

JOM 23856

Über Metallalkyl und Arylverbindungen

XLIX. * Darstellung und Strukturen neuer Diorganomagnesiumverbindungen $MgR_2(L)$, R: Methyl, Ethyl; L: TMEDA, PMDTA

Heiko Viebrock und Erwin Weiss

Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg, Martin-Luther-King Platz 6, D-20146 Hamburg (Deutschland)

(Eingegangen den 19 April 1993)

Abstract

The title compounds have been prepared from $MgMe_2$ and $MgEt_2$ as base adducts with tetramethylethylenediamine (TMEDA) or pentamethyldiethylenetriamine (PMDTA), respectively. Crystal structures of $MgEt_2(TMEDA)$ **1**, $MgMe_2(PMDTA)$ **2** and $MgEt_2(PMDTA)$ **3** have been determined by X-ray analysis. The structure of **1** is very similar to that of $MgMe_2(TMEDA)$ with the Mg atom being four-fold coordinated by the ethyl groups and the chelate ligand. In **2** and **3** the magnesium atoms have the less common coordination number five. Here the steric crowding of the magnesium coordination sphere is apparent from the measured bond lengths and angles.

Zusammenfassung

Die Titelverbindungen wurden aus $MgMe_2$ und $MgEt_2$ als Basenaddukte mit Tetramethylethylenediamin (TMEDA) bzw. Pentamethyldiethylentriamin (PMDTA) dargestellt und die Kristallstrukturen von $MgEt_2(TMEDA)$ **1**, $MgMe_2(PMDTA)$ **2** und $MgEt_2(PMDTA)$ **3** bestimmt. Die Struktur von **1** ähnelt der von $MgMe_2(TMEDA)$ mit vierfacher Koordination des Mg-Atoms durch die Ethylgruppen und den Chelatliganden. **2** und **3** enthalten das Magnesiumatom mit der selteneren Koordinationszahl fünf. Hier macht sich die Überfrachtung der Koordinationssphäre um das Magnesiumatom in den Winkeln und Abständen deutlich bemerkbar.

Key words: Magnesium

1. Einleitung

Bereits früher beschrieben wir die Strukturen der einfachsten Diorganomagnesiumverbindungen $MgMe_2$ [1] und $MgEt_2$ [2] sowie von Solvaten mit dem Chelatliganden TMEDA: $MgMe_2(TMEDA)$ [3], $MgPh_2(TMEDA)$ [4] (Abb. 1), $Mg(C\equiv CPh)_2(TMEDA)_2$ [5] und $Mg(C\equiv C^tBu)_2(TMEDA)_2$ [6]. Auch weitere Beispiele ähnlicher Solvate mit N- und O-Donoren sind bekannt [7,8].

Correspondence to: Prof. Dr. E. Weiss.

* XLVIII. Mitteilung, s. E. Weiss, F. Olbrich und J. Kopf, *Angew. Chem.*, 105 (1993) 1136; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 32 (1993) 1077.

Zur Vervollständigung der Reihe der einfachen aminsolvatisierten Magnesiumdialkylverbindungen wurden die Titelverbindungen $MgR_2(L)$ synthetisiert

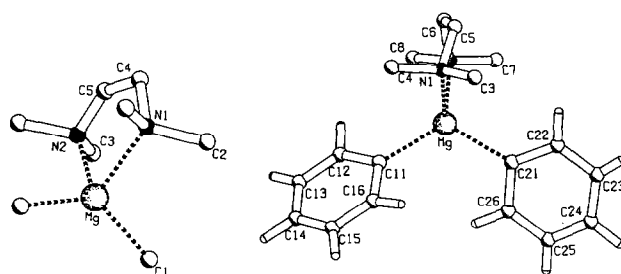


Abb. 1. PLUTON-Zeichnungen von $MgMe_2(TMEDA)$ und $MgPh_2(TMEDA)$.

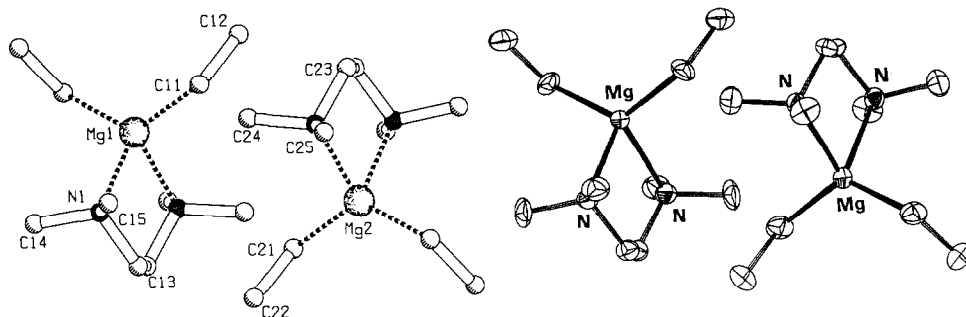


Abb. 2. PLUTON-Zeichnung von 1 mit Atomnumerierung der beiden symmetrieverwandten Formeleinheiten und PLATON-Zeichnung der thermischen Schwingungsellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

und strukturell untersucht. Sie sind aus MgMe_2 und MgEt_2 und TMEDA oder PMDTA in Diethylether präparativ einfach zugänglich. Infolge ihrer guten Löslichkeit erweisen sie sich als hervorragende Synthone zur Darstellung komplexerer Organomagnesiumverbindungen, z.B. von unsymmetrisch substituierten Verbindungen $\text{MgRR}'(\text{L})$. In $\text{MgR}_2(\text{L})$ können die Methyl- resp. Ethyl-Anionen als reaktive Liganden in einer Säure-Base-Reaktion durch CH-azideren Kohlenwasserstoffe (z.B. Cyclopentadien, Alkine) ersetzt werden. Hierüber werden wir getrennt berichten [9].

2. Resultate und Diskussion

2.1. Diethylmagnesium(TMEDA) (1)

Die Struktur von 1 ist analog zu denen von $\text{MgMe}_2(\text{TMEDA})$ [4], $\text{MgPh}_2(\text{TMEDA})$ [3] und $\text{MgMe}_2(\text{chinuclidin})_2$ [8]. Auch hier ist das Magnesiumatom verzerrt tetraedrisch von den Ethylgruppen und den N-Atomen des Chelatliganden koordiniert (Abb. 2). Die Abstände und Winkel entsprechen ganz den in $\text{MgMe}_2(\text{TMEDA})$ gefundenen Werten (Tabelle 1(c)), doch ist der Chelatligand TMEDA in 1 nicht fehlgeordnet, alle Abstände und Winkel erscheinen somit unverfälscht.

Vergleich einiger Abstände und Winkel in 1 und

$\text{MgMe}_2(\text{TMEDA})$ (Werte in Klammern): Mg-C: 216.3 für 1 (216.6 pm); Mg-N: 223.6 für 1 (222.7 und 225.7 pm); C-Mg-C: 127.7 (130.0°); N-Mg-N: 75.4 (81.5°). Der Unterschied im N-Mg-N-Winkel kann durch die leichte Fehlordnung im TMEDA-Liganden in $\text{MgMe}_2(\text{TMEDA})$ erklärt werden.

2.2. Dimethylmagnesium(PMDTA) (2)

Die asymmetrische Einheit besteht aus zwei sehr ähnlichen Molekülen mit fünffach koordinierten Magnesiumatomen. Man kann die Koordination als verzerrt quadratisch-pyramidal oder als trigonal-bipyramidal betrachten. Beide Methylgruppen liegen im gleichen Abstand zum Magnesiumatom wie in $\text{MgMe}_2(\text{TMEDA})$, doch ist erwartungsgemäß der C-Mg-C-Winkel mit 116.6 und 114.5° gegenüber den vierfach koordinierten Magnesiumdialkylen sehr gestaucht (128° für 1, 130° für $\text{Me}_2\text{Mg}(\text{tmeda})$). Alle Mg-N-Abstände sind gegenüber den bekannten Abständen von TMEDA-komplexierten Verbindungen deutlich erhöht (Tabelle 2(c)). Dieses kann mit der Überfrachtung der Koordinationssphäre am Magnesiumatom durch den räumlich sehr anspruchsvollen Liganden PMDTA erklärt werden. Durch die erhöhten Bindungsabstände ergeben sich kleinere N-Mg-N-Winkel als im TMEDA-Analogon.

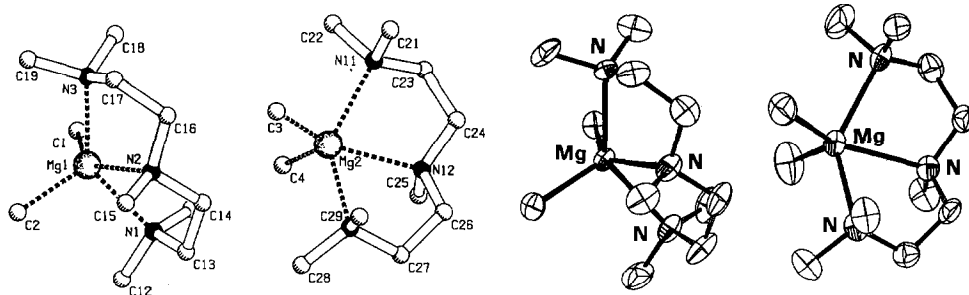


Abb. 3. PLUTON-Zeichnung von 2 mit Atomnumerierung der beiden Formeleinheiten und PLATON-Zeichnung der thermischen Schwingungsellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

TABELLE 1a. Kristallographische Daten von Diethylmagnesium (TMEDA) 1

Summenformel (Formeleinheit)	C ₁₀ H ₂₆ N ₂ Mg
Molmasse	198.6 g mol ⁻¹
Raumgruppe	C2
Formeleinheiten in der Zelle	4
Zellparameter <i>a</i>	1331.4(1) pm
<i>b</i>	803.6(1) pm
<i>c</i>	1277.4(1) pm
β	105.75(1)°
Zellvolumen	1315.4(2) · 10 ⁶ pm ³
Berechnete Dichte	1.003 g cm ⁻³
Gemessener θ -Bereich	2.25 < θ < 76.5°
Anzahl symmetrieunabhängiger Reflexe	1470
Anzahl signifikanter Reflexe	1405
Anzahl verfeinerter Parameter	129
R-Werte <i>R</i>	0.053
<i>R_w</i>	0.053
Gewichtung	1/[$\sigma^2(F_0)$]
Meßtemperatur	173 K
Kristallgröße	1.0 × 0.5 × 0.4 mm ³
Linearer Absorptions-Koeffizient	8.6 cm ⁻¹ (Cu-K α)

TABELLE 1b. Atomkoordinaten und äquivalente thermische Parameter von 1

Atom	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U_{eq}</i>
Mg(1)	0	0.24245	1/2	0.0225(8)
N(1)	0.1146(3)	0.0336(9)	0.5202(3)	0.0229(14)
C(11)	-0.0043(4)	0.3610(10)	0.3468(4)	0.0283(18)
C(12)	-0.0916(5)	0.4893(11)	0.3044(5)	0.0365(19)
C(13)	0.0489(4)	-0.1144(10)	0.4803(5)	0.0238(17)
C(14)	0.1711(4)	0.0130(13)	0.6363(4)	0.0345(16)
C(15)	0.1881(4)	0.0554(12)	0.4545(4)	0.0342(17)
Mg(2)	0	0.0205(2)	0	0.0222(8)
N(2)	0.1140(3)	0.2305(10)	0.0200(3)	0.0223(17)
C(21)	0.0049(4)	-0.0943(11)	0.1522(4)	0.0308(19)
C(22)	0.0924(4)	-0.2204(11)	0.1946(4)	0.032(2)
C(23)	0.0480(4)	0.3788(9)	-0.0199(5)	0.0225(17)
C(24)	0.1745(4)	0.2574(12)	0.1335(4)	0.0342(17)
C(25)	0.1903(4)	0.2062(12)	-0.0446(4)	0.034(2)
H				0.057(3)

2.3. Diethylmagnesium(PMDTA) (3)

Auch in 3 ist das Magnesiumatom pentakoordiniert. Ähnlich wie in 2 ist der C–Mg–C-Winkel mit 116.5° größer als der Tetraederwinkel, jedoch gestaucht im Vergleich zu 1. Die N–Mg–N-Winkel stimmen mit denen in 2 überein. Die Mg–C-Abstände sind im Gegensatz zur Struktur von 2 jedoch nicht gleich, da das Magnesiumatom von zwei verschiedenen Ethylgruppen umgeben ist. Die Abstände (Mg–C₁: 223.3, Mg–C₃: 217.4 pm) und Winkel (Mg–C₁–C₂: 123.5, Mg–C₃–C₄: 114.8°) sind deutlich unterschiedlich. Allerdings zeigt eine Ethylgruppe (C₁–C₂) eine leichte Fehlordnung, erkenntlich am erhöhten thermischen Schwingungsverhalten und einer verkürzten C–C-Bin-

dung. Die Fehlordnung ist aber geringfügig, da sich ein Fehlordnungsmodell mit zwei verschiedenen Atomlageparametersätzen für die betroffenen Atome nicht berechnen und verfeinern ließ; die Extremlagen im Modell liegen zu nahe beieinander.

Bisher sind nur wenige fünffach koordinierte Diorganomagnesiumverbindungen bekannt; zudem handelt es sich um Addukte mit O-Donoren, die sich durch eine größere Affinität zum Magnesiumatom sowie durch geringeren sterischen Anspruch auszeichnen [7a]. Daher sind Vergleiche mit den Strukturen von 2 und 3 schwieriger. Es sind auch Diorganomagnesiumverbindungen mit PMDTA als Lewis-Base bekannt, in denen PMDTA nur als zweizähliger Ligand fungiert [6]. Der Vergleich der Strukturen von 1, 2 und 3 zeigt die Auswirkungen der sukzessiven Erhöhung der Koordination am Magnesiumatom. In 1 haben die

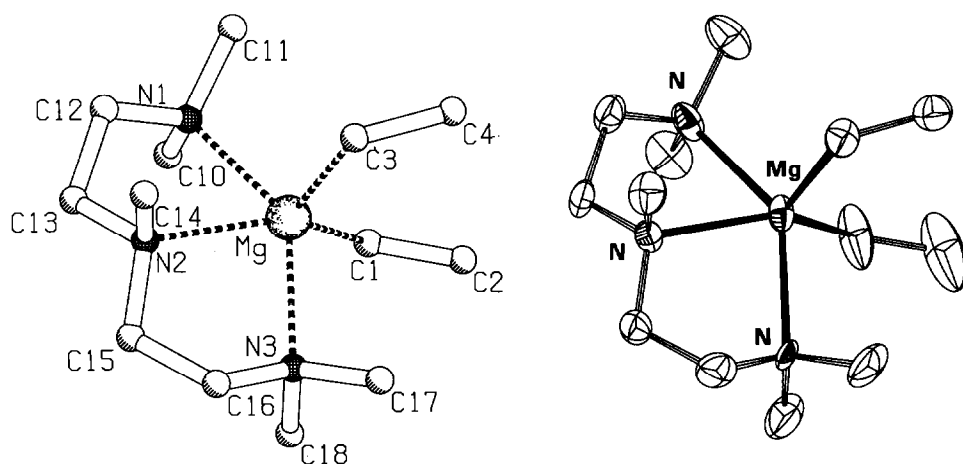


Abb. 4. PLUTON-Zeichnung von 3 mit Atomnumerierung der Formeleinheit und PLATON-Zeichnung der thermischen Schwingungsellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

TABELLE 1c. Ausgewählte Abstände (Å) und Winkel (°) von 1

Mg(1)–N(1)	2.236(5)	N(1)–Mg(1)–C(11)	106.5(2)
Mg(1)–C(11)	2.163(6)	N(1)–Mg(1)–C(11')	112.1(2)
C(11)–C(12)	1.538(10)	N(1)–Mg(1)–N(1')	82.7(2)
		C(11)–Mg(1)–C(11')	127.7(3)
		Mg(1)–C(11)–C(12)	116.5(4)
Mg(2)–N(2)	2.237(7)	N(2)–Mg(2)–C(21)	111.7(2)
Mg(2)–C(21)	2.137(6)	N(2)–Mg(2)–C(21')	106.4(2)
C(21)–C(22)	1.528(10)	N(2)–Mg(2)–N(2')	82.1(2)
		C(21)–Mg(2)–C(21')	128.8(3)
		Mg(2)–C(21)–C(22)	116.2(4)

Winkel und Abstände die für tetrakoordiniertes Magnesium üblichen Werte. Die Erhöhung der Koordinationszahl auf fünf macht sich in **2** durch erhöhte Mg–N-Abstände bemerkbar. In **3** kommt zu dieser Tatsache die Verlängerung einer Mg–C-Bindung durch die größeren Alkylreste in dieser Verbindung hinzu. Diese längere Bindung liegt aber durchaus noch im Bereich normaler Mg–C-Abstände.

3. Experimenteller Teil

Alle metallorganischen Verbindungen wurden mit Inertgasschutz (Argon) und unter Verwendung von über Na/K-Legierung getrockneten Lösemitteln dargestellt. TMEDA und PMDTA wurden über CaH₂ getrocknet und destilliert.

3.1. Diethylmagnesium(TMEDA) (1)

Zu einer Lösung von Diethylmagnesium (1.1 g, 13.4 mmol) in 100 ml Diethylether tropft man 2 ml TMEDA

TABELLE 2b. Atomkoordinaten und äquivalente thermische Parameter von 2

Atom	x	y	z	U _{eq}
Molekül 1				
Mg(1)	0.46509(12)	0.40340(3)	0.66480(9)	0.0254(3)
N(1)	0.6357(3)	0.34054(9)	0.6983(3)	0.0350(9)
N(2)	0.7139(3)	0.43340(10)	0.7593(3)	0.0365(9)
N(3)	0.3952(4)	0.46621(10)	0.7615(3)	0.0242(9)
C(1)	0.2542(4)	0.36523(12)	0.6888(3)	0.0339(11)
C(2)	0.4686(5)	0.42481(12)	0.4975(3)	0.0371(11)
C(11)	0.5956(5)	0.31193(14)	0.7853(4)	0.0513(14)
C(12)	0.6139(6)	0.31402(14)	0.5961(4)	0.0544(16)
C(13)	0.8024(4)	0.35657(13)	0.7267(4)	0.0502(13)
C(14)	0.8173(5)	0.39542(14)	0.8073(4)	0.0493(13)
C(15)	0.7927(5)	0.45837(14)	0.6823(4)	0.0489(14)
C(16)	0.6831(5)	0.46460(14)	0.8461(3)	0.0457(12)
C(17)	0.5398(5)	0.49407(12)	0.8010(4)	0.0446(13)
C(18)	0.3235(6)	0.45193(14)	0.8544(4)	0.0494(16)
C(19)	0.2739(5)	0.49205(14)	0.6836(4)	0.0521(14)
H(Molekül 1)				0.069(3)
Molekül 2				
Mg(2)	0.02161(14)	0.35300(4)	0.17703(10)	0.0319(3)
N(11)	–0.0608(3)	0.36292(11)	0.3439(3)	0.0387(10)
N(12)	0.1767(4)	0.29968(9)	0.3019(2)	0.0314(8)
N(13)	0.2656(4)	0.34588(10)	0.1181(3)	0.0352(9)
C(3)	0.0122(7)	0.42367(14)	0.1282(4)	0.0571(18)
C(4)	–0.1504(6)	0.30722(17)	0.0833(4)	0.0672(16)
C(21)	0.0077(6)	0.40453(14)	0.4016(4)	0.0506(14)
C(22)	–0.2358(5)	0.3679(2)	0.3175(5)	0.0659(18)
C(23)	–0.0155(5)	0.32322(14)	0.4154(3)	0.0429(12)
C(24)	0.1575(5)	0.30976(12)	0.4135(3)	0.0371(11)
C(25)	0.1173(6)	0.25351(12)	0.2694(4)	0.0513(13)
C(26)	0.3463(4)	0.30366(12)	0.2899(3)	0.0381(11)
C(27)	0.3566(5)	0.30634(13)	0.1710(3)	0.0430(12)
C(28)	0.2300(6)	0.34055(16)	–0.0017(3)	0.0539(16)
C(29)	0.3640(5)	0.38740(14)	0.1442(4)	0.0496(12)
H(Molekül 2)				0.078(4)

TABELLE 2a. Kristallographische Daten von Dimethylmagnesium (PMDTA) 2

Summenformel (Formeleinheit)	C ₁₁ H ₂₉ N ₃ Mg
Molmass	227.7 g mol ^{–1}
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Formeleinheiten in der Zelle	8
Zellparameter a	851.8(2) pm
b	2958.5(5) pm
c	1239.0(3) pm
β	101.41(2)°
Zellvolumen	3061(1) · 10 ⁶ pm ³
Berechnete Dichte	0.988 g cm ^{–3}
Gemessener θ-Bereich	2.25 < θ < 76.5°
Anzahl symmetrieunabhängiger Reflexe	6132
Anzahl signifikanter Reflexe	5231
Anzahl verfeinerter Parameter	275
R-Werte R	0.089
R _w	0.093
Gewichtung	1/[s ² (F _o)]
Meßtemperatur	173 K
Kristallgröße	0.7 × 0.5 × 0.4 mm ³
Linearer Absorptions-Koeffizient	8.1 cm ^{–1} (Cu-Kα)

TABELLE 2c. Ausgewählte Abstände (Å) und Winkel (°) von 2

Mg(1)–N(1)	2.346(3)	N(1)–Mg(1)–N(2)	75.43(11)
Mg(1)–N(2)	2.381(3)	N(1)–Mg(1)–N(3)	138.33(13)
Mg(1)–N(3)	2.351(3)	N(2)–Mg(1)–N(3)	75.24(12)
Mg(1)–C(1)	2.191(4)	N(1)–Mg(1)–C(1)	93.62(12)
Mg(1)–C(2)	2.173(4)	N(1)–Mg(1)–C(2)	105.95(14)
		N(2)–Mg(1)–C(1)	143.06(16)
		N(2)–Mg(1)–C(2)	100.46(14)
		N(3)–Mg(1)–C(1)	92.36(13)
		N(3)–Mg(1)–C(2)	107.96(13)
		C(1)–Mg(1)–C(2)	116.48(15)
Mg(2)–N(11)	2.330(4)	N(11)–Mg(2)–N(12)	74.40(11)
Mg(2)–N(12)	2.412(3)	N(11)–Mg(2)–N(13)	136.80(13)
Mg(2)–N(13)	2.345(4)	N(12)–Mg(2)–N(13)	74.59(12)
Mg(2)–C(3)	2.180(4)	N(11)–Mg(2)–C(3)	94.53(16)
Mg(2)–C(4)	2.158(5)	N(11)–Mg(2)–C(4)	105.36(16)
		N(12)–Mg(2)–C(4)	99.33(16)
		N(12)–Mg(2)–C(3)	146.18(17)
		N(13)–Mg(2)–C(3)	94.38(18)
		N(13)–Mg(2)–C(4)	108.99(17)
		C(3)–Mg(2)–C(4)	114.5(2)

(1.5 g, 13.4 mmol) und rührt 24 h. Anschließend wird die Lösung filtriert (G4-Fritte) und im Vak. bei Raumtemperatur bis zur Trockne eingengt. Zur Reinigung löst man in der gerade erforderlichen Menge Diethylether bei Raumtemperatur und kühlt auf -30°C . Man erhält farblose Kristallplättchen von 1. Ausb. 2.2 g (83%).

Sehr luft- und hydrolyseempfindlich. Löslich in Hexan und Benzol, sehr gut in Ethern. Gef.: C, 59.4; H, 13.1; N, 15.0; Mg, 12.1. $\text{C}_{10}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{Mg}$ (198.6) ber.: C, 60.5; H, 13.2; N, 14.1, Mg, 12.2%.

3.2. Dimethylmagnesium(PMDTA) (2)

Die Darstellung erfolgt völlig analog zu 1 aus Dimethylmagnesium (1.2 g, 22 mmol) und 4.5 ml PMDTA (2.8 g, 22 mmol) in 100 ml Diethylether. Ausbeute 4.5 g (90%). Löslichkeiten wie 1. Gef.: C, 53.7; H, 11.6; N, 17.5, Mg, 10.7. $\text{C}_{11}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{Mg}$ (227.7) ber.: C, 58.0; H, 12.8; N, 18.5; Mg, 10.7%.

3.3. Diethylmagnesium(PMDTA) (3)

Darstellung wie vorher beschrieben aus Diethylmagnesium (1.0 g, 12 mmol) und 2.5 ml PMDTA (1.6 g, 12 mmol) in 100 ml Diethylether. Ausbeute 2.7 g (87%). Als Alternative zu den genannten Darstellungen kann man auch das jeweilige unsolvatisierte Magnesiumdialkyl in Benzol suspendieren und durch Zugabe einer äquimolaren Menge des Amins in Lösung bringen [9].

Löslichkeiten wie 1. Gef.: C, 59.5; H, 12.7; N, 16.2;

TABELLE 3b. Atomkoordinaten und äquivalente thermische Parameter von 3

Atom	x	y	z	U_{eq}
Mg	0.68644	0.21750(14)	0.17082	0.0258(6)
N(1)	0.6120(6)	0.3695(4)	0.2225(5)	0.0323(17)
N(2)	0.4379(6)	0.2066(3)	0.1720(5)	0.0251(16)
N(3)	0.6239(7)	0.0986(4)	0.0457(5)	0.0253(17)
C(1)	0.8627(8)	0.2784(8)	0.0825(7)	0.062(3)
C(2)	0.9939(10)	0.2330(10)	0.0728(10)	0.096(5)
C(3)	0.7443(8)	0.1418(5)	0.3170(5)	0.0322(19)
C(4)	0.9017(8)	0.1322(5)	0.3409(6)	0.040(2)
C(10)	0.6231(10)	0.4366(5)	0.1345(7)	0.049(3)
C(11)	0.7036(9)	0.4015(6)	0.3141(7)	0.050(3)
C(12)	0.4649(7)	0.3631(5)	0.2537(6)	0.0352(19)
C(13)	0.3787(7)	0.3031(4)	0.1766(6)	0.0289(19)
C(14)	0.3987(8)	0.1531(5)	0.2692(6)	0.038(2)
C(15)	0.3858(8)	0.1571(5)	0.0766(6)	0.0298(17)
C(16)	0.4772(9)	0.0709(5)	0.0561(6)	0.041(3)
C(17)	0.7178(11)	0.0178(6)	0.0670(7)	0.058(3)
C(18)	0.6445(11)	0.1334(7)	-0.0652(6)	0.058(3)
H				0.059(5)

Mg, 9.1. $\text{C}_{13}\text{H}_{33}\text{N}_3\text{Mg}$ (255.7) ber.: C, 61.0; H, 13.0; N, 16.4; Mg, 9.5%.

4. Röntgenographische Untersuchungen

Alle Messungen erfolgten mit einem CAD4-Diffraktometer (Enraf-Nonius) mit $\text{Cu-K}\alpha_1$ -Strahlung bei 173 K. In allen Fällen konnte das Phasenproblem mit Hilfe direkter Methoden [10] gelöst werden. Fehlende Atome wurden in nachfolgenden Differenzfouriersynthesen gefunden und alle Nichtwasserstoff-atome durch LSQ-Rechnungen mit anisotropen Temperaturfaktoren verfeinert [11]. H-Atomlagen wurden mit ideal berechneten Lagen (Abstand C-H: 96 pm) in den Rechnungen mitgeführt und mit einem gemeinsamen isotropen Temperaturfaktor verfeinert. Abstandsberechnungen und Zeichnungen mit Programmen PLATON [12] und PLUTON [13].

TABELLE 3c. Ausgewählte Abstände (\AA) und Winkel ($^{\circ}$) von 3

Mg-N(1)	2.371(6)	N(1)-Mg-N(2)	75.41(18)
Mg-N(2)	2.365(6)	N(1)-Mg-N(3)	139.8(2)
Mg-N(3)	2.362(6)	N(2)-Mg-N(3)	74.7(2)
Mg-C(1)	2.223(9)	N(1)-Mg-C(1)	91.3(3)
Mg-C(3)	2.174(7)	N(1)-Mg-C(3)	106.7(2)
C(1)-C(2)	1.412(14)	N(2)-Mg-C(1)	143.3(3)
C(3)-C(4)	1.517(11)	N(2)-Mg-C(3)	100.2(2)
		N(3)-Mg-C(1)	96.8(3)
		N(3)-Mg-C(3)	104.7(2)
		C(1)-Mg-C(3)	116.5(3)
		Mg-C(1)-C(2)	123.5(8)
		Mg-C(3)-C(4)	114.8(5)

TABELLE 3a. Kristallographische Daten von Diethylmagnesium(PMDTA) 3

Summenformel (Formeleinheit)	$\text{C}_{13}\text{H}_{33}\text{N}_3\text{Mg}$
Molmasse	255.7 g mol^{-1}
Raumgruppe	Cc
Formeleinheiten in der Zelle	4
Zellparameter a	949.2(1) pm
b	1420.0(2) pm
c	1254.2(2) pm
β	92.60(1) $^{\circ}$
Zellvolumen	1688.8(4) $\cdot 10^6$ pm 3
Berechnete Dichte	1.006 g cm^{-3}
Gemessener θ -Bereich	2.25 $< \theta < 76.5^{\circ}$
Anzahl symmetrieunabhängiger Reflexe	1811
Anzahl signifikanter Reflexe	1780
Anzahl verfeinerter Parameter	153
R-Werte R	0.088
R_w	0.091
Gewichtung	1/ $[\sigma^2(F_o)]$
Meßtemperatur	173 K
Kristallgröße	0.5 \times 0.4 \times 0.4 mm 3
Linearer Absorptions-Koeffizient	7.7 cm^{-1} (Cu-K α)

Dank

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Förderung dieser Untersuchungen. Frau Dipl. Chem. C. Martin, Frau U. Sazama und Frau A. Wiechert sei herzlich für Hilfe bei präparativen Arbeiten gedankt. Frau C. Topf sind wir für die röntgenographischen Messungen zu Dank verpflichtet.

Literatur

- 1 E. Weiss, *J. Organomet. Chem.*, 2 (1964) 314.
- 2 E. Weiss, *J. Organomet. Chem.*, 4 (1965) 101.
- 3 D. Thoennes und E. Weiss, *Chem. Ber.*, 111 (1978) 3381.
- 4 T. Greiser, J. Kopf, D. Thoennes und E. Weiss, *J. Organomet. Chem.*, 191 (1980) 1.
- 5 B. Schubert, U. Behrens und E. Weiss, *Chem. Ber.* 122 (1981) 2640.
- 6 M. Geissler, J. Kopf und E. Weiss, *Chem. Ber.*, 122 (1989) 1395.
- 7 a) P.R. Markies, O.S. Akkerman, F. Bickelhaupt, W.J.J. Smeets und A.L. Spek, *Adv. Organomet. Chem.*, 32 (1991) 147; b) P.R. Markies, O.S. Akkerman, F. Bickelhaupt, P. v.d. Sluis, W.J.J. Smeets und A.L. Spek, *J. Organomet. Chem.*, 393 (1990), 315.
- 8 J. Toney und G.D. Stucky, *J. Organomet. Chem.*, 22 (1970) 241.
- 9 H. Viebrock, D. Abeln und E. Weiss, *Z. Naturforsch., Teil B*, im Druck.
- 10 G.M. Sheldrick, *SHELXS-86, Programs for Crystal Structure Solution*, Universität Göttingen, 1986.
- 11 G.M. Sheldrick, *SHELX-76, Programs for Crystal Structure Determination*, Universität Cambridge, England, 1976; Universität Göttingen, Deutschland.
- 12 A.L. Spek, *PLATON, An integrated tool for the analysis of the results of a crystal structure determination*, *Acta Crystallogr.*, A46 (1990) C34.
- 13 A.L. Spek, *PLUTON, Program for the display and analysis of crystal and molecular structures*, Universität Utrecht (1988–1992). Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturbestimmungen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftliche Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-57222, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefragt werden.