

Journal of Organometallic Chemistry, 426 (1992) 287–294
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne
 JOM 22374

Lithio-di-t-butylysilyldiamid, ein cyclisches Anion

Brigitte Tecklenburg, Uwe Klingebiel und Dieter Schmidt-Bäse

Institut für Anorganische Chemie der Universität, Tammannstraße 4, W-3400 Göttingen (Deutschland)

(Eingegangen den 2. September 1991)

Abstract

The aminofluorosilane $[(\text{CMe}_3)_2\text{MeSiNH}]_2\text{SiF}_2$ (**1**) is formed by treatment of SiF_4 with $(\text{CMe}_3)_2\text{MeSiNHLi}$. The mono- (**2**) and dilithium (**3**) derivatives of **1** are obtained by treatment with Me_3CLi . Treatment of **1** with four equivalents Me_3CLi and THF gives the lithium(lithiosilyldiamide) **4**, a salt with a cyclic $(\text{LiN}_2\text{Si})^-$ anion. The lithium(lithiosilyldiamide) **5** is formed when the donor [12]crown-4 is used for coordination of the Lewis acid lithium. The crystal structure for **5** has been determined.

Zusammenfassung

Das Aminofluorsilan $[(\text{CMe}_3)_2\text{MeSiNH}]_2\text{SiF}_2$ (**1**) entsteht in der Reaktion von SiF_4 mit $(\text{CMe}_3)_2\text{MeSiNHLi}$. **1** bildet mit Me_3CLi die Mono- (**2**) und Dilithiumderivate (**3**). In der Umsetzung von **1** mit vier Äquivalenten Me_3CLi und THF wird das Lithium(lithiosilyldiamid) **4** — ein Salz mit einem cyclischen $(\text{LiN}_2\text{Si})^-$ -Anion — gebildet. Wird 12[Krone]-4 als Donorsolvanz für die Koordination der Lewis-Säure Lithium eingesetzt, entsteht das Lithium(lithiosilyldiamid) **5**. Die Resultate der Röntgenstrukturanalyse von **5** werden mitgeteilt.

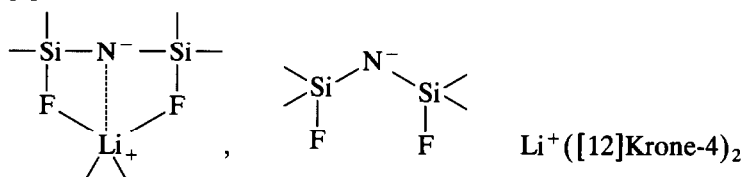
Einleitung

Reaktionen von Fluorsilanen unterscheiden sich drastisch von denen anderer Halogensilane. So werden mit primären Aminen Addukte erhalten, jedoch mit Alkalamiden Aminofluorsilane. Die starke Si–F-Bindung verhindert Kondensationsreaktionen, so daß auch $(\text{HN})_2\text{SiF}_2$ -Verbindungen und deren Lithiumderivate stabilisiert werden können.

Der strukturelle Aufbau der lithiierten Aminofluorsilane ist reich an Überraschungen und wird wesentlich von der Basizität des Stickstoffs, d.h. dem am N-Atom gebundenen Substituenten sowie den Donorsolventien, die das Lithiumatom koordinieren, bestimmt. So konnten wir kürzlich über ein Lithiumfluorsilyl-

Correspondence to: Dr. U. Klingebiel, Institut für Anorganische Chemie der Universität, Tammannstraße 4, W-3400 Göttingen, Deutschland.

amid als Kontaktionenpaar und als Ionenpaar ohne Li^+ -Anion-Kontakt berichten [1].

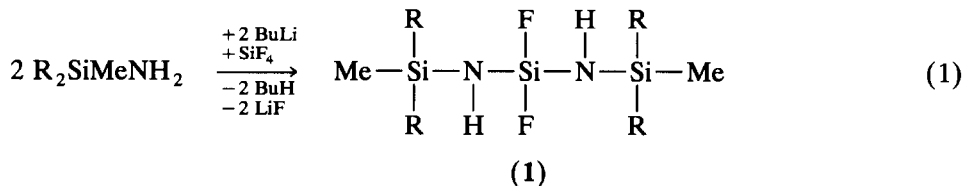


In vielen Fällen waren Amidkomplexe die ersten Beispiele ungewöhnlich koordinierter Metalle [2–4]. Auch die Kombination der Struktureinheit $\text{---N}^{\ominus}\text{---Si}^{\ominus}\text{---N}^{\ominus}$ mit Hauptgruppenelementen führte zur Synthese und Stabilisierung interessanter Moleküle [5]. So gelang mit Alkalimetallen, z.B. Lithium, die Darstellung von mono- und dimeren (LiN_2Si) -Ringen [6,7].

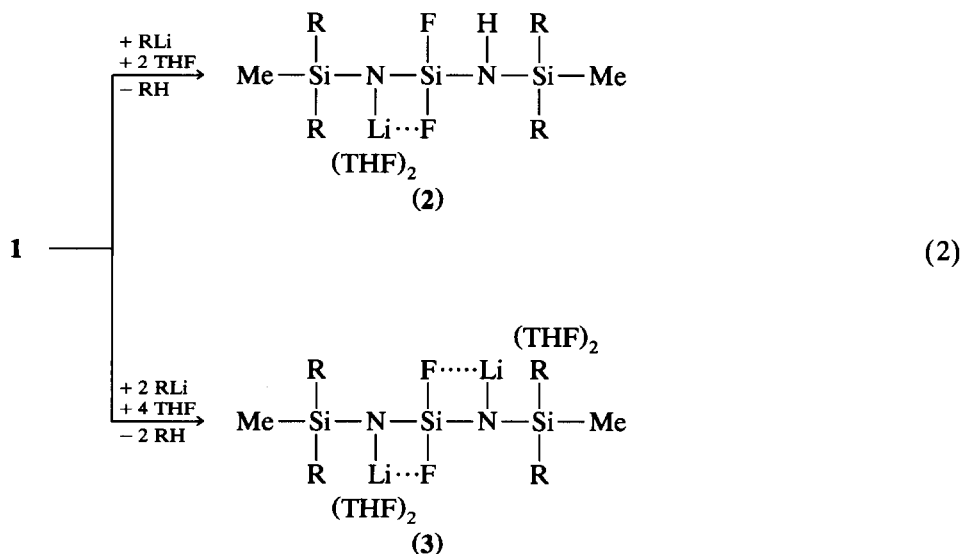
Im vorliegenden Beitrag stellen wir die Synthese eines Bis(silylamino)difluorsilans (1), dessen Mono- (2) und Di-lithiumderivat (3) sowie die Synthese und Kristallstruktur eines Silylamids mit einem bisher unbekanntem cyclischen $(\text{LiN}_2\text{Si})^{\ominus}$ -Anion vor.

Ergebnisse und Diskussion

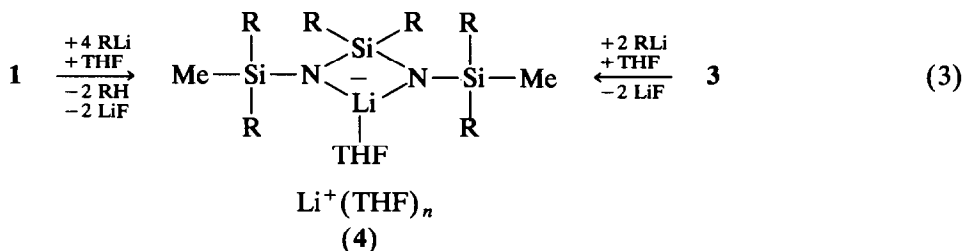
Ausgehend von $(\text{Me}_3\text{C})_2\text{SiMeNH}_2$ und SiF_4 entsteht das Bis[(di-*t*-butylmethylsilyl)amino]difluorsilan 1 (Gl. 1). Die stabilen Lithiumverbindungen 2 und 3 werden in der Reaktion von 1 mit Me_3CLi bei Anwesenheit des Donorreagens THF im molaren Verhältnis 1/1 bzw. 1/2 gebildet (Gl. 2).



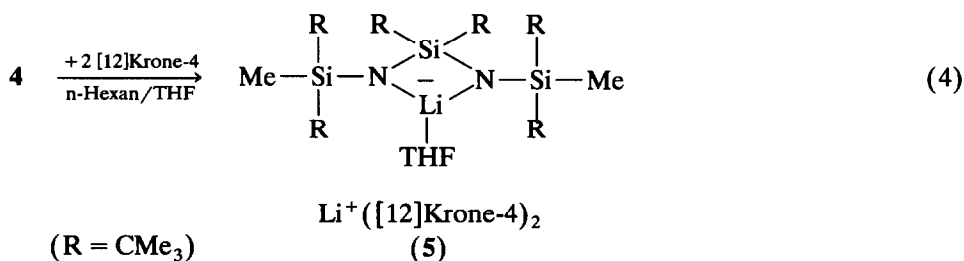
(R = CMe_3)



Aus **1** und vier Äquivalenten Me_3CLi bzw. aus **3** und zwei Äquivalenten Me_3CLi entsteht in THF das Lithium(lithiosilyldiamid) **4**, ein Salz mit dem bisher unbekanntem cyclischen $(\text{LiN}_2\text{Si})^-$ -Anion (Gl. 3).



Durch Kristallisation von **4** aus n-Hexan/THF unter Zugabe von [12]Krone-4 werden Kristalle des Lithium(lithiosilyldiamid) **5** isoliert (Gl. 4).



Eine Verbindung des Typs $\text{Me}_3\text{CSiF}[\text{NHSiMe}(\text{CMe}_3)_2]_2$, die als Vorstufe zur Synthese eines Silamidids [8] nutzbar wäre, wurde weder in der Reaktion von **1** noch von **3** mit Me_3CLi erhalten.

2 kristallisiert aus THF/Hexan mit zwei gebundenen THF-Molekülen. Die ^{19}F - und ^{29}Si -NMR-Spektren von **2** zeigen nur geringe Abweichungen bei Resonanzen und Kopplungskonstanten verglichen mit einer strukturell untersuchten Verbindung, die eine $(-\text{SiNLi}-\text{SiF}_2-\text{NSi})$ -Einheit besitzt und wie **2** in Lösung äquivalente Fluoratome hat [9]. Auf eine Kristallstrukturanalyse von **2** wurde daher verzichtet.

3 kristallisiert mit zwei Molekülen THF pro Lithiumatom. Lithium ist außerdem mit je einem Fluor- und einem Stickstoffatom koordiniert. Dadurch bildet sich ein über das Silicium verbrückter Spirocyclus, der aus zwei (SiNLiF) -Vierringen besteht. Die Lithiumkoordination des Fluors bewirkt eine Verschiebung des ^{19}F -Signals von 31.7 bei **1** auf 44.3 ppm. Im Kristall zeigt **3** Eigensymmetrie mit einem Inversionszentrum am zentralen Silicium. Leider verhinderte die Qualität der Kristalle eine befriedigende Verfeinerung, so daß zwar die Konformation des Moleküls aufgeklärt ist, jedoch keine Aussagen zu Bindungslängen und -winkeln vorgenommen werden können [10*].

Eine Röntgenstrukturanalyse wurde mit Einkristallen von **5**, die durch Kristallisation von **4** aus einem n-Hexan/THF-Gemisch unter Zugabe von [12]Krone-4 gewonnen wurden, durchgeführt.

* Die Literaturnummer mit einem Sternchen deutet eine Bemerkung in der Literaturliste an.

Kristallstruktur von 5

Die Kristallstruktur von **5** zeigt ein Lithiosilyldiamid-Anion und ein Kronenether-komplexiertes Lithium-Kation. Im planaren Vierring-Anion ist das zweite Lithium mit den Stickstoffatomen des Diamids und einem THF-Molekül nur dreifach koordiniert. Die Winkelsumme am Lithium beträgt 359.4° . Die negative Ladung der Diamid-Einheit ist für dieses Lithiumkation so attraktiv, daß es nicht, wie es für ein Silaamidid [8] und Fluorsilylamid [1] gefunden wurde, durch Komplexierung mit Kronenether vom Anion getrennt wird. Es bindet auch nur ein THF-Molekül zur Koordinationsabsättigung. Die nahezu gleichen endocyclischen (169.8 und 170.3 pm) und exocyclischen (166.5 und 165.9 pm) Si–N-Abstände verdeutlichen, daß die negative Ladung über beide N-Atome delokalisiert ist. Die Si(1)–N(1)–Si(2)- und Si(2)–N(2)–Si(3)-Winkel sind mit 153.1 und 152.9° in Richtung Linearität aufgeweitet. Die Li(1)–N-Kontakte und der Li(1)–O-Abstand sind gemäß der niedrigen Koordinationszahl des Lithiumions relativ kurz. Das mit zwei Molekülen Kronenether koordinierte Li-Atom ist formal achtfach koordiniert, die Li–O-Kontakte sind dementsprechend länger (224.1–243.0 pm).

Kristallographische Daten von 5 *

5: $C_{46}H_{100}Li_2N_2O_9Si_3$, triklin, $P\bar{1}$, a 1368.9(2), b 1510.2(3), c 1661.8(3) pm, α 81.08(1), β 74.70(1), γ 79.92(1)°, V 3.241 nm³, $\rho_{\text{ber.}}$ 1.1 g cm⁻³, $Z = 2$, $\mu(\text{Mo-K}\alpha, \text{graphitmonochromatisiert}) = 0.13 \text{ mm}^{-1}$, 10720 gesammelte Reflexe, davon 8402 unabhängige und 6919 beobachtete mit $F > 4\sigma F$, $2\theta_{\text{max}} = 45^\circ$, Verfeinerung von 671 Parametern, $R = 0.0487$, $R_w = 0.0520$, $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0007F^2$. Resteлектронендichte $5.0 \times 10^2 \text{ e nm}^{-3}$. Datensammlung auf einem Stoe-Siemens-AED-Diffraktometer bei -120°C , Strukturlösung mit Direkten Methoden [11] und Verfeinerung mit SHELXTL-76. Alle Wasserstoffatome wurden geometrisch ideal positioniert und als starre Gruppe nach einem Reitermodell in die Rechnung einbezogen. Die Temperaturfaktoren von Gruppen äquivalenter Wasserstoffatome wurden isotrop verfeinert.

Experimenteller Teil

Die Versuche wurden unter Ausschluß von Feuchtigkeit durchgeführt. NMR-Messungen bei 25°C mit einem 250-MHz-Spektrometer (außer ^{19}F : 80-MHz-Gerät). Standard für ^1H -, ^{13}C - und ^{29}Si -NMR: TMS int., für ^{19}F -NMR: C_6F_6 ext., für ^7Li -NMR: LiCl ext.

Aminofluorsilan (1)

0.02 mol (3.46 g) $(\text{CMe}_3)_2\text{SiMeNH}_2$ in 50 ml Hexan werden mit 0.02 mol BuLi (15% in Hexan) versetzt. Anschließend wird die Lösung auf -70°C gekühlt, mit 0.01 mol (1.04 g) SiF_4 versetzt und danach innerhalb von 2 h auf Raumtemperatur erwärmt. **1** wird destillativ gereinigt. Ausbeute 60%.

* Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55793, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Tabelle 1

Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von 5

Atom	x	y	z	U_{eq}^a
Si(1)	2824(1)	2397(1)	3440(1)	21(1)
N(1)	4075(2)	2450(1)	3144(1)	23(1)
Si(2)	5201(1)	2508(1)	2414(1)	21(1)
N(2)	6059(2)	2683(1)	2931(1)	21(1)
Si(3)	7117(1)	3049(1)	2974(1)	22(1)
Li(1)	4907(3)	2511(3)	3935(3)	26(2)
Li(2)	1213(4)	2490(3)	-825(3)	38(2)
C(1)	2237(2)	2138(2)	2600(2)	31(1)
C(2)	2035(2)	3540(2)	3781(2)	29(1)
C(21)	2555(2)	3954(2)	4310(2)	36(1)
C(22)	920(2)	3484(2)	4274(2)	42(1)
C(23)	1979(2)	4208(2)	2986(2)	40(1)
C(3)	2456(2)	1419(2)	4333(2)	26(1)
C(31)	2444(2)	1628(2)	5207(2)	37(1)
C(32)	1402(2)	1145(2)	4389(2)	33(1)
C(33)	3246(2)	587(2)	4135(2)	39(1)
C(4)	5068(2)	3479(2)	1497(2)	28(1)
C(41)	6014(2)	3521(2)	748(2)	41(1)
C(42)	4154(2)	3460(2)	1125(2)	43(1)
C(43)	4888(2)	4377(2)	1871(2)	34(1)
C(5)	5664(2)	1351(2)	1937(2)	29(1)
C(51)	4839(2)	1040(2)	1619(2)	47(1)
C(52)	6638(2)	1339(2)	1228(2)	41(1)
C(53)	5900(2)	635(2)	2655(2)	36(1)
C(6)	7849(2)	3637(2)	1960(2)	33(1)
C(7)	8125(2)	2064(2)	3272(2)	32(1)
C(71)	9041(2)	2370(2)	3470(2)	44(1)
C(72)	7645(2)	1419(2)	4029(2)	43(1)
C(73)	8554(2)	1515(2)	2520(2)	42(1)
C(8)	6852(2)	3967(2)	3747(2)	31(1)
C(81)	5856(2)	4582(2)	3675(2)	43(1)
C(82)	6721(3)	3560(2)	4672(2)	41(1)
C(83)	7697(3)	4582(2)	3556(2)	43(1)
O(1A)	4729(1)	2307(1)	5167(1)	29(1)
C(1A)	5022(2)	1477(2)	5649(2)	41(1)
C(2A)	5286(4)	1749(3)	6382(3)	82(2)
C(3A)	4796(3)	2712(2)	6463(2)	46(1)
C(4A)	4267(2)	2962(2)	5750(2)	34(1)
O(1B)	-451(2)	3141(2)	-746(1)	50(1)
C(1B)	-702(3)	3564(3)	-1515(2)	60(2)
C(2B)	197(3)	4026(2)	-2000(2)	53(1)
O(2B)	1121(2)	3421(1)	-2122(1)	46(1)
C(3B)	1283(3)	2892(2)	-2791(2)	49(1)
C(4B)	2082(3)	2114(2)	-2652(2)	45(1)
O(3B)	1764(2)	1597(1)	-1860(1)	40(1)
C(5B)	1142(3)	944(2)	-1888(2)	50(1)
C(6B)	717(3)	583(2)	-993(2)	52(1)
O(4B)	183(2)	1294(2)	-504(1)	49(1)
C(7B)	-821(3)	1605(3)	-600(2)	55(1)
C(8B)	-1131(2)	2513(3)	-280(2)	54(1)
O(1C)	2950(2)	2849(1)	-1316(1)	40(1)
C(1C)	3690(2)	2297(2)	-926(2)	43(1)

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Atom	x	y	z	U_{eq}^a
C(2C)	3401(2)	1355(2)	-742(2)	42(1)
O(2C)	2386(2)	1339(1)	-247(1)	39(1)
C(3C)	2268(2)	1383(2)	624(2)	37(1)
C(4C)	1148(2)	1563(2)	999(2)	36(1)
O(3C)	713(2)	2413(1)	630(1)	37(1)
C(5C)	838(2)	3170(2)	990(2)	36(1)
C(6C)	620(3)	3990(2)	391(2)	41(1)
O(4C)	1278(2)	3921(1)	-428(1)	41(1)
C(7C)	2286(3)	4113(2)	-507(2)	45(1)
C(8C)	2925(3)	3799(2)	-1313(2)	43(1)
O(1D)	9261(2)	1680(1)	6800(1)	48(1)
C(1D)	9048(3)	766(2)	6917(3)	57(2)
C(2D)	7972(3)	664(2)	7431(2)	53(1)
O(2D)	7916(2)	778(1)	8269(2)	52(1)
C(3D)	6904(3)	1028(2)	8749(2)	54(1)
C(4D)	6611(3)	2039(2)	8723(2)	51(1)
O(3D)	6399(2)	2387(1)	7948(1)	47(1)
C(5D)	6339(3)	3356(2)	7786(2)	50(1)
C(6D)	7030(3)	3609(2)	6955(2)	46(1)
O(4D)	8052(2)	3417(1)	7038(1)	45(1)
C(7D)	8776(2)	3193(2)	6276(2)	45(1)
C(8D)	8858(3)	2235(2)	6155(2)	50(1)

^a Äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

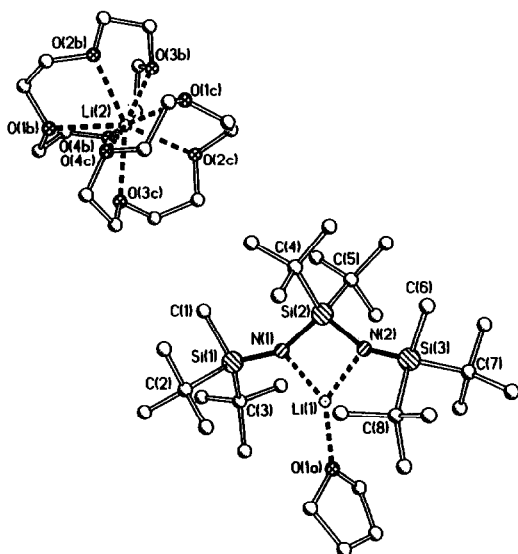


Fig. 1. Molekülstruktur von **5** im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°): Si(1)–N(1) 166.5(2), N(1)–Si(2) 169.8(2), Si(2)–N(2) 170.3(3), N(2)–Si(3) 165.9(2), N(1)–Li(1) 197.4(6), N(2)–Li(1) 199.0(4), Li(1)–O(1A) 197.8(5), Li(2)–O 224.1(5)–243.0(6); Si(1)–N(1)–Si(2) 153.1(2), Si(2)–N(1)–Li(1) 83.5(1), Si(2)–N(2)–Li(1) 82.9(2), Si(1)–N(1)–Li(1) 123.4(2), N(1)–Si(2)–N(2) 106.4(1), Si(2)–N(2)–Si(3) 152.9(1), Si(3)–N(2)–Li(1) 122.6(2), N(1)–Li(1)–N(2) 86.8(2), N(1)–Li(1)–O(1A) 136.1(2), N(2)–Li(1)–O(1A) 136.5(3).

$C_{18}H_{44}F_2N_2Si_3$ (410.4), Sdp. 117°C/0.01 mbar. MS (70 eV): $m/z = 353$ ($M - CMe_3^+$, 100%). NMR ($CDCl_3/TMS$): 1H : δ 0.14 (t, $^5J(H,F)$ 1.0 Hz, d, $^4J(H,H)$ 0.5 Hz, 6H; $SiCH_3$), 0.98 (36H; tBu); ^{13}C : δ -7.94 (t, $^4J(C,F)$ 1.5 Hz, 2C; $SiCH_3$), 20.05 (t, $^4J(C,F)$ 0.5 Hz, 4C; $SiCC_3$), 27.85 (12C, $SiCC_3$); ^{19}F : δ 31.37 (t, $^3J(H,F)$ 3.3 Hz, sept., $^5J(H,F)$ 1.0 Hz); ^{29}Si : δ -58.39 (t, $^1J(Si,F)$ 217.6 Hz, SiF_2), 10.17 (t, $^3J(Si,F)$ 0.5 Hz, 2Si, $SiMe$).

Lithium-Verbindungen 2–4

0.01 mol (4.10 g) **1** in 30 ml Hexan werden bei 0°C mit 0.01 (**2**), 0.02 (**3**) bzw. 0.04 (**4**) mol CMe_3Li (15% in Pentan) versetzt. Die Reaktion wird ^{19}F -NMR-spektroskopisch kontrolliert. Nach Reaktionsende (ca. 0.5 h) werden die Aufschlammungen bei 0°C mit wenig THF gelöst. 2–4 kristallisieren anschließend bei -20°C. Ausbeute: 70% **2**, 85% **3** bzw. 40% **4**.

2: $C_{26}H_{59}F_2LiN_2O_2Si_3$ (560.4). NMR (C_6D_6): 1H : δ 0.08 (3H; $HNSiCH_3$); 0.05 (t, $^5J(H,F)$ 1.2 Hz, 3H; $LiNSiCH_3$); 1.07 (18H; tBu), 1.16 (18H; tBu), 1.45 (8H; $O(CH_2CH_2)_2$), 3.54 (8H; $O(CH_2CH_2)_2$); 7Li -NMR: δ 0.14, ^{13}C -NMR: δ -7.72 (t, $^4J(C,F)$ 1.9 Hz, $SiCH_3$), -3.32 ($SiCH_3$), 20.52 ($HNSiCC_3$), 21.64 (t, $^4J(C,F)$ 0.9 Hz, $LiNSiCC_3$), 25.44 (OC_2C_2), 28.43 ($HNSiCC_3$), 29.52 ($LiNSiCC_3$), 68.47 (OC_2C_2); ^{19}F -NMR: δ 35.50 (d, $^3J(F,H)$ 4.5 Hz, SiF_2); ^{29}Si -NMR: δ -63.16 (t, $J(SiF)$ 210.0 Hz, SiF_2), -5.34 (t, $^3J(Si,F)$ 6.5 Hz, $LiNSi$), 7.70 (t, $^3J(Si,F)$ 1.3 Hz, $HNSi$).

3: $C_{34}H_{74}F_2Li_2N_2O_4Si_3$ (710.4). NMR (C_6D_6): 1H : δ 0.25 (6H, $SiCH_3$), 1.29 (36H, Si^tBu), 1.47 (16H, $O(CH_2CH_2)_2$), 3.54 (16H, $O(CH_2CH_2)_2$); 7Li : δ 0.63; ^{13}C -NMR: δ -2.31 ($SiCH_3$), 21.96 ($SiCC_3$), 25.55 (OC_2C_2), 29.97 ($SiCC_3$), 68.32 (OC_2C_2); ^{19}F : δ 44.3; ^{29}Si : δ -62.65 (t, $J(Si,F)$ 244.7 Hz, SiF_2), -5.45 ($SiMe$).

4: NMR (C_6D_6): ^{29}Si : δ -27.4 (Si^tBu_2), -23.03 ($SiMe$).

Lithium(lithio-di-*t*-butylsilyldiamid) (**5**)

0.005 mol **4**, gelöst bei Raumtemperatur in 30 ml Hexan/THF, werden mit ca. 0.01 mol [12]Krone-4 versetzt und bei -20°C erneut kristallisiert. Ausbeute 30%.

$C_{46}H_{100}N_2Li_2Si_3O_6$ (922.6). NMR (C_6D_6): 1H : δ 0.18 (6H, $SiCH_3$), 1.20 (36H, Si^tBu), 1.37 (16H, Si^tBu), 1.52 (4H, $O(CH_2CH_2)_2$), 3.29 (32H, $(OCH_2CH_2)_4$), 3.55 (4H, $O(CH_2CH_2)_2$); 7Li : δ -1.07 $Li[(OCH_2CH_2)_4]_2$; 2.23 $LiO(CH_2CH_2)_2$; ^{13}C : δ 0.18 ($SiCH_3$), 23.77 ($MeSiCC_3$), 24.59 (N_2SiC), 25.59 ($O(C_2C_2)_2$), 31.80 ($MeSiCC_3$), 33.18 (N_2SiCC_3), 68.15 ($(OC_2C_2)_4$), 68.28 ($O(C_2C_2)_2$); ^{29}Si : δ -27.7 (Si^tBu_2), -23.2 ($SiMe$).

Dank

Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie und der Deutschen Forschungsgemeinschaft gefördert.

Literatur und Bemerkungen

- 1 U. Pieper, S. Walter, U. Klingebiel und D. Stalke, *Angew. Chem.*, 102 (1990) 218; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 29 (1990) 209.
- 2 M.F. Lappert, P.P. Power, A.R. Sanger und R.C. Srivastava, *Metal and Metalloid Amides*, Ellis Horwood, Chichester, England, 1980.
- 3 P.G. Eller, D.C. Bradley, M.B. Hursthouse und D.W. Meek, *Coord. Chem. Rev.*, 1 (1977) 24.
- 4 J.J. Ellis, P.P. Power and S.C. Shoner, *J. Am. Chem. Soc.*, 111 (1989) 8044.

- 5 M. Veith, *Angew. Chem.*, 99 (1987) 1; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 26 (1987) 1.
- 6 Hong Chem, R.A. Bartlett, H.V. Rasika Dias, M.M. Olmstead und P.P. Power, *Inorg. Chem.*, 30 (1991) 2487.
- 7 K. Dippel, U. Klingebiel, T. Kottke, F. Pauer, G.M. Sheldrick und D. Stalke, *Chem. Ber.*, 123 (1990) 237.
- 8 G.E. Underiner und R. West, *Angew. Chem.*, 102 (1990) 579; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 29 (1990) 529.
- 9 E. Werner, U. Klingebiel, F. Pauer, D. Stalke, R. Riedel und S. Schaible, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 596 (1991) 35.
- 10 3: $C_{36}H_{74}Li_2N_2O_4F_2Si_3$, monoklin, $C2/c$, a 2368.2(5), b 1195.3(2), c 1705.5(3) pm, β 107.59(3)°, V 4.602 nm³, $\rho_{\text{ber.}}$ 1.1 g cm⁻³, $Z = 4$, $\mu(\text{Mo-}K_\alpha, \text{graphitmonochromatisiert})$ 0.24 mm⁻¹, 7341 gesammelte Reflexe, davon 4219 unabhängige und 1410 beobachtete mit $F > 4\sigma F$, $2\theta_{\text{max}} = 55^\circ$. Datensammlung auf einem Stoe-Siemens-AED-Diffraktometer bei 22°C. Strukturlösung mit Direkten Methoden [11].
- 11 G.M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A*, 46 (1990) 467.