

Journal of Organometallic Chemistry, 410 (1991) 265–275
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne
 JOM 21736

Molekül- und Kristallstrukturen von 9,9-(1,2,5,6- η^4 -Cycloocta-1,5-dien)-3,6-bis(tert-butyl)dibenzoplatinol und 9,9-Bis(triphenylphosphin)-3,6-bis(trifluormethyl)dibenzoplatinol

Tony Debaerdemaeker, Robert Hohenadel und Hans-Albert Brune *

Sektion Röntgen- und Elektronenbeugung der Universität Ulm, Albert-Einstein-Allee 11, W-7900 Ulm/Donau (Deutschland)

(Eingegangen den 11. Januar 1991)

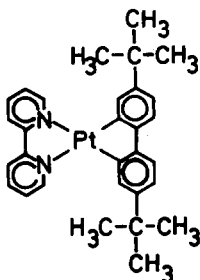
Abstract

Crystal and molecular structures of the title compounds have been determined by X-ray analysis.

Zusammenfassung

Die Kristall- und Molekülstrukturen der beiden Titelverbindungen wurden röntgenographisch bestimmt.

Im Rahmen von Untersuchungen über Zusammenhänge zwischen Molekülstrukturen und Photoreaktivität platin-organischer Verbindungen berichteten wir kürzlich [1] über die Molekülstruktur des 9,9- $[\eta^2$ -2,2'-Bipyridin]-2,7-bis(t-butyl)dibenzoplatinol (1). In dieser Verbindung waren die beiden Phenyl-Ringe des zweizähligen



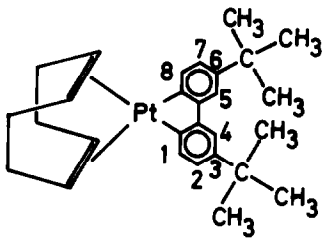
1

Biphenyl-Liganden und die beiden Pyridin-Ringe des 2,2'-Bipyridins jeweils gegeneinander verdreht; ausserdem waren zusätzlich die beiden zweibindigen

Liganden propeller-artig gegeneinander tordiert, so daß die Koordination der direkt an das Platin gebundenen Atome aus der planaren Anordnung zu einem abgeflachten Tetraeder deformiert war. Wir führten diese—angesichts der durch den Einbau der Moleküle in das Kristallgitter resultierenden Einebnungstendenz—erheblichen Deformationen auf sterische Behinderungen der einander gegenüber liegenden grossflächigen Liganden zurück. Im Verlaufe dieser Untersuchungen [2] gelang von zwei weiteren Verbindungen, in denen ebenfalls disubstituierte Biphen-2,2'-diyl-Liganden and das Platin koordiniert sind, die Co-Liganden jedoch kleiner bzw. flexibler als der Bipyridin-Ligand in 1 sind, die Gewinnung von für eine Röntgen-Strukturanalyse geeigneten Einkristallen. In diesem Zusammenhang berichten wir hier über die Strukturen von 9,9-(1,2,5,6- η^4 -Cycloocta-1,5-dien)-3,6-bis(t-butyl)dibenzoplatinol (2) und 9,9-Bis(triphenylphosphin)-3,6-bis(trifluormethyl)dibenzoplatinol (3).

Kristall- und Molekülstruktur von 9,9-(1,2,5,6- η^4 -Cycloocta-1,5-dien)-3,6-bis(t-butyl)dibenzoplatinol (2)

{(1,2,5,6- η^4 -Cycloocta-1,5-dien)-[2,2'- η^2 -(5,5'-bis-t-butyl)biphen-diyl]platin(II)}
[2]. 2 kristallisiert in der Raumgruppe $P2_1/n$ mit den Gitterkonstanten $a =$



2

19.445(3), $b = 9.088(3)$, $c = 13.549(2)$ Å; $\alpha = 90.0$, $\beta = 101.61(8)$, $\gamma = 90.0^\circ$ mit vier Formeleinheiten in der Elementarzelle. Figur 1 zeigt eine Projektion der Elementarzelle auf die a, c -Ebene und Fig. 2 die Struktur des Moleküls mit der strukturanalytischen Bezifferung der Atome; diese Bezifferung weicht von der in der chemischen Nomenklatur verwendeten (s.o.) ab. In der Tabelle 1 sind die Atomkoordinaten mit den zugehörigen Temperaturfaktoren, in der Tabelle 2 die innermolekularen Atomabstände und in der Tabelle 3 die Bindungswinkel zusammengefaßt.

Die für den Biphen-diyl-Liganden berechnete beste Ebene läßt eine starke Durchbiegung des tatsächlichen Bindungsgerüsts des Biphenyls mit Minima unter dieser Ebene an C(22) und C(14) (jeweils -0.17 Å) und einem Maximum an C(25) ($+0.14$ Å) erkennen; außerdem sind die—im Rahmen der Meßgenauigkeit—in sich ebenen Phenyl-Ringe um 12.1° entlang der C(11)–C(25)-Bindung gegeneinander verdreht. Als unmittelbare Folge der erheblichen Verbiegung tritt eine signifikante Verlängerung dieser Bindung im Vergleich mit der entsprechenden Bindung im freien Biphenyl (1.46 Å) auf. Die Bindungsabstände und -winkel innerhalb des 1,5-Cyclooctadien-Liganden stimmen innerhalb der Fehlergrenze mit den entsprechenden Werten überein, die in anderen (1,2,5,6- η^4 -Cycloocta-1,5-dien)-platin(II)-Verbindungen gemessen wurden [3–5]. Der "Chelat-Biss" des Biphen-diyl-Liganden weicht mit einem Wert von 81.4° für den Winkel C(10)–

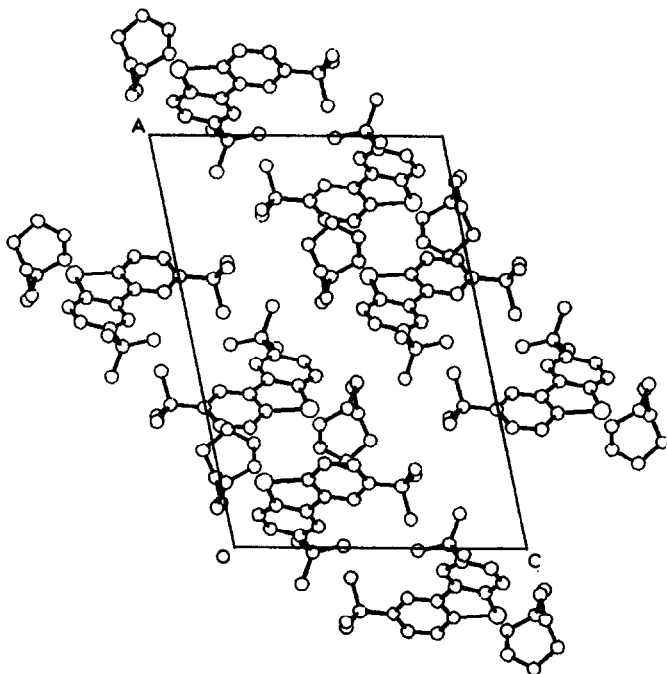


Fig. 1. Projektion der Elementarzelle von 2 auf die *a,c*-Ebene.

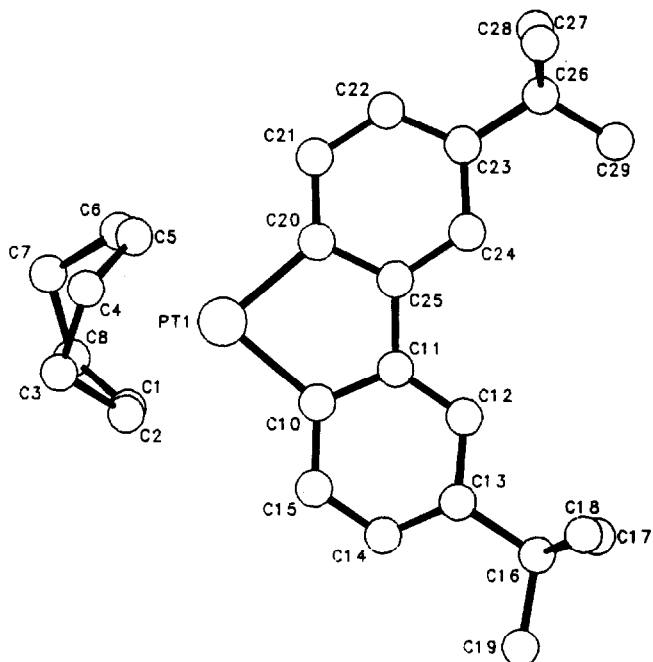


Fig. 2. Struktur des Moleküls 2.

Tabelle 1
Atomkoordinaten von 2

Atom	x	y	z	U_{eq}
Pt(1)	0.8395(1)	0.0113(1)	0.8532(1)	0.036(1)
C(1)	0.7447(5)	-0.129(1)	0.8610(8)	0.059(6)
C(2)	0.8024(5)	-0.220(1)	0.8761(8)	0.057(6)
C(3)	0.8408(7)	-0.280(1)	0.9830(9)	0.075(8)
C(4)	0.9028(6)	-0.180(1)	1.0319(8)	0.068(7)
C(5)	0.8913(5)	-0.14(1)	1.0143(7)	0.048(6)
C(6)	0.8288(5)	0.061(1)	1.0146(6)	0.040(5)
C(7)	0.7631(6)	-0.0105(9)	1.0378(9)	0.052(6)
C(8)	0.7109(5)	-0.062(1)	0.9408(7)	0.055(6)
C(10)	0.8334(5)	-0.0116(8)	0.7023(7)	0.042(5)
C(11)	0.3739(4)	0.0882(8)	0.6587(7)	0.037(5)
C(12)	0.8801(4)	0.0788(9)	0.5592(6)	0.035(4)
C(13)	0.8414(5)	-0.0282(9)	0.4969(7)	0.038(5)
C(14)	0.7982(5)	-0.120(1)	0.5366(7)	0.046(5)
C(15)	0.7941(5)	-0.114(1)	0.6363(7)	0.050(6)
C(16)	0.8476(5)	-0.035(1)	0.3858(8)	0.043(5)
C(17)	0.8200(8)	0.106(1)	0.3291(9)	0.035(9)
C(18)	0.9277(7)	-0.051(2)	0.375(1)	0.10(1)
C(19)	0.8065(3)	-0.165(1)	0.3256(9)	0.092(9)
C(20)	0.8951(4)	0.1916(9)	0.8299(6)	0.036(4)
C(21)	0.9179(4)	0.307(1)	0.8949(6)	0.042(5)
C(22)	0.9538(5)	0.4274(9)	0.8652(6)	0.039(5)
C(23)	0.9699(4)	0.438(1)	0.7696(7)	0.039(5)
C(24)	0.9473(4)	0.3206(9)	0.7006(6)	0.036(5)
C(25)	0.9096(4)	0.2012(8)	0.7304(6)	0.031(4)
C(26)	1.0111(5)	0.565(1)	0.7383(8)	0.050(6)
C(27)	1.0875(8)	0.553(2)	0.797(2)	0.16(2)
C(28)	0.986(1)	-0.290(2)	0.781(2)	0.19(2)
C(29)	0.995(1)	0.593(2)	0.628(1)	0.18(2)

Tabelle 2
Bindungsabstände in 2 (Å)

C(1)–C(2)	1.371(13)	C(1)–C(8)	1.502(14)
C(1)–Pt(1)	2.263(9)	C(2)–C(3)	1.587(14)
C(2)–Pt(1)	2.260(9)	C(3)–C(4)	1.546(15)
C(4)–C(5)	1.534(13)	C(5)–C(6)	1.395(13)
C(5)–Pt(1)	2.225(9)	C(6)–C(7)	1.521(14)
C(6)–Pt(1)	2.283(9)	C(7)–C(8)	1.562(14)
C(10)–C(11)	1.407(13)	C(10)–C(15)	1.408(11)
C(10)–Pt(1)	2.035(10)	C(11)–C(12)	1.380(11)
C(11)–C(25)	1.486(10)	C(11)–Pt(1)	2.931(9)
C(12)–C(13)	1.403(11)	C(13)–C(14)	1.371(12)
C(13)–C(16)	1.562(13)	C(14)–C(15)	1.369(13)
C(16)–C(17)	1.528(15)	C(16)–C(18)	1.591(16)
C(16)–C(19)	1.550(14)	C(20)–C(21)	1.383(11)
C(20)–C(25)	1.435(11)	C(20)–Pt(1)	2.023(8)
C(21)–C(22)	1.400(12)	C(22)–C(23)	1.396(12)
C(23)–C(24)	1.429(11)	C(23)–C(26)	1.514(13)
C(24)–C(25)	1.412(11)	C(26)–C(27)	1.542(17)
C(26)–C(28)	1.554(18)	C(26)–C(29)	1.486(15)

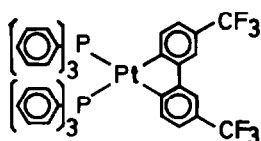
Tabelle 3
Strukturwinkel in 2 (°)

C(10)–Pt1–C(20)	81.4(3)	C(2)–C(1)–C(8)	126.8(9)
C(1)–C(2)–C(3)	124.2(10)	C(2)–C(3)–C(4)	111.9(9)
C(3)–C(4)–C(5)	115.6(8)	C(4)–C(5)–C(6)	125.4(10)
C(5)–C(6)–C(7)	124.2(9)	C(6)–C(7)–C(8)	112.7(8)
C(1)–C(8)–C(7)	115.1(8)	C(11)–C(10)–C(15)	116.1(9)
Pt(1)–C(10)–C(15)	128.4(8)	C(11)–C(10)–Pt(1)	115.6(6)
C(10)–C(11)–C(12)	122.4(7)	C(10)–C(11)–C(25)	113.5(8)
C(12)–C(11)–C(25)	124.0(8)	C(11)–C(12)–C(13)	119.3(8)
C(12)–C(13)–C(14)	118.9(8)	C(12)–C(13)–C(16)	118.8(8)
C(14)–C(13)–C(16)	122.3(8)	C(13)–C(14)–C(15)	121.7(8)
C(10)–C(15)–C(14)	121.4(9)	C(13)–C(16)–C(17)	110.6(9)
C(17)–C(16)–C(18)	107.1(11)	C(13)–C(16)–C(18)	110.1(8)
C(17)–C(16)–C(19)	107.5(10)	C(18)–C(16)–C(19)	107.9(10)
C(13)–C(16)–C(19)	113.4(9)	Pt(1)–C(20)–C(25)	114.1(5)
C(21)–C(20)–C(25)	117.0(8)	C(21)–C(20)–Pt(1)	128.9(7)
C(20)–C(21)–C(22)	121.6(8)	C(21)–C(22)–C(23)	122.5(8)
C(22)–C(23)–C(24)	117.3(8)	C(24)–C(23)–C(26)	119.8(9)
C(22)–C(23)–C(26)	122.9(8)	C(23)–C(24)–C(25)	119.8(8)
C(20)–C(25)–C(11)	114.7(7)	C(20)–C(25)–C(24)	121.7(7)
C(11)–C(25)–C(24)	123.1(7)	C(23)–C(26)–C(27)	108.0(9)
C(27)–C(26)–C(28)	102.1(13)	C(23)–C(26)–C(28)	108.5(10)
C(28)–C(26)–C(29)	102.2(14)	C(23)–C(26)–C(29)	113.4(8)
C(27)–C(26)–C(29)	121.2(15)		

Pt(1)–C(20) als Folge der direkten Verknüpfung von C(10) und C(20) stark vom 90°-Winkel einer idealen dsp^2 -Hybridisierung ab. Dagegen ist der Chelat-Biss des 1,5-Cyclooctadien-Liganden mit einem Wert von 89.6° für den Winkel C(1,2)–Pt(1)–C(5,6) praktisch gleich dem Idealwinkel und im Vergleich zu anderen Verbindungen mit diesem Liganden [4,6] (85–86° C) leicht aufgeweitet. Die beiden Platin–Kohlenstoff-Bindungsabstände Pt(1)–C(10) (2.035 Å) und Pt(1)–C(20) (2.023 Å) entsprechen den Bindungslängen in einer bereits früher untersuchten (2,2'- η^2 -Biphenyl)platin(II)-Verbindung [1].

Kristall- und Molekülstruktur von 9,9-Bis(triphenylphosphin)-3,6-bis(trifluormethyl)dibenzoplatinol (3)

{Bis(triphenylphosphin)[2,2'- η^2 -5,5'-bis(trifluoromethyl)biphenyl]platin(II)} [2].



3

3 kristallisiert in der Raumgruppe $P\bar{1}$ mit den Gitterkonstanten $a = 13.203(5)$, $b = 13.854(4)$, $c = 14.453(4)$ Å; $\alpha = 91.43(5)$, $\beta = 105.00(5)$, $\gamma = 121.76(6)^\circ$ und zwei Formeleinheiten in der Elementarzelle. In Fig. 3 ist eine Projektion der Elementarzelle von 3 auf die a, c -Ebene, in Fig. 4 die Struktur des Einzelmoleküls

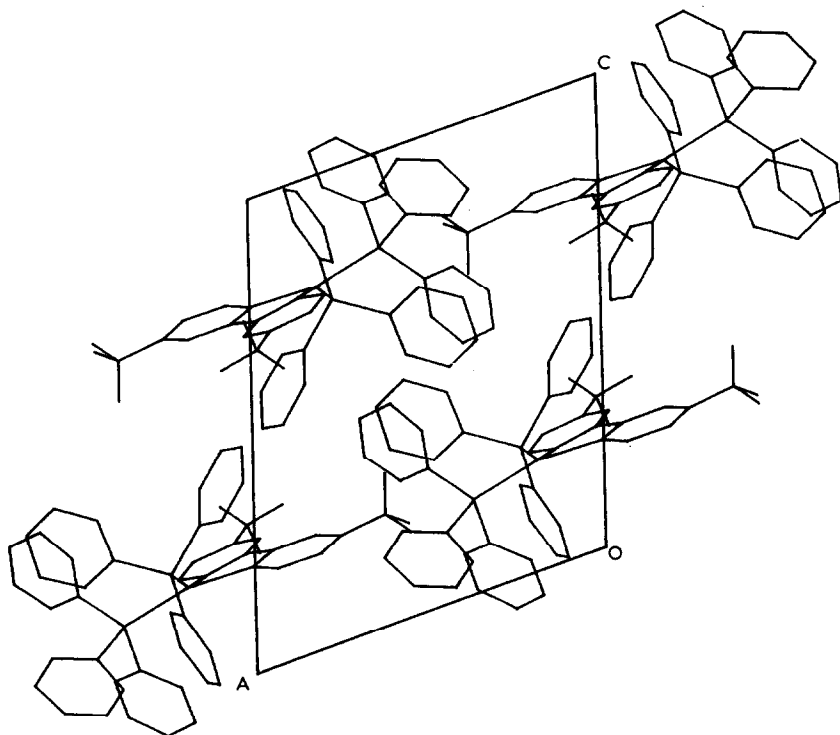


Fig. 3. Projektion der Elementarzelle von 3 auf die *a,c*-Ebene.

mit der Atomnumerierung wiedergegeben. Tabelle 4 enthält die Atomkoordinaten mit den zugehörigen Temperaturfaktoren, Tabelle 5 die innermolekularen Bindungsabstände und Tabelle 6 die Bindungswinkel.

Das Bindungsgerüst des Biphenyl-Systems ist—analog wie in 2—deutlich durchgebogen; die maximalen positiven Abweichungen von der berechneten besten Ebene liegen bei C(22) (+0.09 Å) und C(15) (+0.07 Å), die stärkst negativen bei C(25) (−0.14 Å) und C(12) (−0.11 Å). Die Phenyl-Ringe des Biphenyl-Gerüsts sind—im Rahmen der Messgenauigkeit—praktisch eben und gegeneinander um die C(15)–C(21)-Achse um 6.5° verdreht; der C–C-Abstand entspricht bei dieser Verbindung mit 1.461 Å genau demjenigen im freien Biphenyl. Die Lagen der unmittelbar an das Platin koordinierten Atome C(10), C(20), P(30) und P(40) liegen in den Ecken eines stark abgeflachten und verzerrten Tetraeders und weichen damit erheblich von der für ein *dsp*²-hybridisiertes Platin idealen quadratischebenen Struktur ab. Diese Deformation ist eine Konsequenz des grossen Raumbedarfs der beiden Triphenylphosphin-Liganden, die eine *anti-twist*-Orientierung der von den Atomen Pt(1), C(10), C(20) einerseits und Pt(1), P(30), P(40) andererseits gebildeten Ebenen mit einem Diederwinkel von 21.5° erzwingen. Auch die Winkel zwischen den vom Zentralatom zu den Liganden weisenden Bindungen weichen erheblich vom 90°-Wert ab. So ist der Winkel P(30)–Pt(1)–P(40) mit 98.8° stark aufgeweitet. Auch dies ist offenbar eine Folge des grossen Raumbedarfs der Triphenylphosphin-Liganden und wurde bereits an anderen Verbindungen des zweiwertigen Platins mit *cis*-konfigurierten Triphenylphosphin-Liganden beobachtet [7–9]. Der demgegenüber

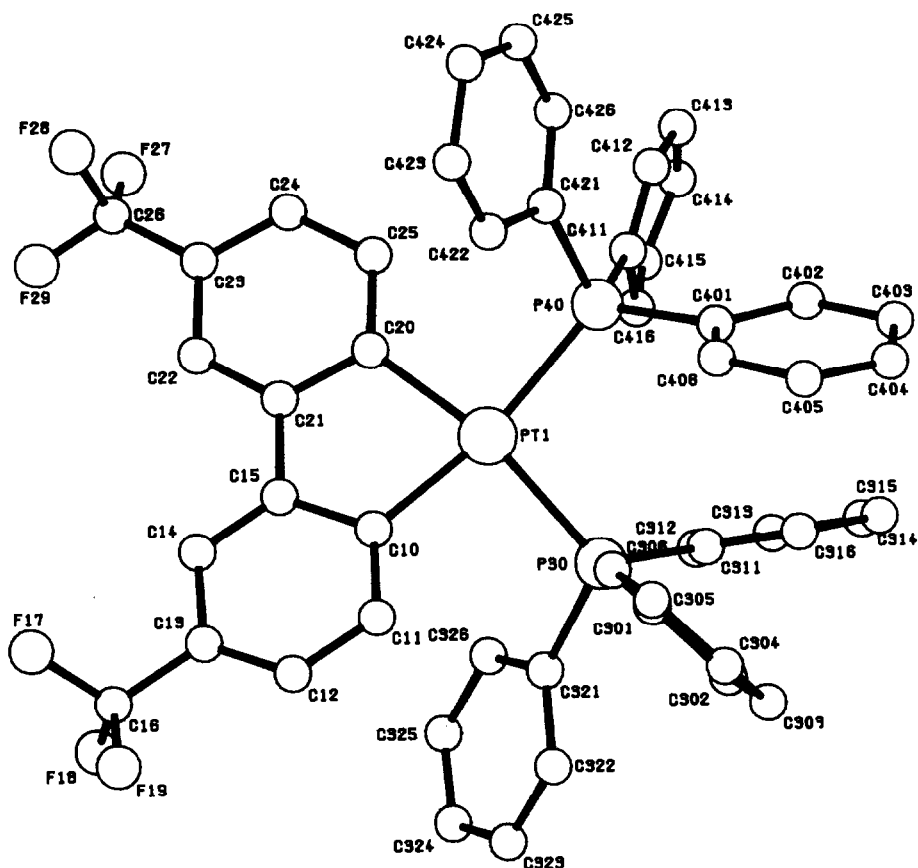


Fig. 4. Struktur des Moleküls 3.

wie bei **1** zu niederen Werten (79.9°) abweichende Winkel $C(10)-Pt(1)-C(20)$ resultiert wiederum aus der direkten Verknüpfung der beiden Kohlenstoff-Atome $C(10)$ und $C(20)$ und trägt damit zusätzlich zur Aufweitung des $P-Pt-P$ -Winkels bei. Die Platin-Kohlenstoff-Abstände [$Pt(1)-C(10)$: 2.058 \AA ; $Pt(1)-C(20)$: 2.065 \AA] stimmen zwar untereinander gut überein, sind jedoch gegenüber denjenigen in **2** deutlich verlängert. Diese Verlängerung ist offensichtlich die Auswirkung des *trans*-labilisierenden Effektes der Phosphin-Liganden. Die Platin-Phosphor-Bindungsabstände [$Pt(1)-P(30)$: 2.328 \AA ; $Pt(1)-P(40)$: 2.346 \AA] weichen—offenbar als Folge der erheblichen Deformation in der Koordinations-Geometrie—merklich voneinander ab, stimmen aber im Mittel mit analogen Bindungslängen in anderen Komplexen mit *cis*- $(Ph_3P)_2Pt$ -Baueinheiten überein [9,10].

Experimentelles

Philips PW 1100 Vierkreis-Diffraktometer; $Mo-K_\alpha$ -Strahlung, Graphit-Monochromator; $\theta-2\theta$ -Abtastung. Die Intensitäten dreier Standards änderten sich während der Zeit der Ausmessung nicht. Beide Strukturen wurden mit dem Verfahren von Debaerdemaeker und Woolfson [11] unter Verwendung des Programms von

Tabelle 4
Atomkoordinaten von 3

Atom	x	y	z	$\langle U \rangle$
Pt(1)	0.1900(0)	0.0238(0)	0.2344(0)	0.033(0)
C(10)	0.0058(5)	-0.0502(4)	0.2284(4)	0.040(4)
C(11)	-0.0655(5)	-0.0036(5)	0.2053(4)	0.046(4)
C(12)	-0.1913(5)	-0.0639(5)	0.2043(5)	0.053(5)
C(13)	-0.2464(5)	-0.1714(5)	0.2270(4)	0.049(5)
C(14)	-0.1765(5)	-0.2232(5)	0.2478(4)	0.051(5)
C(15)	-0.0546(4)	-0.1649(4)	0.2481(3)	0.038(4)
C(16)	-0.3740(6)	-0.2354(7)	0.2381(6)	0.076(8)
F(17)	-0.4414(4)	-0.3512(4)	0.2007(5)	0.117(8)
F(18)	-0.3742(6)	-0.2228(9)	0.3234(5)	0.171(12)
F(19)	-0.4454(4)	-0.2017(5)	0.1832(5)	0.111(7)
C(20)	0.1392(5)	-0.1433(5)	0.2449(4)	0.042(4)
C(21)	0.0222(5)	-0.2131(4)	0.2608(3)	0.036(4)
C(22)	-0.0170(6)	-0.3213(5)	0.2834(4)	0.053(5)
C(23)	0.0573(7)	-0.3656(5)	0.2921(5)	0.064(6)
C(24)	0.1759(7)	-0.2970(7)	0.2831(6)	0.070(8)
C(25)	0.2162(6)	-0.1866(5)	0.2570(5)	0.058(6)
C(26)	0.0189(9)	-0.4782(7)	0.3207(7)	0.080(8)
F(27)	0.0943(8)	-0.4837(7)	0.3797(10)	0.238(17)
F(28)	-0.0173(16)	-0.5570(6)	0.2511(8)	0.264(28)
F(29)	-0.0835(12)	-0.5318(9)	0.3372(13)	0.240(25)
P(30)	0.2371(1)	0.2101(1)	0.2736(1)	0.034(1)
C(301)	0.2026(5)	0.2804(4)	0.1770(3)	0.042(4)
C(302)	0.2402(8)	0.3969(6)	0.1948(5)	0.065(7)
C(303)	0.2156(10)	0.4469(8)	0.1147(7)	0.089(10)
C(304)	0.1422(10)	0.3774(11)	0.0202(8)	0.092(11)
C(305)	0.1068(10)	0.2663(11)	0.0059(6)	0.087(11)
C(306)	0.1327(6)	0.2142(6)	0.0827(4)	0.061(5)
C(311)	0.3995(5)	0.3173(4)	0.3497(4)	0.047(4)
C(312)	0.4439(9)	0.3139(12)	0.4452(7)	0.128(12)
C(313)	0.5660(11)	0.3900(15)	0.5039(8)	0.150(19)
C(314)	0.6459(8)	0.4753(7)	0.4684(8)	0.092(9)
C(315)	0.6086(8)	0.4863(7)	0.3705(8)	0.098(10)
C(316)	0.4837(6)	0.4065(6)	0.3137(7)	0.081(8)
C(321)	0.1537(4)	0.2098(4)	0.3565(3)	0.038(4)
C(322)	0.0902(6)	0.2666(5)	0.3498(4)	0.051(5)
C(323)	0.0277(7)	0.2612(6)	0.4120(6)	0.069(7)
C(324)	0.0305(8)	0.1987(7)	0.4894(6)	0.067(7)
C(325)	0.0887(7)	0.1431(6)	0.4967(5)	0.068(6)
C(326)	0.1514(6)	0.1478(5)	0.4323(4)	0.054(5)
P(40)	0.3734(1)	0.0713(1)	0.2000(1)	0.040(1)
C(401)	0.4513(5)	0.2036(5)	0.1522(4)	0.048(4)
C(402)	0.5801(8)	0.2895(7)	0.1896(8)	0.091(9)
C(403)	0.6305(9)	0.3904(8)	0.1457(9)	0.109(11)
C(404)	0.5500(8)	0.4007(7)	0.0648(6)	0.078(8)
C(405)	0.4299(9)	0.3170(7)	0.0288(7)	0.089(10)
C(406)	0.3803(6)	0.2164(5)	0.0698(5)	0.060(5)
C(411)	0.5012(6)	0.0828(6)	0.3005(5)	0.057(6)
C(412)	0.5817(13)	0.0652(19)	0.2954(9)	0.212(31)
C(413)	0.6812(13)	0.0777(17)	0.3741(10)	0.166(22)
C(414)	0.6933(9)	0.1078(14)	0.4570(8)	0.120(16)
C(415)	0.6053(20)	0.1144(30)	0.4649(9)	0.281(56)
C(416)	0.5178(21)	0.1252(27)	0.3847(9)	0.296(51)
C(421)	0.3318(5)	-0.0389(4)	0.0971(4)	0.045(4)

Tabelle 4 (Fortsetzung)

Atom	x	y	z	$\langle U \rangle$
C(422)	0.2157(6)	-0.0908(6)	0.0293(5)	0.069(6)
C(423)	0.1792(8)	-0.1695(8)	-0.0543(6)	0.092(9)
C(424)	0.2573(9)	-0.2051(8)	-0.0628(6)	0.088(9)
C(425)	0.3671(15)	-0.1554(18)	0.0080(11)	0.188(23)
C(426)	0.4029(11)	-0.0790(13)	0.0929(9)	0.139(16)

Debaerdemaeker [12] bestimmt und dann nach der Methode der kleinsten Fehlerquadratsumme erst mit isotropen, dann mit anisotropen Temperaturfaktoren unter Verwendung des Verfahrens von Sheldrick [13] solange verfeinert, bis die Parameter-Verschiebungen kleiner als die Standard-Abweichungen waren.

Tabelle 5

Bindungsabstände in 3 (Å)

C(10)–C(11)	1.390(12)	C(10)–C(15)	1.430(8)
C(10)–Pt(1)	2.058(7)	C(11)–C(12)	1.398(9)
C(12)–C(13)	1.364(10)	C(13)–C(14)	1.422(13)
C(13)–C(16)	1.492(11)	C(14)–C(15)	1.367(9)
C(16)–F(17)	1.364(11)	C(16)–F(18)	1.241(13)
C(16)–F(19)	1.353(13)	C(20)–C(21)	1.413(9)
C(20)–C(25)	1.408(14)	C(20)–Pt(1)	2.065(7)
C(21)–C(15)	1.461(11)	C(21)–C(22)	1.384(9)
C(22)–C(23)	1.390(15)	C(23)–C(24)	1.385(12)
C(23)–C(26)	1.473(13)	C(24)–C(25)	1.428(12)
C(26)–F(27)	1.169(17)	C(26)–F(28)	1.256(16)
C(26)–F(29)	1.248(20)	Pt(30)–Pt(1)	2.328(2)
Pt(30)–C(301)	1.821(7)	C(301)–C(302)	1.410(12)
C(301)–C(306)	1.394(7)	C(302)–C(303)	1.418(15)
C(303)–C(304)	1.413(14)	C(304)–C(305)	1.344(22)
C(305)–C(306)	1.405(15)	Pt(30)–C(311)	1.832(5)
C(311)–C(312)	1.365(13)	C(311)–C(316)	1.386(10)
C(312)–C(313)	1.374(13)	C(313)–C(314)	1.330(18)
C(314)–C(315)	1.414(17)	C(315)–C(316)	1.396(10)
Pt(30)–C(321)	1.823(7)	C(321)–C(322)	1.411(12)
C(321)–C(326)	1.406(9)	C(322)–C(323)	1.348(14)
C(323)–C(324)	1.436(13)	C(324)–C(325)	1.334(18)
C(325)–C(326)	1.379(13)	Pt(40)–Pt(1)	2.346(2)
Pt(40)–C(401)	1.828(6)	C(401)–C(402)	1.401(9)
C(401)–C(406)	1.391(10)	C(402)–C(403)	1.444(16)
C(403)–C(404)	1.429(17)	C(404)–C(405)	1.318(12)
C(405)–C(406)	1.416(12)	Pt(40)–C(411)	1.849(8)
C(411)–C(412)	1.228(28)	C(411)–C(416)	1.251(22)
C(412)–C(413)	1.423(24)	C(412)–C(416)	2.078(41)
C(413)–C(414)	1.200(21)	C(413)–C(415)	2.041(38)
C(414)–C(415)	1.245(40)	C(415)–C(416)	1.483(40)
Pt(40)–C(421)	1.851(7)	C(421)–C(422)	1.362(9)
C(421)–C(426)	1.331(23)	C(422)–C(423)	1.400(13)
C(423)–C(424)	1.385(21)	C(424)–C(425)	1.330(18)
C(425)–C(426)	1.399(25)		

Tabelle 6
Strukturwinkel in 3 (°)

C(10)–Pt(1)–C(20)	79.9(3)	C(10)–Pt(1)–P(30)	92.1(2)
C(20)–Pt(1)–P(30)	160.7(2)	C(20)–Pt(1)–P(40)	93.0(2)
P(30)–Pt(1)–P(40)	98.8(1)	C(10)–Pt(1)–P(40)	164.0(2)
Pt(1)–C(10)–C(15)	115.0(5)	C(11)–C(10)–C(15)	117.0(6)
C(11)–C(10)–Pt(1)	128.0(4)	C(10)–C(11)–C(12)	121.9(6)
C(11)–C(12)–C(13)	120.5(8)	C(12)–C(13)–C(14)	119.0(6)
C(14)–C(13)–C(16)	117.3(7)	C(12)–C(13)–C(16)	123.5(9)
C(13)–C(14)–C(15)	120.6(6)	C(10)–C(15)–C(14)	120.9(7)
C(21)–C(15)–C(14)	125.0(6)	C(10)–C(15)–C(21)	113.9(5)
C(13)–C(16)–F(17)	113.0(9)	F(17)–C(16)–F(18)	108.2(9)
C(13)–C(16)–F(18)	114.4(6)	F(17)–C(16)–F(19)	102.4(6)
F(18)–C(16)–F(19)	108.0(11)	C(13)–C(16)–F(19)	110.1(8)
C(21)–C(20)–C(25)	116.9(6)	Pt(1)–C(20)–C(25)	127.4(4)
C(21)–C(20)–Pt(1)	114.4(6)	C(20)–C(21)–C(15)	115.3(6)
C(22)–C(21)–C(15)	123.2(6)	C(20)–C(21)–C(22)	121.5(8)
C(21)–C(22)–C(23)	121.5(7)	C(22)–C(23)–C(24)	118.9(8)
C(24)–C(23)–C(26)	119.1(10)	C(22)–C(23)–C(26)	121.8(8)
C(23)–C(24)–C(25)	120.1(10)	C(20)–C(25)–C(24)	120.9(8)
C(23)–C(26)–F(27)	117.8(8)	F(27)–C(26)–F(28)	102.3(15)
C(23)–C(26)–F(28)	113.5(10)	F(28)–C(26)–F(29)	93.0(12)
F(27)–C(26)–F(29)	110.0(13)	C(23)–C(26)–F(29)	116.7(13)
Pt(1)–P(30)–C(301)	119.8(2)	C(301)–P(30)–C(311)	105.3(3)
Pt(1)–P(30)–C(311)	115.1(3)	C(311)–P(30)–C(321)	100.0(3)
C(301)–P(30)–C(321)	105.7(3)	Pt(1)–P(30)–C(321)	108.8(2)
P(30)–C(301)–C(302)	122.5(5)	P(30)–C(301)–C(306)	118.0(6)
C(302)–C(301)–C(306)	119.5(7)	C(301)–C(302)–C(303)	118.9(7)
C(302)–C(303)–C(304)	120.2(11)	C(303)–C(304)–C(305)	119.0(12)
C(304)–C(305)–C(306)	122.4(9)	C(301)–C(306)–C(305)	119.6(8)
P(30)–C(311)–C(312)	121.8(6)	C(312)–C(311)–C(316)	116.4(6)
P(30)–C(311)–C(316)	121.9(5)	C(311)–C(312)–C(313)	123.7(11)
C(312)–C(313)–C(314)	119.3(12)	C(313)–C(314)–C(315)	121.1(8)
C(314)–C(315)–C(316)	117.3(9)	C(311)–C(316)–C(315)	122.1(9)
P(30)–C(321)–C(322)	124.8(5)	C(322)–C(321)–C(326)	117.3(7)
P(30)–C(321)–C(326)	117.9(6)	C(321)–C(322)–C(323)	122.1(7)
C(322)–C(323)–C(324)	118.3(10)	C(323)–C(324)–C(325)	120.7(10)
C(324)–C(325)–C(326)	120.8(8)	C(321)–C(326)–C(325)	120.7(9)
Pt(1)–P(40)–C(401)	117.0(3)	C(401)–P(40)–C(411)	104.4(3)
Pt(1)–P(40)–C(411)	116.9(3)	C(401)–P(40)–C(421)	100.9(3)
C(411)–P(40)–C(421)	107.1(4)	Pt(1)–P(40)–C(421)	108.9(2)
P(40)–C(401)–C(402)	123.9(7)	C(402)–C(401)–C(406)	117.9(7)
P(40)–C(401)–C(406)	118.1(4)	C(401)–C(402)–C(403)	118.6(9)
C(402)–C(403)–C(404)	120.1(8)	C(403)–C(404)–C(405)	120.1(9)
C(404)–C(405)–C(406)	120.2(10)	C(401)–C(406)–C(405)	122.8(6)
P(40)–C(411)–C(412)	128.7(8)	C(412)–C(411)–C(416)	113.9(17)
P(40)–C(411)–C(416)	117.0(18)	C(411)–C(412)–C(413)	127.4(16)
C(412)–C(413)–C(414)	120.7(22)	C(413)–C(414)–C(415)	113.1(15)
C(414)–C(415)–C(416)	125.0(17)	C(411)–C(416)–C(415)	115.3(32)
P(40)–C(421)–C(422)	117.5(7)	C(422)–C(421)–C(426)	118.8(8)
P(40)–C(421)–C(426)	123.2(6)	C(421)–C(422)–C(423)	121.4(10)
C(422)–C(423)–C(424)	119.2(8)	C(423)–C(424)–C(425)	116.4(14)
C(424)–C(425)–C(426)	124.6(22)	C(421)–C(426)–C(425)	118.0(14)

Ergebnisse für 2: 295 K, 3420 beobachtete Reflexe [$F > 2.0\sigma(F)$]; $-22 \leq h \leq 22$, $0 \leq k \leq 10$, $0 \leq l \leq 16$. $\theta_{\min} = 2.0$, $\theta_{\max} = 25.0$; Absorptionskorrektur $\mu = 57.47 \text{ cm}^{-1}$; endgültiger R -Wert: 0.0475. Raumgruppe $P2_1/n$; $a = 19.445(3)$, $b = 9.088(3)$, $c = 13.599(2) \text{ \AA}$; $\alpha = 90.0$, $\beta = 101.6(8)$, $\gamma = 90.0^\circ$; $Z = 4$. $V = 2345.4 \text{ \AA}^3$, $\rho = 1.607 \text{ g cm}^{-3}$.

Ergebnisse für 3: 295 K, 7496 beobachtete Reflexe [$F > 1.5\sigma(F)$]; $-15 \leq h \leq 15$, $-16 \leq k \leq 16$, $0 \leq l \leq 17$; $\theta_{\min} = 2.0$, $\theta_{\max} = 25.0$; Absorptionskorrektur $\mu = 32.72 \text{ cm}^{-1}$; endgültiger R -wert: 0.0452. Raumgruppe $P\bar{1}$; $a = 13.203(5)$, $b = 13.854(4)$, $c = 14.453(4) \text{ \AA}$; $\alpha = 91.43(5)$, $\beta = 105.00(5)$, $\gamma = 121.76(6)^\circ$; $Z = 2$. $V = 2128.9 \text{ \AA}^3$; $\rho = 1.572 \text{ g cm}^{-3}$.

Literatur

- 1 T. Debaerdemaeker, R. Hohenadel und H.-A. Brune, *J. Organomet. Chem.*, 350 (1988) 109.
- 2 H.-A. Brune, R. Hohenadel, G. Schmidtberg und U. Ziegler, *J. Organomet. Chem.*, 402 (1991) 179.
- 3 M. Green, J.A.K. Howard, A. Laguna, L.E. Smart, J.L. Spencer und F.G.A. Stone, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1977) 278.
- 4 T. Debaerdemaeker, B. Stapp und H.-A. Brune, *Acta Crystallogr. C*, 43 (1987) 473.
- 5 M.J. Chetcuti, J.A.K. Howard, M. Pfeffer, J.L. Spencer und F.G.A. Stone, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1981) 276.
- 6 G.K. Barker, M. Green, J.A.K. Howard, J.L. Spencer und F.G.A. Stone, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1978) 1839.
- 7 T. Debaerdemaeker, H.-P. Klein, M. Wiege und H.-A. Brune, *Z. Naturforsch. B*, 36 (1981) 958.
- 8 G.K. Anderson, H.C. Clark, J.A. Davies, G. Ferguson und M. Parvez, *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.*, 12 (1982) 449.
- 9 T. Debaerdemaeker, K. Berhalter, C. Weisemann und H.-A. Brune, *Acta Crystallogr. C*, 43 (1987) 1253.
- 10 H.-A. Brune, M. Wiege und T. Debaerdemaeker, *Z. Naturforsch. B*, 39 (1984) 359.
- 11 T. Debaerdemaeker und M.M. Woolfson, *Acta Crystallogr. A*, 39 (1983) 193.
- 12 T. Debaerdemaeker, XMY 84-Programm, University of Ulm, 1984.
- 13 G.M. Sheldrick, SHELX-77, Programm zur Kristallstruktur-Bestimmung; University of Cambridge, 1977.