

Journal of Organometallic Chemistry, 178 (1979) 301–308
 © Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

KRISTALL- UND MOLEKÜLSTRUKTUR VON HEXAPHENYLDISTANNYLSELENID $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$

BERNT KREBS* und HANS-JÜRGEN JACOBSEN

*Anorganisch-chemisches Institut der Universität Münster, Gievenbecker Weg 9, D-4400
 Münster (B.R.D.)*

(Eingegangen den 21. März 1979)

Summary

The crystal and molecular structure of hexaphenylditin selenide $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$ was determined by X-ray diffraction data and was refined to $R = 0.055$. The compound is monoclinic, space group $P2_1$, with $a = 9.950(4)$, $b = 18.650(7)$, $c = 18.066(6)$ Å, $\beta = 106.81(4)^\circ$, $Z = 4$. The two molecules in the asymmetric unit differ slightly in their conformations, both having approximate C_2 symmetry. Bond lengths and angles are: Sn—Se 2.526 (2.521(3)–2.538(3)) Å; Sn—C 2.138 (2.107(16)–2.168(19)) Å; Sn—Se—Sn 103.4(1)°, 105.2(1)°. There are only slight angular distortions at the $SnSeC_3$ tetrahedra (Se—Sn—C angles: 104.3(5)–114.8(4)°). The bond data indicate essentially single bonds around the Sn atoms.

Zusammenfassung

Die Kristall- und Molekülstruktur von Hexaphenyldistannylselenid $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$ wurde aus Röntgen-Diffraktometerdaten bestimmt und bis $R = 0.055$ verfeinert. Die Verbindung ist monoklin, Raumgruppe $P2_1$, mit $a = 9.950(4)$, $b = 18.650(7)$, $c = 18.066(6)$ Å, $\beta = 106.81(4)^\circ$, $Z = 4$. Die zwei Moleküle in der asymmetrischen Einheit unterscheiden sich etwas in ihren Konformationen, haben aber beide angenäherte C_2 -Symmetrie. Bindungslängen und -winkel sind: Sn—Se 2.526 (2.521(3)–2.538(3)) Å; Sn—C 2.138 (2.107(16)–2.168(19)) Å; Sn—Se—Sn 103.4(1)°, 105.2(1)°. Die $SnSeC_3$ -Tetraeder sind nur wenig verzerrt (Se—Sn—C-Winkel: 104.3(5)–114.8(4)°). Alle Bindungen am Sn sind im wesentlichen als Einfachbindungen anzusehen.

Einleitung

In der Reihe der heterosubstituierten Etheranaloga spielen die Bis(triorganometall)chalkogenide des Typs R_3MXMR_3 mit $R = \text{Alkyl, Aryl}$; $M = \text{Ge, Sn, Pb}$;

X = S, Se, Te eine wichtige Rolle. Sie sind auf verschiedenen Wegen zugänglich, z.B. durch Reaktion von Triorganylmetallhalogeniden R_3MHal mit Sulfiden [1–3], durch Umsetzung von R_3MHal mit Lithium- oder Natrium-triorganylmetallchalkogeniden $R_3MXLi(Na)$ [4, sowie dort zit. Lit.] [5–7] oder durch Austauschreaktionen der Ether R_3MOMR_3 , z.B. mit H_2S , Na_2S oder COS und CS_2 [8–11]. Die Selenverbindungen und die gemischt-substituierten Vertreter ($M \neq M'$) in dieser Reihe sind besonders durch die Arbeiten von Schumann und Schmidt erschlossen worden [z.B. 4–6].

Strukturuntersuchungen über diese Verbindungsklasse sind mit Ausnahme einer soeben erschienenen Publikation über $(C_6H_5)_3SnSSn(C_6H_5)_3$ [12] und einiger Daten zur Struktur des fehlgeordneten $(C_6H_5)_3SnSPb(C_6H_5)_3$ [13] nicht bekannt. Im Rahmen unserer Arbeiten über Strukturchemie und Bindungsverhältnisse in Chalkogenostannaten [z.B. 14–17] und in wichtigen Ge- und Sn-organischen Chalkogenverbindungen [18–20] berichten wir im folgenden über die vollständige Strukturanalyse des $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$ im kristallinen Zustand.

Experimentelles, Elementarzelle, Strukturbestimmung

Hexaphenyldistannylselenid wurde in Anlehnung an die Vorschrift von Schmidt und Ruf [2] durch Umsetzung stöchiometrischer Mengen von Natriumselenid und Triphenylzinnchlorid dargestellt. Nach Umkristallisieren aus 96% Ethanol wurden farblose, farnartig vernetzte blättchenförmige Kristalle (Fp. $148^\circ C$) analysenrein erhalten.

Die Verbindung kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1$ mit den durch Diffraktometermessungen (15 Reflexe) verfeinerten Gitterkonstanten ($22^\circ C$): $a = 9.950(4)$, $b = 18.650(7)$, $c = 18.066(6)$ Å, $\beta = 106.81(4)^\circ$, $V = 3209$ Å³. Mit $Z = 4$ Molekülen/Elementarzelle ergibt sich eine theoretische Dichte von 1.612 g cm⁻³, während nach der Schwebemethode experimentell ein Wert von $1.62(2)$ g cm⁻³ ermittelt wurde. Die Raumgruppe ergab sich aus den systematischen Auslöschungen $0k0$, $k \neq 2n$; die damit ebenfalls vereinbare Raumgruppe $P2_1/m$ konnte durch eine Intensitätsstatistik ausgeschlossen werden.

Für die Strukturanalyse wurden an einem Kristall mit den Abmessungen von ca. $0.08 \times 0.15 \times 0.12$ mm³ auf einem Syntex $P2_1$ -Vierkreisdiffraktometer (Mo- K_α -Strahlung, $\lambda = 0.71069$ Å, Graphit-Monochromator, $\omega - 2\theta$ -Messung) die Intensitäten von 5621 unabhängigen Reflexen bis $(\sin \theta)/\lambda = 0.57$ Å⁻¹ gemessen. Von ihnen wurden 2365 Reflexe mit $I < 1.96\sigma(I)$ als nicht beobachtet behandelt. Ihnen wurde das Gewicht $w = 0$ zugeordnet. Auf eine Absorptionskorrektur konnte verzichtet werden ($\mu = 32.6$ cm⁻¹). Die Struktur wurde durch Interpretation der dreidimensionalen Patterson-Funktion gelöst, wobei zunächst die Sn- und Se-Atome der beiden Moleküle in der asymmetrischen Einheit ermittelt wurden; die Koordinaten der C-Atome wurden sukzessiven ΔF -Synthesen entnommen. Die Kleinste-Quadrate-Verfeinerung (volle Matrix, 343 Variable) mit anisotropen Temperaturfaktoren für Sn und Se sowie isotropen B -Werten für die C-Atome ergab abschliessende R -Faktoren von $R_1 = \Sigma(|F_o| - |F_c|)/\Sigma|F_o| = 0.055$, $R_2 = [\Sigma w(|F_o| - |F_c|)^2/\Sigma w F_o^2]^{1/2} = 0.049$ für die 3256 beobachteten Reflexe. Eine Verfeinerung der C-Atome mit anisotropen Temperaturfaktoren erschien nach den statistischen Kriterien von Hamilton [21]

(Fortsetzung s.S. 305)

TABELLE 1

(C₆H₅)₃SnSeSn(C₆H₅)₃: ATOMKOORDINATEN UND ANISOTROPE TEMPERATURPARAMETER DER Sn- UND Se-ATOME (IN KLAMMERN: STANDARD-ABWEICHUNGEN)^a

x	y	z	B ₁₁	B ₂₂	B ₃₃	B ₁₂	B ₁₃	B ₂₃
Sn(1)	0.60835(10)	0.20900	0.11418(5)	3.20(5)	3.86(6)	-0.09(5)	0.80(5)	-0.03(5)
Sn(2)	0.71515(12)	0.19364(9)	-0.08001(6)	3.84(7)	4.74(6)	-0.32(6)	1.86(5)	-0.11(6)
Sn(3)	0.6551(12)	0.39762(9)	0.42900(6)	4.00(7)	3.77(6)	-0.33(6)	0.65(5)	-0.08(5)
Sn(4)	0.40780(12)	0.44787(9)	0.60300(7)	4.27(7)	4.35(7)	-0.39(6)	1.08(5)	-0.43(6)
Se(1)	0.76695(19)	0.14089(11)	0.05395(10)	6.23(12)	4.86(10)	1.73(10)	2.32(9)	0.98(9)
Se(2)	0.22640(18)	0.50106(12)	0.48839(10)	4.14(11)	5.13(10)	-1.06(9)	-0.51(9)	0.27(8)

^a Die anisotropen Temperaturfaktoren sind definiert als: $\exp[-1/4(B_{11}h^2 + B_{22}k^2 + B_{33}l^2 + 2B_{12}hk + 2B_{13}hl + 2B_{23}kl)]$.

TABELLE 2

(C₆H₅)₃SnSeSn(C₆H₅)₃: ATOMKOORDINATEN UND ISOTROPE TEMPERATURFAKTOREN DER C-ATOME

	x	y	z	B
C(1)	0.4022(15)	0.1610(8)	0.0890(8)	3.7(4)
C(2)	0.3611(16)	0.1393(9)	0.1517(9)	4.9(4)
C(3)	0.2239(20)	0.1088(9)	0.1361(11)	6.5(5)
C(4)	0.1411(20)	0.1041(10)	0.0624(12)	6.9(5)
C(5)	0.1893(19)	0.1239(10)	0.0001(11)	6.6(5)
C(6)	0.3249(18)	0.1537(9)	0.0119(10)	5.6(4)
C(7)	0.6993(14)	0.2050(9)	0.2350(7)	3.7(3)
C(8)	0.6694(14)	0.2603(8)	0.2800(8)	3.4(3)
C(9)	0.7166(16)	0.2580(8)	0.3609(8)	4.1(4)
C(10)	0.7898(15)	0.1944(10)	0.3961(8)	4.4(4)
C(11)	0.8193(17)	0.1396(9)	0.3559(9)	5.0(4)
C(12)	0.7724(16)	0.1456(9)	0.2741(8)	4.3(4)
C(13)	0.5906(17)	0.3213(8)	0.0819(8)	4.2(4)
C(14)	0.4626(19)	0.3553(11)	0.0655(10)	6.5(5)
C(15)	0.4551(20)	0.4282(11)	0.0530(10)	6.6(5)
C(16)	0.5708(21)	0.4673(10)	0.0525(10)	6.9(5)
C(17)	0.6971(19)	0.4335(11)	0.0682(10)	6.6(5)
C(18)	0.7088(19)	0.3596(11)	0.0868(10)	6.0(5)
C(19)	0.8304(20)	0.2929(10)	-0.0766(11)	5.7(5)
C(20)	0.9534(20)	0.3011(10)	-0.0202(11)	6.8(5)
C(21)	0.0317(19)	0.3658(10)	-0.0204(10)	6.6(5)
C(22)	0.9772(21)	0.4168(11)	-0.0747(11)	7.3(5)
C(23)	0.8483(24)	0.4096(11)	-0.1248(11)	9.2(7)
C(24)	0.7703(23)	0.3450(12)	-0.1299(12)	8.8(6)
C(25)	0.7905(16)	0.1160(8)	-0.1441(9)	4.0(4)
C(26)	0.8368(19)	0.0496(11)	-0.1166(10)	6.0(5)
C(27)	0.8981(23)	0.0026(12)	-0.1596(13)	9.9(7)
C(28)	0.9130(22)	0.0200(11)	-0.2296(12)	8.4(6)
C(29)	0.8639(23)	0.0894(13)	-0.2615(12)	9.3(6)
C(30)	0.8083(19)	0.1366(11)	-0.2152(11)	8.0(6)
C(31)	0.4967(15)	0.2045(10)	-0.1334(8)	5.2(4)
C(32)	0.4184(16)	0.2624(10)	-0.1248(9)	5.3(4)
C(33)	0.2769(23)	0.2669(12)	-0.1529(12)	8.2(6)
C(34)	0.2054(19)	0.2097(12)	-0.1900(10)	7.2(5)
C(35)	0.2773(20)	0.1479(11)	-0.1992(11)	6.8(5)
C(36)	0.4201(18)	0.1429(9)	-0.1670(9)	5.2(4)
C(37)	0.0556(17)	0.3164(9)	0.5083(9)	4.6(4)
C(38)	-0.0336(21)	0.3173(11)	0.5563(11)	7.8(5)
C(39)	-0.0500(21)	0.2618(12)	0.6045(11)	8.4(6)
C(40)	0.0295(22)	0.2035(14)	0.6060(12)	9.1(6)
C(41)	0.1176(18)	0.1942(11)	0.5567(11)	8.1(6)
C(42)	0.1311(15)	0.2532(10)	0.5095(9)	5.3(4)
C(43)	0.1345(16)	0.3533(8)	0.3387(8)	3.6(4)
C(44)	0.0495(15)	0.3026(8)	0.2892(8)	3.7(4)
C(45)	0.0854(17)	0.2767(9)	0.2246(9)	5.2(4)
C(46)	0.2177(19)	0.2977(11)	0.2130(11)	7.3(5)
C(47)	0.3035(19)	0.3468(10)	0.2657(11)	6.8(5)
C(48)	0.2626(17)	0.3741(9)	0.3294(9)	5.4(4)
C(49)	-0.1374(16)	0.4439(9)	0.3840(9)	4.7(4)
C(50)	-0.2084(16)	0.4388(9)	0.3087(9)	4.7(4)
C(51)	-0.3484(18)	0.4672(10)	0.2812(11)	6.5(5)
C(52)	-0.4078(17)	0.5019(10)	0.3304(10)	5.4(4)
C(53)	-0.3373(20)	0.5110(10)	0.4074(10)	6.5(5)
C(54)	-0.1966(18)	0.4839(9)	0.4315(9)	5.7(4)
C(55)	0.4668(16)	0.3390(9)	0.5872(9)	4.4(4)
C(56)	0.5119(17)	0.3172(9)	0.5246(10)	5.0(4)
C(57)	0.5506(17)	0.2443(11)	0.5225(11)	6.7(5)

TABELLE 2 (continued)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
C(58)	0.5498(17)	0.1967(13)	0.5785(11)	7.9(5)
C(59)	0.4954(17)	0.2173(10)	0.6397(10)	6.6(5)
C(60)	0.4582(16)	0.2914(9)	0.6454(9)	5.0(4)
C(61)	0.5877(17)	0.5174(9)	0.6201(8)	4.5(4)
C(62)	0.5648(17)	0.5931(10)	0.6213(10)	6.2(5)
C(63)	0.6855(20)	0.6386(10)	0.6378(10)	6.6(5)
C(64)	0.8155(21)	0.6104(11)	0.6461(10)	7.0(5)
C(65)	0.8334(21)	0.5365(11)	0.6435(11)	6.9(5)
C(66)	0.7212(18)	0.4857(9)	0.6331(9)	5.3(4)
C(67)	0.3363(17)	0.4563(9)	0.7037(8)	4.4(4)
C(68)	0.4404(16)	0.4747(8)	0.7738(9)	4.8(4)
C(69)	0.4011(18)	0.4831(10)	0.8409(9)	5.9(5)
C(70)	0.2597(17)	0.4680(9)	0.8399(9)	5.3(4)
C(71)	0.1602(18)	0.4475(10)	0.7745(10)	6.4(4)
C(72)	0.2013(16)	0.4392(8)	0.7045(8)	4.3(4)

nicht sinnvoll, da sie bestenfalls zu einer *R*-Wert-Verbesserung um 0.003–0.004 führte. Als Gewichtsschema wurde verwendet: $1/w = [\sigma(F_0)]^2 + (0.01|F_0|)^2$ mit $\sigma(F_0) = \sigma(I)/(2|F_0|Lp)$ mit *I* = Netto-Intensität; *Lp* = Lorentz- und Polarisationsfaktor. Die Atomformfaktoren für Sn, Se und C wurden den International Tables [22] entnommen. Für Sn und Se wurden die Streufaktoren auf anomale Dispersion korrigiert. Die absolute Konfiguration ergab sich durch Vergleich der *R*-Faktoren beider Enantiomeren für den gesamten Datensatz (0.055/0.058). Für die Rechnungen (IBM 360/158 und Data General Nova 1200) wurden teilweise modifizierte Programme des Syntex XTL-Systems und das Programm ORTEP von C. Johnson verwendet. In Tab. 1 und Tab. 2 sind die abschliessenden Koordinaten und Temperaturparameter zusammengefasst. Die Liste der Strukturamplituden, ebenso wie eine Tabelle der C–C-Abstände und C(Sn)–C–C-Winkel (s.u.), kann bei den Autoren (B.K.) angefordert werden.

Ergebnisse und Diskussion

Die Elementarzelle der Struktur des $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$ ist in Fig. 1 mit den Bezeichnungen der Sn-, Se- und α -C-Atome wiedergegeben. Die asymmetrische Einheit enthält zwei unabhängige Moleküle. Die Bindungslängen und Bindungswinkel in den Gerüsten beider Moleküle sind in Tab. 3 zusammengefasst. Wie die Daten und Fig. 1 zeigen, sind beim Vergleich kaum signifikante Unterschiede festzustellen. Die in bezug auf die Bindungswinkel fast regulär tetraedrischen $SeSnC_3$ -Gruppierungen mit mittleren Sn–C-Bindungslängen von 2.138(7) Å sind über eine stark gewinkelte Sn–Se–Sn-Brücke (mittlerer Bindungswinkel 104.3(1)°) zu einem Molekül mit angenäherter C_2 -Symmetrie verbunden. Die Sn–C-Abstände entsprechen in guter Näherung den für Sn(sp^3)–C(sp^2) zu erwartenden Werten. Die Sn–Se–Sn-Winkel sind, offenbar durch sterische Effekte der voluminösen Phenylringe, signifikant grösser als die Werte von 100.9(1)° im Sn_3Se_3 -Sechsring des $[(CH_3)_2SnSe]_3$ [19], jedoch deutlich kleiner als der Sn–S–Sn-Winkel von 107.4(1)° im homologen $(C_6H_5)_3SnSSn(C_6H_5)_3$ [12] und der Wert für Sn–S–Pd (107(1)°) im $(C_6H_5)_3SnSPb(C_6H_5)_3$

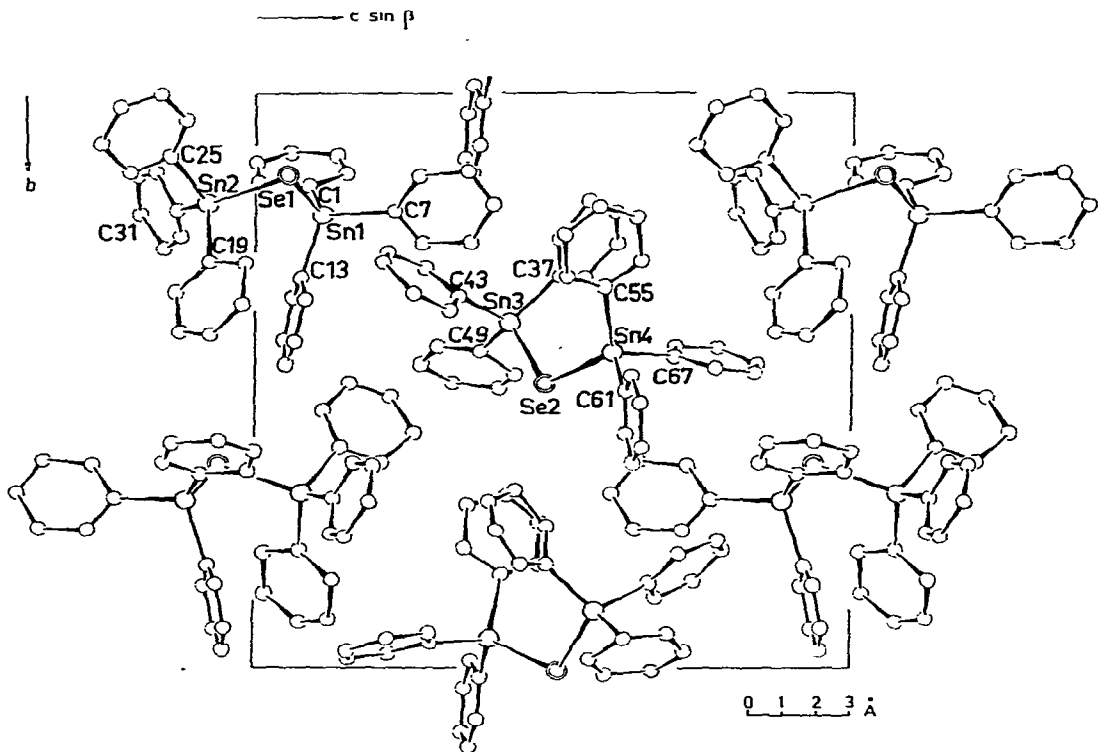


Fig. 1. $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$: Projektion der Elementarzelle parallel [100] mit Bezeichnung der Sn-, Se- und α -C-Atome.

[13]. Der Vergleich der mittleren Sn—Se-Bindungslänge von $2.526(4) \text{ \AA}$, für den bisher nur wenig Literaturdaten zur Verfügung stehen, zeigt gute Übereinstimmung mit den beobachteten Werten im $[(CH_3)_2SnSe]_3$ (Mittelwert $2.531(7) \text{ \AA}$ [19]), im viergliedrigen Ring des $[(t-Bu)_2SnSe]_2$ (2.55 \AA [23]) oder im $SnSe_4^{4-}$ -Ion des $Na_4SnSe_4 \cdot 16 H_2O$ (Mw. $2.515(6) \text{ \AA}$) [17]. Dies entspricht etwa dem zu erwartenden Einfachbindungswert und zeigt, dass weder in Organozinn-Selenverbindungen noch in Selenostannaten signifikante Sn—Se- π -Bindungsanteile zu erwarten sind und dass in diesem Bindungstyp, abgesehen von sterischen Effekten, von weitgehend konstanten Bindungsverhältnissen ausgegangen werden kann. Der leicht erhöhte Wert für $d(SnSe)$ im $[(t-Bu)_2SnSe]_2$ kann auf die unterschiedliche Geometrie des σ -Gerüsts (höhere p -Anteile im gespannten Vierring) zurückgeführt werden. Der mittlere C—C-Bindungsabstand in den innerhalb der Fehlergrenzen regulären und planaren Phenylringen beträgt $1.395(4) \text{ \AA}$; da die (hier aus Raumgründen nicht tabellierten) Einzelwerte mit grossen Standardfehlern behaftet sind (beobachtete Extremwerte $1.34(4)$ und $1.44(3) \text{ \AA}$), ist eine Diskussion möglicher Differenzen nicht sinnvoll. Das gleiche gilt für die C(Sn)—C—C-Winkel, die zwischen $115(2)^\circ$ und $126(2)^\circ$ beobachtet werden.

Die Analyse der Konformation beider (chiralen) Moleküle zeigt eine sehr ähnliche Anordnung des zentralen $C_3SnSeSnC_3$ -Gerüsts; die berechneten Torsionswinkel weisen auf eine (–)- bzw. (+)-synclinale Konformation hin,

TABELLE 3

 $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$: BINDUNGSLÄNGEN (Å) UND VALENZWINKEL (°)

Sn(1)—Se(1)	2.521(3)	Sn(1)—Se(1)—Sn(2)	103.4(1)
Sn(2)—Se(1)	2.522(3)	Sn(3)—Se(2)—Sn(4)	105.2(1)
Sn(3)—Se(2)	2.538(3)	Mittelwert	104.3
Sn(4)—Se(2)	2.523(3)		
Mittelwert	2.526		
Sn(1)—C(1)	2.163(15)	Se(1)—Sn(1)—C(1)	112.4(4)
Sn(1)—C(7)	2.109(12)	Se(1)—Sn(1)—C(7)	107.1(4)
Sn(1)—C(13)	2.167(16)	Se(1)—Sn(1)—C(13)	112.5(4)
		C(1)—Sn(1)—C(7)	107.5(7)
		C(1)—Sn(1)—C(13)	110.2(7)
		C(7)—Sn(1)—C(13)	106.8(8)
Sn(2)—C(19)	2.168(19)	Se(1)—Sn(2)—C(19)	110.0(5)
Sn(2)—C(25)	2.132(16)	Se(1)—Sn(2)—C(25)	104.3(5)
Sn(2)—C(31)	2.118(16)	Se(1)—Sn(2)—C(31)	112.3(5)
		C(19)—Sn(2)—C(25)	109.3(8)
		C(19)—Sn(2)—C(31)	113.4(8)
		C(25)—Sn(2)—C(31)	107.1(8)
Sn(3)—C(37)	2.107(16)	Se(2)—Sn(3)—C(37)	114.0(4)
Sn(3)—C(43)	2.115(15)	Se(2)—Sn(3)—C(43)	108.6(4)
Sn(3)—C(49)	2.129(17)	Se(2)—Sn(3)—C(49)	105.4(4)
		C(37)—Sn(3)—C(43)	109.5(8)
		C(37)—Sn(3)—C(49)	109.0(8)
		C(43)—Sn(3)—C(49)	110.3(8)
Sn(4)—C(55)	2.156(15)	Se(2)—Sn(4)—C(55)	114.8(4)
Sn(4)—C(61)	2.159(17)	Se(2)—Sn(4)—C(61)	104.4(4)
Sn(4)—C(67)	2.142(16)	Se(2)—Sn(4)—C(67)	109.5(4)
Mittelwert	2.138	C(55)—Sn(4)—C(61)	109.8(8)
		C(55)—Sn(4)—C(67)	110.6(8)
		C(61)—Sn(4)—C(67)	107.4(8)

wobei Molekül 2 als Enantiomeres von Molekül 1 anzusehen ist. Die Torsionswinkel sind in Tab. 4 zusammengefasst. Die Werte zeigen z.B., dass die sterische Abstossung der Phenylringe an C(1), C(13), C(19) und C(31) einerseits und C(37), C(43), C(55), C(67) andererseits untereinander sich in der signifikanten Vergrößerung der Torsionswinkel-Differenzen (1)/(3), (4)/(6), (7)/(9) und (10)/(12) über den "normalen" Wert 120° hinaus äussert. Auch die (hier nicht

TABELLE 4

 $(C_6H_5)_3SnSeSn(C_6H_5)_3$: TORSIONSWINKEL (°) (STANDARDFEHLER CA. 0.5°)

Sn(2)—Se(1)—Sn(1)—C(1)	+86.6	(1)
Sn(2)—Se(1)—Sn(1)—C(7)	-155.7	(2)
Sn(2)—Se(1)—Sn(1)—C(13)	-38.6	(3)
Sn(1)—Se(1)—Sn(2)—C(19)	+82.1	(4)
Sn(1)—Se(1)—Sn(2)—C(25)	-160.8	(5)
Sn(1)—Se(1)—Sn(2)—C(31)	-45.1	(6)
Sn(4)—Se(2)—Sn(3)—C(43)	-95.1	(7)
Sn(4)—Se(2)—Sn(3)—C(49)	+146.7	(8)
Sn(4)—Se(2)—Sn(3)—C(37)	+27.2	(9)
Sn(3)—Se(2)—Sn(4)—C(67)	-89.8	(10)
Sn(3)—Se(2)—Sn(4)—C(61)	+155.0	(11)
Sn(3)—Se(2)—Sn(4)—C(55)	+34.8	(12)

quantitativ analysierte) konformative Anordnung der Phenylringe in bezug auf ihre Rotation um die Sn—C-Bindungen ist in beiden Molekülen sehr ähnlich.

Dank

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung unserer Arbeit.

Literatur

- 1 K. Burschkies, *Chem. Ber.*, **69** (1936) 1143.
- 2 M. Schmidt und H. Ruf, *Chem. Ber.*, **96** (1963) 784.
- 3 C.W.N. Cumper, A. Melnikoff und A.I. Vogel, *J. Chem. Soc. A.* (1966) 242.
- 4 H. Schumann und M. Schmidt, *Angew. Chem.*, **77** (1965), 1049.
- 5 I. Ruidisch und M. Schmidt, *J. Organometal. Chem.*, **1** (1963) 160.
- 6 H. Schumann, K.F. Thom und M. Schmidt, *J. Organometal. Chem.*, (a) **1** (1963) 167; (b) **2** (1964) 361 (c) **4** (1965) 22; (d) **4** (1965) 28.
- 7 M.C. Henry und W.E. Davidson, *J. Org. Chem.*, **27** (1962) 2252.
- 8 G.Š. Sasin, *J. Org. Chem.*, **18** (1953) 1142.
- 9 W.T. Reichle, *Inorg. Chem.*, **1** (1962) 650.
- 10 E.J. Kupchik und P.J. Calabretta, *Inorg. Chem.*, **3** (1964) 905.
- 11 M. Wieber und G. Schwarzmann, *Monatsh. Chem.*, **99** (1968) 255.
- 12 O.A. Dyachenko, A.B. Zolotoi, L.O. Atovmyan, R.G. Mirskov und M.G. Voronkov, *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, **237** (1977) 863.
- 13 H. Schumann und P. Reich, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **377** (1970) 63; E. Hellner, unveröffentlicht.
- 14 B. Krebs und W. Schiwy, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **398** (1973) 63.
- 15 W. Schiwy, S. Pohl und B. Krebs, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **402** (1973) 77.
- 16 W. Schiwy, Ch. Blatau, D. Gähje und B. Krebs, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **412** (1975) 1.
- 17 B. Krebs und H.-U. Hürter, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, (im Druck).
- 18 H.-J. Jacobsen und B. Krebs, *J. Organometal. Chem.*, **136** (1977) 333.
- 19 M. Dräger, A. Blecher, H.-J. Jacobsen und B. Krebs, *J. Organometal. Chem.*, **161** (1978) 319.
- 20 B. Krebs und H.-J. Korte, *J. Organometal. Chem.*, (im Druck).
- 21 W.C. Hamilton, *Acta Cryst.*, **18** (1965) 502.
- 22 *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Kynoch Press, Birmingham, 1974, pp. 99 ff.
- 23 H. Puff, R. Gattermayer, R. Hundt und R. Zimmer, *Angew. Chem.*, **89** (1977) 556; *Angew. Chem. Int. Ed.*, **16** (1977) 547.