

Journal of Organometallic Chemistry, 424 (1992) 23–31
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne
 JOM 22297

Isolierung und Röntgenstrukturanalyse des *fac*- und *mer*-Isomeren des ${}^i\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$

Hans Reuter * und Heinrich Puff

*Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn, Gerhard-Domagk-Str. 1,
 W-5300 Bonn 1 (Deutschland)*

(Eingegangen den 23. August 1991)

Abstract

By crystallization in *N,N*-dimethylformamide and silica gel, respectively, it was possible to isolate both the *mer*- and the *fac*-isomer of the compound ${}^i\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$. The conformations of these octahedral complexes with a *cis*-arrangement of the two solvent molecules were confirmed by single crystal X-ray diffraction experiments. This example shows that the predominant formation of only a special stereoisomer which is often observed in octahedral 1:2 adducts of monoorganotin trihalides is caused by reaction conditions more than by sterical and/or electronical effects of the several complex ligands. In both complexes the bonds *trans* to the isopropyl group are shortened.

Zusammenfassung

Durch Kristallisation in *N,N*-Dimethylformamid bzw. Kieselgel war es möglich sowohl das *mer*- als auch das *fac*-Isomere des Verbindung ${}^i\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ zu isolieren. Die Konformation dieser oktaedrischen Komplexe mit der *cis*-Anordnung der beiden Lösungsmittelmoleküle wurde durch Einkristall-Röntgenstrukturanalyse belegt. Das Beispiel zeigt, daß die vorherrschende Bildung nur eines Stereoisomeren, die bei oktaedrischen 1:2-Addukten der Monoorganylzinn-trihalogenide häufig beobachtet wird, stärker durch die Reaktionsbedingungen verursacht wird als durch die sterischen oder elektronischen Einflüsse der Komplexliganden. In beiden Fällen sind die Bindungen in *trans*-Stellung zur Isopropylgruppe verkürzt.

Einleitung

Bei den Organylzinn-halogeniden $\text{R}_{4-n}\text{SnX}_n$ nimmt die Lewis-Säurestärke von den Tri- über die Di- zu den Monoorganyl-verbindungen sehr stark zu [1]. Letztere bilden mit einzähnigen Donor-Liganden L trigonal-bipyramidale 1:1-Addukte $\text{RSnX}_3 \cdot \text{L}$, wie $\text{MeSnBr}_3 \cdot \text{DMF}$ [2], meist jedoch oktaedrische 1:2-Komplexe $\text{RSnX}_3 \cdot 2\text{L}$. In beiden Fällen sind darüberhinaus anionische Komplexe, wie z.B. $\text{Ph}_4\text{As}[\text{MeSnCl}_4]$ [3] oder $[\text{NMe}_4]_2[\text{BuSnBr}_5]$ [4] bekannt, die sich von den neutralen Komplexen dadurch ableiten, daß ein Halogenid-Ion X^- den Donor-Liganden L bildet.

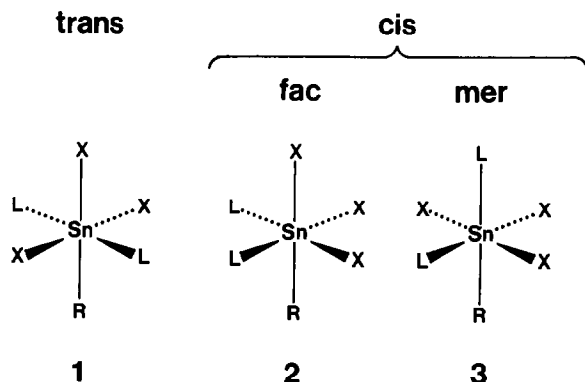


Fig. 1. Anordnung der Liganden in den drei stereoisomeren oktaedrischen Monoorganozinn-Komplexen vom Typ $\text{RSnX}_3 \cdot 2\text{L}$.

Bei den neutralen, oktaedrischen 1:2-Addukten können die beiden Donor-Liganden L in *cis*- oder *trans*-Stellung zueinander stehen (Fig. 1, 1–3). Im Falle des *cis*-Isomeren sind darüberhinaus zwei unterschiedliche Anordnungen der drei Halogenatome möglich: bei der *fac*-Stellung (2) bilden diese die Ecken einer Oktaederfläche, bei der *mer*-Stellung (3) liegen sie in einer Ebene mit dem Zinnatom.

Zwar sind von allen drei möglichen Stereoisomeren einzelne Verbindungen, wie die *trans*-Komplexe $\text{EtSnCl}_3 \cdot 2\text{HMPTA}$ [4] und $\text{EtSnCl}_3 \cdot 2\text{Ph}_3\text{PO}$ [5] sowie die *cis*-Komplexe $\text{EtSnI}_3 \cdot 2\text{HMPTA}$ [6] und $\text{EtSnCl}_3 \cdot 2\text{DPSO}$ [7] mit facialer bzw. meridionaler Anordnung der Halogenatome, isoliert und kristallographisch untersucht worden, jedoch besitzen sie alle eine unterschiedliche Konstitution. Von daher ist nicht klar, ob die jeweils beobachtete Konformation nur durch die sterischen oder elektronischen Effekte der verschiedenen Komplexliganden R, X und L bedingt wird, oder ob sie nicht unter den jeweiligen Reaktionsbedingungen nur das Energieminimum darstellt, die anderen Konformationen zumindest in Lösung aber ebenfalls vorhanden sind.

Darstellung

Es gelang uns nun erstmals bei der Verbindung $^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ durch Variation der Reaktionsbedingungen beide stereoisomeren *cis*-Komplexe, d.h. die beiden Addukte mit facialer und meridionaler Anordnung der Chloratome, zu isolieren. So entsteht der *mer*-Komplex bei der Umsetzung von Isopropylzinntrichlorid [8] mit überschüssigem *N,N*-Dimethylformamid, wohingegen der *fac*-Komplex während des Gelierens einer Lösung von DMF in Tetramethoxysilan, die mit dem Halogenid vorsichtig überschichtet wird, gebildet wird (vgl. Experimentelles). Beide Verbindungen spalten außerhalb des Reaktionsmediums die koordinierten Lösungsmittelmoleküle ab und verwittern daher sehr rasch.

Röntgenstrukturanalyse

Für die Röntgenstrukturanalysen wurden geeignete Einkristalle der beiden Verbindungen mit den ungefähren Abmessungen $0.31 \times 0.23 \times 0.28$ mm (*mer*)

Tabelle 1

Experimentelle Daten zur Einkristall-Röntgenstrukturanalyse der beiden ${}^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ -Stereoisomere

	<i>mer</i>	<i>fac</i>
<i>Kristalldaten</i>		
Summenformel	$\text{C}_9\text{H}_{21}\text{Cl}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{Sn}$	$\text{C}_9\text{H}_{21}\text{Cl}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{Sn}$
molare Masse (g mol^{-1})	414.35	414.35
Kristallsystem	monoklin	triklin
Raumgruppe	$P2_1/c$ (Nr. 14 [9])	$P\bar{1}$ (Nr. 2 [9])
Gitterkonstanten		
<i>a</i> (pm)	767.4(2)	899.4(7)
<i>b</i> (pm)	1575.9(2)	921.5(5)
<i>c</i> (pm)	1395.0(6)	1113.1(9)
α (°)		87.92(5)
β (°)	92.24(1)	84.76(5)
γ (°)		68.25(7)
Zellvolumen (nm^3)	1.686	0.853
Formeleinheiten	4	2
berechnete Dichte (g cm^{-3})	1.633	1.613
linearer Absorptionskoeffizient (Mo-K_α) (cm^{-1})	18.38	18.13
<i>Datenreduktion</i>		
vermessene Reflexe/ $2\theta_{\text{max}}$	3193/52°	4145/56°
symmetrieunabh. Reflexe/ R_m	2972/0.024	3836/0.014
unterdrückte Reflexe mit $F_o \geq 4\sigma(F_o)$	480	282
<i>Strukturverfeinerung</i>		
verwendete Reflexe	2492	3554
verfeinerte Parameter	155	155
Reflexe/Parameter	16.08	22.93
$R = \Sigma(F_o - F_c) / F_o $	0.034	0.038
$R_w = \Sigma \sqrt{w} F_o - F_c / \sqrt{w} F_o $	0.036	0.044
mit $w = 1/[\sigma^2(F_o) + gF_o^2]$ und $g =$	0.00028	0.00149
$\Delta\rho_{\text{max}}$ ($\text{e } \text{Å}^3$)	0.714	1.274

bzw. $0.22 \times 0.25 \times 0.35$ mm (*fac*) in eine Schutzschicht aus einem handelsüblichen Sekundenkleber auf Cyanacrylat-Basis eingebettet und auf der Spitze eines Markröhrchens aufgeklebt. Unter Kühlung in einem Stickstoffstrom von -75°C konnten so in beiden Fällen die Metrik bestimmt und ein vollständiger Datensatz ohne größere Zersetzung des Kristalls aufgenommen werden.

Die Bestimmung der Gitterkonstanten und Sammlung der Reflexintensitäten erfolgten auf einem automatischen Enraf-Nonius CAD-4 Vierkreisdiffraktometer mit Mo-K_α -Strahlung und Graphitmonochromator. Die Kristalldaten und Charakteristika der Datensammlungen sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Im Falle des *mer*-Isomeren konnte die Raumgruppe $P2_1/c$ (C_{2h}^5 - Nr. 14 [9]) aus den während der Datensammlung beobachteten systematischen Auslöschungsbedingungen ($h0l$ nur vorhanden für $l = 2n$ und $0k0$ nur vorhanden für $k = 2n$) eindeutig bestimmt werden.

Tabelle 2

Koordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter U_{eq}^a (10^{-2} nm²) der Atome der asymmetrischen Einheit des fac - $^1PrSnCl_3 \cdot 2DMF$ mit den Standardabweichungen der letzten Stelle(n) in Klammern

Atom	x	y	z	U_{eq}
Sn(1)	-0.24616(2)	0.21820(2)	0.75414(2)	0.0497(1)
Cl(1)	0.0404(1)	0.0685(1)	0.7027(1)	0.077(1)
Cl(2)	-0.2314(2)	0.4715(1)	0.7988(1)	0.081(1)
Cl(3)	-0.2796(2)	0.3055(2)	0.5493(1)	0.085(1)
C(110)	-0.2379(6)	0.1396(6)	0.9406(4)	0.076(2)
C(111)	-0.3658(9)	0.2517(9)	1.0249(4)	0.120(3)
C(112)	-0.2268(11)	-0.0199(8)	0.9557(6)	0.133(4)
O(10)	-0.3090(4)	0.0264(4)	0.6953(3)	0.077(1)
C(10)	-0.2427(6)	-0.0734(4)	0.6140(4)	0.067(2)
N(10)	-0.3096(6)	-0.1684(5)	0.5826(3)	0.086(2)
C(11)	-0.4615(8)	-0.1626(7)	0.6394(6)	0.112(3)
C(12)	-0.2342(12)	-0.2830(7)	0.4897(6)	0.148(5)
O(20)	-0.5095(3)	0.3164(4)	0.7795(3)	0.073(1)
C(20)	-0.6102(5)	0.4443(4)	0.7495(4)	0.060(1)
N(20)	-0.7624(4)	0.4863(4)	0.7898(3)	0.066(1)
C(21)	-0.8140(6)	0.3881(8)	0.8723(5)	0.097(2)
C(22)	-0.8804(7)	0.6333(7)	0.7549(6)	0.122(3)

^a Äquivalente isotrope Auslenkungsparameter $U_{eq} = 1/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* (\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j)$.

Die Strukturen wurden mit den Direkten Methoden des Programms SHELXS-86 [10] vollständig gelöst und mit dem Programm SHELX-76 [11] über "least-squares" Verfahren verfeinert. Die Atomlagen wurden anisotrop verfeinert mit Ausnahme der Wasserstoffatome, die mit gemeinsamen isotropen Temperaturfaktoren in stereochemisch sinnvolle Positionen konstruiert wurden.

Die in den abschließenden Verfeinerungszyklen erhaltenen Koordinaten und äquivalenten isotropen Auslenkungsparameter der Atome der asymmetrischen Einheiten sind in Tabellen 2 (*fac*) bzw. 3 (*mer*) aufgelistet. Die sich hieraus ableitenden Bindungsabstände und -winkel wurden mit dem Programm PARST [12] berechnet und sind für beide Verbindungen in Tabelle 4 gegenübergestellt. Alle Zeichnungen wurden mit dem Programm KPLLOT [13] entworfen und mit dem Programm ORTEP [14] ausgeführt.

Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Informationen mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummern CSD 320377 (*mer*) und 320378 (*fac*), der Autoren und des Zeitschriftenzitates angefordert werden.

Diskussion

Die Isolierung und Charakterisierung der beiden in Fig. 2 dargestellten *cis*-Isomere des $^1PrSnCl_3 \cdot 2DMF$ -Komplexe deutet daraufhin, daß die bevorzugte Bildung des einen oder anderen Stereoisomeren, wie sie bei den oktaedrischen 1:2-Addukte der Monoorganozinn-trihalogenide häufig beobachtet wird, offensichtlich weit weniger von den sterischen und/oder elektronischen Gegebenheiten

Tabelle 3

Koordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter U_{eq}^a (10^{-2} nm^2) der Atome der asymmetrischen Einheit des $mer\text{-}^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ mit den Standardabweichungen der letzten Stelle(n) in Klammern

Atom	x	y	z	U_{eq}
Sn(1)	0.18563(4)	0.14147(2)	0.70896(2)	0.0478(1)
Cl(1)	0.4680(2)	0.1231(1)	0.8042(1)	0.067(1)
Cl(2)	-0.0520(2)	0.1669(1)	0.5851(1)	0.083(1)
Cl(3)	0.1401(2)	-0.0110(1)	0.7037(1)	0.074(1)
C(110)	0.0535(9)	0.1851(4)	0.8320(5)	0.087(3)
C(111)	-0.0507(11)	0.2613(5)	0.8140(6)	0.112(3)
C(112)	-0.0242(10)	0.1135(5)	0.8833(5)	0.108(3)
O(10)	0.3422(5)	0.1247(2)	0.5889(2)	0.057(1)
C(10)	0.2976(6)	0.0822(3)	0.5147(3)	0.055(2)
N(10)	0.3839(5)	0.0871(3)	0.4371(3)	0.053(1)
C(11)	0.5302(8)	0.1462(4)	0.4326(4)	0.078(2)
C(12)	0.3303(8)	0.0383(4)	0.3510(4)	0.074(2)
O(20)	0.2767(5)	0.2706(2)	0.6802(3)	0.062(1)
C(20)	0.4273(8)	0.2871(3)	0.6558(4)	0.062(2)
N(20)	0.4642(6)	0.3570(2)	0.6100(3)	0.062(2)
C(21)	0.6437(9)	0.3722(4)	0.5822(5)	0.088(3)
C(22)	0.3307(9)	0.4191(4)	0.5835(5)	0.090(3)

^a Äquivalente isotrope Auslenkungsparameter $U_{eq} = 1/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* (\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j)$.

der Komplexliganden geprägt wird, als vielmehr von den äußeren Reaktionsbedingungen, unter denen die Verbindungen hergestellt werden. Insbesondere muß man annehmen, daß in Lösungen dieser Komplexe die drei verschiedenen Stereoisomere untereinander in einem dynamischen Gleichgewicht stehen.

Für die gegenseitigen Umwandlungen sind sowohl inter- als auch intramolekulare Prozesse denkbar. So kann das *cis*-Isomer mit facialer Anordnung der Halogenatome in das entsprechende mit meridionaler Anordnung durch einen intramolekularen Prozess überführt werden, bei dem die Liganden einer LX_2 -Fläche um 120° um die durch das Zentralatom führende Flächennormale gedreht werden. In ganz entsprechender Weise können sich beide *cis*-Isomere durch intramolekulare Prozesse in das *trans*-Isomere umwandeln. Es ist jedoch auch denkbar, daß zunächst ein Ligand L abgespalten wird, bevor ein neu hinzukommender Ligand an einer anderen Stelle den oktaedrischen Komplex wiederherstellt. Dabei bleibt offen, inwieweit der bei einem solchen intermolekularen Prozess zwischenzeitlich gebildete Komplex mit fünffach koordiniertem Zinnatom stabil ist, und ob er eine trigonal-bipyramidale oder quadratisch-pyramidale Geometrie aufweist.

Die Ergebnisse der kristallographischen Untersuchungen an beiden Verbindungen vermitteln darüberhinaus einen detaillierten Einblick zum Einfluß des organischen Restes R auf die stereochemischen Gegebenheiten in oktaedrischen 1:2-Addukten der Monoorganozinn-trihalogenide. Dies betrifft insbesondere die Veränderungen in den Sn-X- bzw. Sn-L-Bindungsabständen (vgl. Fig. 3), aber auch die Verzerrungen in den Bindungswinkeln (vgl. Tabelle 4) am zentralen Zinnatom.

Tabelle 4

Bindungsabstände (pm) und -winkel (°) innerhalb des *fac*- und *mer*- $\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ -Stereoisomeren

Verbindung	<i>mer</i>		<i>fac</i>	
Sn(1)–Cl(1)	247.4(1)		245.5(1)	
Sn(1)–Cl(2)	245.1(1)		245.7(1)	
Sn(1)–Cl(3)	242.9(1)		239.8(1)	
Sn(1)–O(10)	215.0(3)		218.2(3)	
Sn(1)–O(20)	219.9(3)		219.5(3)	
Sn(1)–C(110)	216.9(5)		217.1(4)	
C(110)–C(111)	145.4(8)		150.5(7)	
C(110)–C(112)	148.2(9)		144.2(9)	
	<u>u = 1</u>	<u>2</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
O(u0)–C(u0)	125.8(5)	125.6(6)	125.6(5)	124.8(5)
C(u0)–C(u0)	131.3(6)	131.4(6)	130.5(5)	131.7(5)
N(u0)–C(u1)	146.4(6)	147.9(8)	143.6(7)	143.2(6)
N(u0)–C(u2)	145.9(6)	144.5(7)	143.7(7)	144.3(6)
Cl(1)–Sn(1)–Cl(2)	167.0(1)		99.2(1)	
Cl(1)–Sn(1)–Cl(3)	91.1(1)		90.8(1)	
Cl(1)–Sn(1)–O(10)	83.5(1)		91.0(1)	
Cl(1)–Sn(1)–O(20)	85.9(1)		168.0(1)	
Cl(1)–Sn(1)–C(110)	93.1(2)		93.6(1)	
Cl(2)–Sn(1)–Cl(3)	92.5(1)		87.4(1)	
Cl(2)–Sn(1)–O(10)	84.3(1)		166.8(1)	
Cl(2)–Sn(1)–O(20)	87.1(1)		91.4(1)	
Cl(2)–Sn(1)–C(110)	98.0(2)		94.6(1)	
Cl(3)–Sn(1)–O(10)	86.7(1)		84.2(1)	
Cl(3)–Sn(1)–O(20)	163.2(1)		85.5(1)	
Cl(3)–Sn(1)–C(110)	105.2(2)		174.8(1)	
O(10)–Sn(1)–O(20)	76.6(1)		77.9(1)	
O(10)–Sn(1)–C(110)	167.7(2)		93.0(2)	
O(20)–Sn(1)–C(110)	91.4(2)		89.7(2)	
Sn(1)–C(110)–C(111)	114.1(4)		113.3(4)	
Sn(1)–C(110)–C(112)	111.6(5)		114.2(4)	
C(111)–C(110)–C(112)	118.4(6)		113.2(5)	
	<u>u = 1</u>	<u>2</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
O(u0)–C(u0)–N(u0)	121.7(5)	122.7(5)	121.1(5)	120.6(4)
C(u0)–N(u0)–C(u1)	120.5(4)	120.1(5)	121.3(4)	120.4(4)
C(u0)–N(u0)–C(u2)	121.3(4)	121.3(5)	121.3(5)	121.3(4)
C(u1)–N(u0)–C(u2)	118.1(4)	118.6(4)	117.4(5)	118.4(4)

In der *fac*-Verbindung stehen beide DMF-Moleküle *cis*-ständig zum Isopropylrest, wobei die beiden Sn–O-Abstände fast gleich lang sind und 219.5(3) bzw. 218.2(3) pm betragen. Die gleiche stereochemische Position nehmen die beiden Chloratome Cl(1) und Cl(2) ein. Auch in diesem Fall sind die Sn–Cl-Abstände mit 245.5(1) bzw. 245.7(1) pm nahezu identisch. Demgegenüber beträgt der Sn–Cl-Abstand zum *trans*-ständigen Cl(3)-Atom nur 239.8(1) pm, ist also gegenüber den beiden anderen Abständen deutlich verkürzt. Naturgemäß ist dieser Zinn–Chlor-

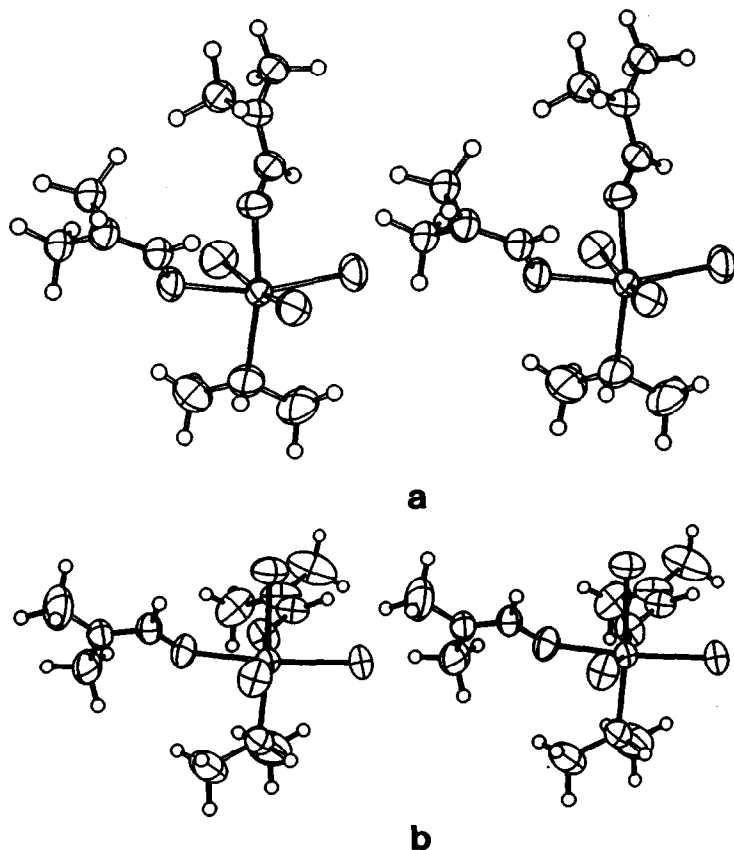


Fig. 2. Stereoskopische Darstellung des *mer*- (a) und *fac*-Stereoisomeren (b) des ${}^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$. Die Schwingungsellipsoide geben 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Atome wieder. Die Wasserstoffatome sind als Kugeln mit einem willkürlichen Radius dargestellt.

Abstand aber immer noch etwas länger als in Organozinnhalogeniden mit tetraedrisch koordiniertem Zinn wie dem ${}^1\text{BuSnCl}_3$, wo er um 232.1 pm [15] liegt.

Bei der *mer*-Verbindung streuen die Abstände (247.4(1), 245.1(1), 242.9(1)) zu den Halogenatomen, die nun alle drei *cis*-ständig zum Isopropylrest stehen, stärker als die Abstände zu den entsprechenden Chloratomen in der *fac*-Verbindung. Im Mittel bewegen sie sich jedoch auch hier um 245.1 pm. Dagegen unterscheiden sich die beiden Zinn-Sauerstoff-Abstände nun deutlich voneinander, da das DMF-Molekül in einem Fall *trans* (215.0(3) pm), im anderen Fall *cis* (219.9(3) pm) zum organischen Rest angeordnet ist.

Sowohl bei den Sn-Cl-Abständen der *fac*- als auch bei den Sn-O-Abständen der *mer*-Verbindung zeigt sich somit ein deutlicher Einfluß des Isopropylrestes: die zum organischen Rest *trans*-ständige Bindung ist gegenüber den *cis*-ständigen, die auch im Vergleich der beiden Verbindungen untereinander nahezu gleich sind, jeweils deutlich verkürzt.

Ähnliche Beobachtungen wurden bereits früher gemacht [16]. Im vorliegenden Fall ist es jedoch erstmals so, daß mögliche sterische oder elektronische Effekte

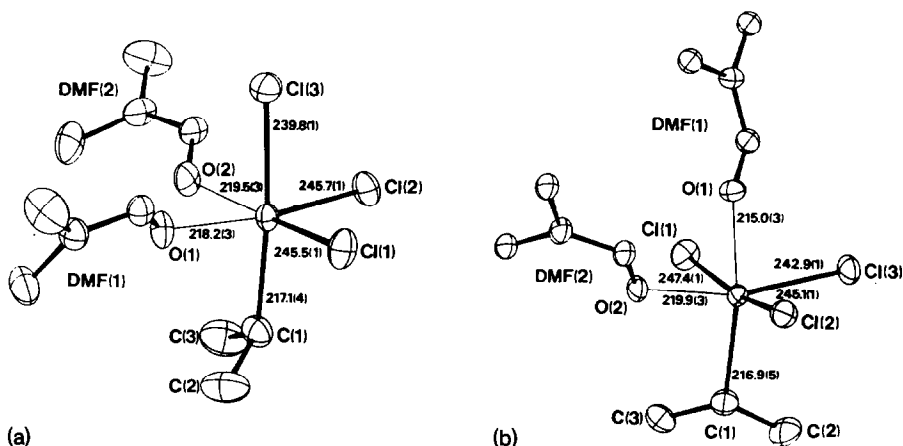


Fig. 3. Perspektivische Darstellung des *fac*- (a) und *mer*-Stereoisomeren (b) des $^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ mit den wichtigsten Atomabständen (pm); Standardabweichungen in Klammern. Die Schwingungsellipsoide geben 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Atome wieder. Die Wasserstoffatome wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht dargestellt.

durch unterschiedliche organische Reste oder Donor-Liganden auf diese *trans*-Verstärkung auszuschließen sind, da beide Moleküle aus den gleichen Untereinheiten aufgebaut sind. Ein nachweisbarer sterischer Effekt der Isopropylgruppe zeigt sich nur insofern, als alle Bindungswinkel zu ihren *cis*-ständigen Nachbarn mehr oder weniger stark aufgeweitet sind.

Experimentelles

$^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ (*mer*) 13.41 g (50.0 mmol) $^1\text{PrSnCl}_3$ [8] werden zu 20 ml (260 mmol) *N,N*-Dimethylformamid zugegeben, wobei sich die Lösung sehr stark erwärmt. Der angegebene Komplex kristallisiert beim anschließenden Abkühlen auf Raumtemperatur in Form farbloser Kristalle aus, die an der Luft sehr rasch verwittern.

$^1\text{PrSnCl}_3 \cdot 2\text{DMF}$ (*fac*) Eine Lösung von 1.10 g (15.0 mmol) *N,N*-Dimethylformamid in 2.08 g (10.0 mmol) Tetraäthoxysiloxan wird vorsichtig mit 0.75 g (2.8 mmol) $^1\text{PrSnCl}_3$ [8] überschichtet. Im Laufe mehrerer Tage geliert die Mischung, wobei einzelne, zum Teil sehr große, an der Luft sehr rasch verwitternde Kristalle des angegebenen Komplexes mit auskristallisieren.

Dank

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

Literatur

- 1 A.G. Davies und P.J. Smith, Tin, in G. Wilkinson, F.G.A. Stone und E.W. Abel (Hrsg.), *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Bd. 2, Pergamon Press, Oxford, 1982.
- 2 L.A. Aslanov, V.M. Ionov, W.M. Attiya, A.B. Permin und V.S. Petrosyan, *Zh. Struct. Khim.*, 19 (1978) 315; *J. Struct. Chem. (Engl. Transl.)*, 19 (1978) 269.

- 3 M. Webster, K.R. Mudd und D.J. Taylor, *Inorg. Chim. Acta*, 20 (1976) 231.
- 4 K.A. Psasesnitchenko, L.A. Aslanov, A.V. Jatsenko und S.V. Medvedev, *J. Organomet. Chem.*, 287 (1985) 187.
- 5 A.I. Tursina, L.A. Aslanov, S.V. Medvedev und A.V. Jatsenko, *Koord. Khim.*, 11 (1985) 417.
- 6 L.A. Aslanov, A.I. Tursina, V.V. Chernyshov, S.V. Medvedev und A.V. Jatsenko, *Koord. Khim.*, 11 (1985) 277.
- 7 A.V. Jatsenko, S.V. Medvedev, K.A. Paseshnitchenko und L.A. Aslanov, *J. Organomet. Chem.*, 284 (1985) 181.
- 8 H. Puff und H. Reuter, *J. Organomet. Chem.*, 368 (1989) 173.
- 9 T. Hahn (Editor): *International Tables For Crystallography*, Vol. A, 2. Aufl., Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1989.
- 10 G.M. Sheldrick, *SHELXS-86*, Program for Crystal Structure Determination, Göttingen, 1986.
- 11 G.M. Sheldrick, *SHELX-76*, Program for Crystal Structure Determination, Cambridge, 1976.
- 12 M. Nardelli, *PARST*, A System of Computing Routines for Calculating Molecular Parameters from Results of Crystal Structure Analysis, Parma, 1983; bearbeitet von R. Hundt, Bonn, 1988.
- 13 R. Hundt, *KPLOT*, Programm zum Zeichnen und zur Untersuchung von Kristallstrukturen, Bonn, 1979.
- 14 C.K. Johnson, *ORTEP*, A Fortran Thermal Ellipsoid Plot Program for Crystal Structure Illustrations, Oak Ridge, 1965; bearbeitet von R. Hundt, Bonn, 1969.
- 15 N. Beckermann, Dissertation, Bonn, 1986.
- 16 Y.A. Buslaev, E.A. Kravchenko, M.Y. Burtzev und L.A. Aslanov, *Coord. Chem. Rev.*, 93 (1989) 185.