

**Structure de Dicarboxyl(méthyl)bis(triméthylphosphine)-
(triphénylboratonitrilométhyl)fer(II)**

PAR DARIA GINDEROW

*Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie associé au CNRS, Université P. et M. Curie, T16, 4 place Jussieu,
75320 Paris CEDEX 05, France*

(Reçu le 21 septembre 1979, accepté le 8 avril 1980)

Abstract. $[\text{Fe}(\text{CH}_3)(\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{BN})(\text{C}_3\text{H}_9\text{P})_2(\text{CO})_2]$, $\text{C}_{28}\text{H}_{36}\text{BFeNO}_2\text{P}_2$, $M_r = 547$, monoclinic, $C2/c$, $a = 33.681$ (13), $b = 8.769$ (3), $c = 23.472$ (9) Å, $\beta = 121.64$ (3)°, $Z = 8$, $V = 5902$ Å³, $d_m = 1.22$ (2), $d_x = 1.23$ (2) Mg m⁻³, $|F(000)| = 2304$, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.65$ mm⁻¹. The final R value is 0.038 for 4353 observed reflexions. The Fe atom is in octahedral coordination.

Introduction. Le composé a été synthétisé au laboratoire de Chimie Organique Industrielle de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Paris. Il présente un intérêt dans l'étude des catalyseurs de polymérisation.

Les cristaux ont la forme de parallélépipèdes transparents; ils cristallisent dans l'acétone sous azote. Le groupe spatial et les dimensions de la maille ont été déterminés par enregistrement au moyen d'une chambre de Weissenberg. Les intensités diffractées ont été mesurées sur un diffractomètre Philips 1100 équipé d'un tube à anticathode de molybdène pour les angles θ inférieurs à 28°, puis corrigées des facteurs de Lorentz et polarisation; les effets de l'absorption ont été négligés. Sur 7720 réflexions indépendantes, 4353 réflexions ont été retenues; nous avons retiré les réflexions ayant $F_o \leq 3\sigma$ et $\sin \theta/\lambda \leq 0,065$ Å⁻¹.

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd. La fonction de Patterson tridimensionnelle a permis de localiser l'atome de fer. Tous les atomes sauf les atomes d'hydrogène ont été situés par des synthèses de Fourier différence. L'affinement des coordonnées atomiques et des coefficients de température a été réalisé par la méthode des moindres carrés (matrice complète). Les facteurs de diffusion atomique introduits dans le calcul sont ceux de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) en tenant compte de la contribution de la dispersion anormale pour l'atome de fer. Avec des facteurs d'agitation thermique isotrope, sans les atomes d'hydrogène, le facteur R ($R = \sum \Delta |F_{oc}| / \sum |F_o|$) est devenu égal à 0,101 pour les 4353 réflexions retenues. D'autres sections de série différence ont permis alors de déterminer les positions des atomes d'hydrogène. Un dernier affinement avec des facteurs d'agitation thermique isotrope pour les atomes d'hydrogène et anisotrope pour les autres atomes conduit à un facteur R égal à 0,038 pour 4353

réflexions. Le Tableau 1 fournit les coordonnées finales des atomes numérotés selon la Fig. 1.*

* Les listes des facteurs de structure, les facteurs d'agitation thermique anisotrope, les distances et angles faisant intervenir les atomes d'hydrogène, les plans moyens des noyaux phényles et les angles de torsion ont été déposés au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35264: 27 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques ($\times 10^4$), écarts types et $B_{\text{éq}}$ (Å²)*

	x	y	z	$B_{\text{éq}}$
Fe	8560 (0)	2179 (1)	6107 (0)	5,6 (0)
B	8926 (1)	4725 (4)	8050 (2)	5,1 (2)
N	8856 (1)	3945 (3)	7391 (1)	5,2 (2)
P(1)	8212 (0)	509 (1)	6439 (0)	7,3 (1)
P(2)	9001 (0)	3762 (1)	5915 (0)	7,0 (1)
O(1)	7744 (1)	4147 (3)	5437 (1)	9,0 (2)
O(2)	8322 (1)	361 (4)	4939 (2)	16,3 (3)
C(1)	8063 (1)	3373 (4)	5691 (2)	5,9 (2)
C(2)	8410 (1)	1083 (4)	5393 (2)	9,4 (3)
C(3)	9144 (1)	779 (4)	6597 (2)	10,0 (4)
C(4)	8541 (2)	2 (5)	7311 (2)	11,0 (4)
C(5)	7659 (2)	1128 (5)	6315 (2)	13,6 (4)
C(6)	8054 (2)	-1305 (4)	6005 (2)	14,0 (5)
C(7)	8771 (2)	5656 (5)	5663 (3)	16,5 (6)
C(8)	9126 (2)	3185 (7)	5284 (3)	19,3 (6)
C(9)	9574 (1)	4141 (5)	6629 (2)	10,0 (4)
C(10)	8763 (1)	3267 (3)	6919 (1)	5,0 (2)
C(11)	9378 (1)	5820 (3)	8362 (1)	5,4 (2)
C(12)	9457 (1)	6810 (4)	7967 (1)	6,1 (2)
C(13)	9826 (1)	7824 (4)	8240 (2)	8,6 (3)
C(14)	10129 (1)	7898 (4)	8918 (2)	7,3 (3)
C(15)	10062 (1)	6955 (4)	9323 (2)	6,5 (2)
C(16)	9693 (1)	5937 (4)	9046 (1)	6,2 (2)
C(17)	8989 (1)	3295 (3)	8532 (1)	5,2 (2)
C(18)	9334 (1)	2219 (4)	8702 (2)	8,3 (3)
C(19)	9381 (2)	932 (4)	9080 (2)	9,5 (4)
C(20)	9082 (2)	718 (4)	9298 (2)	9,5 (4)
C(21)	8747 (1)	1768 (5)	9155 (2)	9,2 (4)
C(22)	8699 (1)	3047 (4)	8777 (2)	6,9 (3)
C(23)	8459 (1)	5722 (3)	7824 (1)	5,8 (2)
C(24)	8462 (1)	6813 (4)	8260 (2)	7,2 (2)
C(25)	8071 (1)	7654 (4)	8101 (2)	10,3 (3)
C(26)	7664 (1)	7462 (4)	7505 (2)	10,1 (3)
C(27)	7648 (1)	6409 (4)	7063 (2)	7,5 (3)
C(28)	8043 (1)	5563 (4)	7226 (2)	6,7 (2)

Tableau 2. Valeurs des distances interatomiques (Å) et des angles (°) avec leurs écarts types

Fe-P(1)	2,256 (1)	P(1)-Fe-P(2)	171,80 (4)	B-N	1,592 (4)	N-B-C(11)	108,6 (2)
Fe-P(2)	2,245 (1)	P(1)-Fe-C(1)	93,5 (1)	B-C(11)	1,615 (5)	N-B-C(17)	104,1 (2)
Fe-C(1)	1,772 (4)	P(1)-Fe-C(2)	91,9 (1)	B-C(17)	1,627 (4)	N-B-C(23)	106,9 (2)
Fe-C(2)	1,759 (4)	P(1)-Fe-C(3)	86,4 (1)	B-C(23)	1,625 (5)	C(11)-B-C(17)	113,2 (3)
Fe-C(3)	2,079 (5)	P(1)-Fe-C(10)	87,58 (9)			C(11)-B-C(23)	110,4 (3)
Fe-C(10)	1,910 (3)	P(2)-Fe-C(1)	93,3 (1)			C(17)-B-C(23)	113,2 (3)
		P(2)-Fe-C(2)	92,1 (1)	C(11)-C(12)	1,394 (4)	B-C(11)-C(12)	122,2 (3)
		P(2)-Fe-C(3)	86,8 (1)	C(12)-C(13)	1,381 (5)	C(11)-C(12)-C(13)	122,1 (3)
		P(2)-Fe-C(10)	87,91 (9)	C(13)-C(14)	1,369 (5)	C(12)-C(13)-C(14)	120,7 (4)
		C(1)-Fe-C(2)	94,7 (2)	C(14)-C(15)	1,366 (5)	C(13)-C(14)-C(15)	119,0 (4)
		C(1)-Fe-C(3)	179,8 (2)	C(15)-C(16)	1,384 (5)	C(14)-C(15)-C(16)	119,9 (3)
		C(1)-Fe-C(10)	89,6 (1)	C(16)-C(11)	1,388 (4)	C(15)-C(16)-C(11)	123,1 (3)
		C(2)-Fe-C(3)	85,5 (2)	C(17)-C(18)	1,384 (5)	C(16)-C(17)-B	122,4 (3)
		C(2)-Fe-C(10)	175,7 (2)	C(18)-C(19)	1,393 (5)	B-C(17)-C(18)	120,7 (3)
		C(3)-Fe-C(10)	90,2 (1)	C(19)-C(20)	1,359 (8)	C(17)-C(18)-C(19)	122,2 (4)
C(10)-N	1,146 (4)	C(10)-N-B	170,9 (3)	C(20)-C(21)	1,356 (7)	C(18)-C(19)-C(20)	119,6 (4)
C(1)-O(1)	1,139 (5)	Fe-C(1)-O(1)	178,5 (3)	C(21)-C(22)	1,386 (5)	C(19)-C(20)-C(21)	119,9 (4)
C(2)-O(2)	1,137 (5)	Fe-C(2)-O(2)	178,6 (4)	C(22)-C(17)	1,388 (5)	C(20)-C(21)-C(22)	120,7 (4)
P(1)-C(4)	1,798 (4)	Fe-P(1)-C(4)	115,6 (2)	C(23)-C(24)	1,398 (4)	C(21)-C(22)-C(17)	121,4 (3)
P(1)-C(5)	1,811 (6)	Fe-P(1)-C(5)	115,3 (2)	C(24)-C(25)	1,378 (6)	C(22)-C(17)-B	123,0 (3)
P(1)-C(6)	1,811 (4)	Fe-P(1)-C(6)	115,3 (2)	C(25)-C(26)	1,360 (6)	B-C(22)-C(17)	119,8 (3)
		C(4)-P(1)-C(5)	103,0 (2)	C(26)-C(27)	1,369 (6)	C(23)-C(24)-C(25)	122,0 (3)
		C(4)-P(1)-C(6)	104,3 (2)	C(27)-C(28)	1,390 (6)	C(24)-C(25)-C(26)	121,1 (4)
		C(5)-P(1)-C(6)	101,5 (2)	C(28)-C(23)	1,375 (5)	C(25)-C(26)-C(27)	118,7 (4)
P(2)-C(7)	1,796 (5)	Fe-P(2)-C(7)	114,9 (2)			C(26)-C(27)-C(28)	120,0 (4)
P(2)-C(8)	1,810 (6)	Fe-P(2)-C(8)	116,9 (2)			C(27)-C(28)-C(23)	122,9 (3)
P(2)-C(9)	1,802 (5)	Fe-P(2)-C(9)	115,2 (2)			C(28)-C(23)-B	124,9 (3)
		C(7)-P(2)-C(8)	103,6 (3)				
		C(7)-P(2)-C(9)	101,6 (2)				
		C(8)-P(2)-C(9)	102,6 (2)				

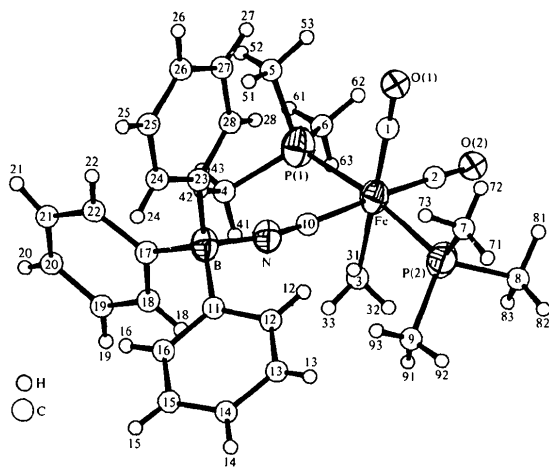


Fig. 1. Conformation moléculaire et numérotation des atomes.

Discussion. Le polyèdre de coordination de l'atome de fer est un octaèdre. Les distances trouvées (Tableau 2) sont conformes pour l'ensemble Fe-C≡O et Fe-C-N-B à celles publiées par Laing, Kruger & Dupreez (1974) pour le composé [Fe(π-C₅H₅){CNB(C₆H₅)₃}(CO)₂] soit Fe-CO 1,78; C≡O 1,12; Fe-C 1,89; C-N 1,14; N-B 1,59 Å, il en est de même pour les distances de l'atome de bore aux atomes de carbone des trois groupements phényle soit 1,63 Å.

La cohésion cristalline est assurée par les forces de van der Waals.

L'auteur remercie M. Pankowski de lui avoir proposé cette étude et fourni les cristaux.

Références

- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press.
 LAING, M., KRUGER, G. & DUPREEZ, A. L. (1974). *J. Organomet. Chem.* **82**, C40-C42.