)	0,4735 (8)	0,053 (3)
F32	0,0820 (4)	0,1632 (2)	0,4587 (3)	0,080 (2)
C33	-0,0751 (11)	0,1962 (4)	0,4037 (7)	0,073 (4)
F33	-0,0576 (4)	0,1881 (3)	0,3252 (4)	0,117 (3)
C34	-0,1645 (10)	0,2162 (4)	0,4153 (8)	0,071 (4)
F34	-0,2354 (4)	0,2289 (2)	0,3472 (4)	0,124 (3)
C35	-0,1851 (8)	0,2232 (4)	0,4934 (9)	0,069 (4)
F35	-0,2751 (4)	0,2432 (2)	0,5045 (4)	0,117 (2)
C36	-0,1123 (9)	0,2099 (4)	0,5604 (7)	0,061 (3)
F36	-0,1383 (4)	0,2172 (2)	0,6371 (4)	0,088 (2)
C41	0,0872 (8)	0,0862 (3)	0,6303 (5)	0,048 (3)
C42	0,1568 (8)	0,0617 (4)	0,5952 (6)	0,059 (3)
F42	0,2392 (4)	0,0869 (2)	0,5765 (3)	0,084 (2)
C43	0,1538 (10)	0,0092 (5)	0,5747 (7)	0,083 (4)
F43	0,2243 (5)	-0,0154 (2)	0,5417 (4)	0,129 (3)
C44	0,0711 (13)	-0,0187 (5)	0,5933 (8)	0,089 (5)
F44	0,0649 (5)	-0,0708 (2)	0,5754 (4)	0,141 (3)
C45	-0,0033 (10)	0,0045 (5)	0,6269 (7)	0,084 (4)
F45	-0,0819 (5)	-0,0230 (2)	0,6429 (4)	0,126 (3)
C46	0,0072 (8)	0,0564 (5)	0,6449 (6)	0,055 (3)
F46	-0,0691 (4)	0,0801 (2)	0,6743 (3)	0,087 (2)

Tabelle 1. Atomkoordinaten und isotrope äquivalente Verschiebungparameter (\AA^2)

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

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
N	0,6574 (5)	-0,0440 (2)	0,7513 (4)	0,046 (2)
PI	0,5804 (2)	0,00129 (10)	0,7552 (2)	0,0484 (7)
C111	0,4547 (7)	-0,0222 (4)	0,7529 (6)	0,048 (3)
C112	0,4317 (8)	-0,0707 (4)	0,7203 (6)	0,078 (4)
C113	0,3346 (10)	-0,0913 (5)	0,7193 (7)	0,091 (4)
C114	0,2634 (9)	-0,0618 (5)	0,7454 (8)	0,091 (5)
C115	0,2823 (9)	-0,0120 (5)	0,7746 (6)	0,079 (4)
C116	0,3796 (8)	0,0072 (4)	0,7767 (5)	0,057 (3)
C121	0,6090 (7)	0,0411 (4)	0,8486 (6)	0,046 (3)
C122	0,5994 (7)	0,0182 (4)	0,9249 (7)	0,065 (3)
C123	0,6288 (8)	0,0447 (5)	0,9990 (7)	0,076 (4)
C124	0,6714 (8)	0,0937 (5)	0,9980 (7)	0,089 (4)
C125	0,6786 (9)	0,1159 (4)	0,9228 (9)	0,105 (5)
C126	0,6475 (8)	0,0906 (4)	0,8483 (6)	0,073 (3)
C131	0,5838 (9)	0,0434 (3)	0,6670 (5)	0,054 (3)
C132	0,4990 (8)	0,0675 (5)	0,6261 (6)	0,094 (4)
C133	0,5024 (10)	0,1019 (5)	0,5613 (9)	0,135 (6)
C134	0,5941 (12)	0,1131 (5)	0,5392 (8)	0,132 (6)
C135	0,6771 (10)	0,0894 (5)	0,5791 (8)	0,109 (5)
C136	0,6728 (8)	0,0545 (4)	0,6433 (7)	0,085 (4)
P2	0,7278 (2)	-0,08716 (9)	0,8029 (2)	0,0459 (7)
C211	0,6860 (7)	-0,1099 (3)	0,8954 (6)	0,046 (3)
C212	0,7381 (6)	-0,0985 (3)	0,9745 (6)	0,054 (3)
C213	0,7015 (8)	-0,1139 (4)	1,0461 (6)	0,071 (3)
C214	0,6115 (9)	-0,1396 (4)	1,0390 (7)	0,074 (4)
C215	0,5576 (7)	-0,1523 (4)	0,9598 (7)	0,073 (3)
C216	0,5952 (7)	-0,1367 (3)	0,8888 (6)	0,054 (3)
C221	0,7297 (6)	-0,1428 (4)	0,7345 (6)	0,043 (3)
C222	0,7164 (6)	-0,1348 (4)	0,6491 (6)	0,057 (3)
C223	0,7204 (7)	-0,1775 (4)	0,5964 (6)	0,069 (3)
C224	0,7402 (7)	-0,2271 (4)	0,6309 (7)	0,075 (4)
C225	0,7529 (7)	-0,2348 (4)	0,7150 (7)	0,074 (4)
C226	0,7501 (7)	-0,1928 (4)	0,7696 (6)	0,061 (3)
C231	0,8548 (7)	-0,0640 (4)	0,8336 (5)	0,043 (3)
C232	0,8692 (7)	-0,0127 (4)	0,8601 (6)	0,065 (3)
C233	0,9650 (9)	0,0060 (4)	0,8869 (7)	0,088 (4)
C234	1,0458 (9)	-0,0260 (5)	0,8878 (7)	0,092 (4)
C235	1,0334 (8)	-0,0760 (5)	0,8619 (7)	0,094 (4)
C236	0,9373 (8)	-0,0955 (4)	0,8343 (6)	0,071 (3)
Ga	0,08660 (7)	0,16550 (4)	0,64835 (6)	0,0437 (3)
C11	0,2228 (6)	0,1975 (3)	0,6474 (5)	0,036 (2)
C12	0,3052 (8)	0,1785 (3)	0,6985 (6)	0,048 (3)
F12	0,2970 (3)	0,1355 (2)	0,7465 (3)	0,068 (2)
C13	0,4008 (8)	0,2008 (4)	0,7074 (6)	0,057 (3)
F13	0,4793 (4)	0,1788 (2)	0,7596 (3)	0,093 (2)
C14	0,4151 (8)	0,2439 (4)	0,6622 (6)	0,059 (3)
F14	0,5059 (4)	0,2668 (2)	0,6694 (3)	0,089 (2)
C15	0,3344 (9)	0,2656 (3)	0,6111 (6)	0,054 (3)
F15	0,3462 (4)	0,3096 (2)	0,5678 (3)	0,079 (2)
C16	0,2411 (7)	0,2425 (4)	0,6068 (5)	0,041 (3)
F16	0,1646 (3)	0,2674 (2)	0,5531 (3)	0,063 (2)
C21	0,0573 (6)	0,1873 (4)	0,7595 (5)	0,040 (3)
C22	0,0508 (6)	0,1575 (4)	0,8296 (6)	0,050 (3)
F22	0,0691 (4)	0,1050 (2)	0,8254 (3)	0,076 (2)
C23	0,0308 (7)	0,1771 (4)	0,9049 (6)	0,054 (3)
F23	0,0257 (4)	0,1432 (2)	0,9689 (3)	0,096 (2)

Tabelle 2. Geometrische Parameter (\AA , $^\circ$)

N—P1	1,560 (6)	P2—C231	1,797 (8)
N—P2	1,588 (6)	P2—C221	1,798 (8)
P1—C131	1,790 (8)	Ga—C21	1,984 (8)
P1—C111	1,790 (9)	Ga—C31	2,000 (8)
P1—C121	1,803 (9)	Ga—C11	2,010 (8)
P2—C211	1,783 (8)	Ga—C41	2,039 (8)
P1—N—P2	146,2 (4)	N—P2—C221	107,0 (4)
N—P1—C131	107,6 (4)	C211—P2—C221	107,4 (4)
N—P1—C111	112,7 (4)	C231—P2—C221	108,3 (4)
C131—P1—C111	109,8 (5)	C21—Ga—C31	111,8 (4)
N—P1—C121	113,7 (4)	C21—Ga—C11	102,6 (3)
C131—P1—C121	107,4 (5)	C31—Ga—C11	113,6 (4)
C111—P1—C121	105,6 (5)	C21—Ga—C41	114,4 (4)
N—P2—C211	114,6 (4)	C31—Ga—C41	102,9 (4)
N—P2—C231	111,8 (4)	C11—Ga—C41	111,9 (4)
C211—P2—C231	107,4 (4)		

Die Sammlung der Röntgenbeugungsdaten erfolgte mit einem Vierkreisdiffraktometer [CAD-4, Enraf-Nonius Delft, 50 kV, 20 mA, Graphitmonochromator (002), Scintillationszähler, Steuerrechner MicroVAX 2000]. Die Zellbesetzung $Z = 4$ läßt sich über Volumeninkremente (Biltz, 1934) abschätzen. Die Datenreduktion erfolgte wie üblich über eine Lorentz- und Polarisationskorrektur, eine Zerfallskorrektur und eine empirische Absorptionskorrektur (ψ -Scan, 2 Reflexe). Die Strukturlösung gelingt mit direkten Methoden. Das Strukturmodell konnte mit Fouriermethoden vervollständigt werden. Die H-Lagen wurden geometrisch berechnet und mit einem gemeinsamen isotropen Temperaturkoeffizienten verfeinert. Sekundäre Extinktionseffekte wurden nach der Formel $F_c^* = 0,08383F_c[1 + 0,0000043F_c^2\lambda^3/\sin(2\theta)]^{-1/4}$ berücksichtigt.

Datensammlung: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1989). Gitterverfeinerung: *CAD-4 Software*. Datenreduktion: *MolEN* (Fair, 1990). Lösung der Struktur: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1994). Verfeinerung der Struktur: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Zeichenprogramme: *SCHAKAL92* (Keller, 1992), *ORTEP* (Davenport, Hall & Dreissig, 1990). Programme zur Berechnung der geometrischen Daten: *ORFFE4* (Busing *et al.*, 1976), *PARST95* (Nardelli, 1995).

Diese Arbeit wurde finanziell durch den Verband der Chemischen Industrie gefördert. FC und WT danken ferner Herrn Prof. Dr Naumann für die finanzielle Unterstützung der präparativen Arbeiten und für wertvolle Diskussionen.

Die Listen der Strukturparameter, anisotropen Verschiebungsparameter, H-Atom Koordinaten, und vollständigen geometrischen Daten sind bei der IUCr (Aktenzeichen: SK1002) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Literatur

- Allen, F. H., Kennard, O. & Taylor, R. (1983). *Acc. Chem. Res.* **16**, 146–153.
- Altomare, A., Burla, M. C., Camalli, M., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A. & Polidori, G. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
- Biltz, W. (1934). *Raumchemie der festen Stoffe*. Leipzig: Leopold Voss.
- Busing, W. R., Martin, K. O., Levy, H. A., Brown, G. M., Johnson, C. K. & Thiessen, W. E. (1976). *ORFFE4*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Davenport, G., Hall, S. & Dreissig, W. (1990). *Xtal3.0 Reference Manual*, herausgegeben von S. R. Hall & J. M. Stewart. Universität Western Australia, Australia, und Maryland, VStA.
- Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
- Erker, G., Albrecht, M., Krüger, C. & Werner, S. (1992). *J. Am. Chem. Soc.* **114**, 8531–8536.
- Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
- Karipides, A., Forman, C., Thomas, R. H. P. & Reed, A. T. (1974). *Inorg. Chem.* **13**, 811–815.
- Karipides, A. & Foerst, B. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3494–3496.
- Keller, E. (1992). *SCHAKAL92. Program for the Graphic Representation of Molecular and Crystallographic Models*. Universität Freiburg, Deutschland.
- Lee, B., Pennington, W. T., Laske, J. A. & Robinson, G. H. (1990). *Organometallics*, **9**, 2864–2865.
- Ludovici, K., Tyrra, W. & Naumann, D. (1992). *J. Organomet. Chem.* **441**, 363–371.
- Murray, H. H., Fackler, J. P., Porter, L. C., Briggs, D. A., Guerra, M. A. & Lagow, R. J. (1987). *Inorg. Chem.* **26**, 357–363.
- Nardelli, M. (1995). *J. Appl. Cryst.* **28**, 659.
- North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 357–359.
- Schmidbaur, H., Gasser, O., Krüger, C. & Sekutowski, J. C. (1977). *Chem. Ber.* **110**, 3517–3527.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Universität Göttingen, Deutschland.
- Teclé, B., Ilsley, W. H. & Oliver, J. P. (1981). *Inorg. Chem.* **20**, 2335–2337.
- Trueblood, K. N. (1978). *Acta Cryst.* **A34**, 950–954.
- Uhl, W., Klinkhammer, K.-W., Layh, M. & Massa, W. (1991). *Chem. Ber.* **124**, 279–284.
- Usón, R., Laguna, A., Laguna, M., Jiménez, J. & Jones, P. G. (1991). *Angew. Chem.* **103**, 190–191; *Angew. Chem. Int. Ed. Eng.* **30**, 198–199.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 1666–1668

Redetermination of [(μ -OEt)₂{SnCl₃(EtOH)}₂]

ANTHONY R. J. GENGE, WILLIAM LEVASON AND GILLIAN REID*

Department of Chemistry, University of Southampton, Highfield, Southampton SO17 1BJ, England. E-mail: gr@soton.ac.uk

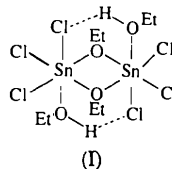
(Received 9 January 1996; accepted 27 February 1996)

Abstract

The structure of neutral di- μ -ethanolato-bis[trichloro(ethanol)tin], [Sn₂Cl₆(C₂H₅O)₂(C₂H₆O)₂], has been re-determined and shows the dimer lying across a crystallographic inversion centre, giving an edge-shared bioctahedral structure, with the Sn atoms coordinated by an EtOH molecule, three terminal Cl⁻ ligands and two doubly bridging ethoxide ligands, resulting in a precisely planar Sn₂O₂ core, with bond distances Sn—Cl 2.3441 (11)–2.3947 (12), Sn—O(1) 2.164 (3), Sn—O(2) 2.092 (3) and Sn—O(2') 2.084 (3) Å. The octahedral arrangement at each Sn atom is distorted due to hydrogen-bonding interactions between the axially coordinated EtOH molecule and an adjacent chloride ligand, H(1)···Cl(2') and H(1')···Cl(2) 2.14 Å.

Comment

During the course of our work on Group 16 complexes of tin(IV) halides, we obtained the title compound, (I), through reaction of SnCl₄ with an EtOH impurity in one of the dithioether ligands being studied. We report here a redetermination of the structure of (I).



The structure of (I) shows (Fig. 1) the dinuclear molecule lying across a crystallographic inversion centre, with each Sn^{IV} centre coordinated by a neutral EtOH ligand, three terminal Cl⁻ ligands and two μ -OEt⁻ ligands, giving a distorted edge-shared bioctahedral arrangement, with bond distances Sn(1)—Cl(1) 2.3441 (11), Sn(1)—Cl(2) 2.3947 (12), Sn(1)—Cl(3) 2.3504 (14), Sn(1)—O(1) 2.164 (3), Sn(1)—O(2) 2.092 (3) and Sn(1)—O(2') 2.084 (3) Å [symmetry code: (i) 1 - x, -y, 2 - z]. Although not significantly different from that originally reported (*R* = 0.079; Webster & Collins, 1974), this is a more accurate structure determination (*R* = 0.0247). Fur-