

JOM 23655

## Polysulfonylamine

### XLVII \*. Darstellung und Kristallstrukturanalyse der ionischen Verbindung *catena*-Poly[( $\mu$ -4,4'-bipyridin)trimethylzinn]-dimesylamid-Acetonitril (1/1)

Ilona Lange, Elke Wieland, Peter G. Jones und Armand Blaschette

Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Technische Universität, Postfach 3329, D-38023 Braunschweig (Deutschland)

(Eingegangen den 3. März 1993)

#### Abstract

$\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2 \cdot 4,4'\text{-bpy}$  is obtained as an amorphous powder by treating a suspension of  $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2$  in  $\text{Et}_2\text{O}$  with one equivalent of 4,4'-bipyridine. It crystallizes from MeCN as a labile (1/1)-solvate. The crystallographic data of the latter at  $-95^\circ\text{C}$  are: monoclinic, space group  $P2_1/n$ ,  $a$  930.9(2),  $b$  1105.9(4),  $c$  2227.4(7) pm,  $\beta$  92.27(2)°,  $U$  2.2910 nm<sup>3</sup>,  $Z$  = 4. The crystal packing consists of linear-polymeric  $[\text{Me}_3\text{Sn}(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})]_n^{n+}$  cations in which the monomers are related by a glide plane, discrete  $(\text{MeSO}_2)_2\text{N}^-$  anions, and non-coordinating MeCN molecules. The angle between the  $\text{C}_5\text{N}$  planes of the bipyridine is 32°. The tin atom has a trigonal-bipyramidal environment with two apical nitrogen atoms: Sn–N 241.1/242.0, Sn–C 211.9–213.0 pm; N–Sn–N 176.8, C–Sn–C 115.9–123.9, N–Sn–C 87.0–94.0°.

#### Zusammenfassung

In  $\text{Et}_2\text{O}$  suspendiertes  $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2$  reagiert mit der äquimolaren Menge 4,4'-Bipyridin zum Komplex  $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2 \cdot 4,4'\text{-bpy}$ , der als amorphes Pulver anfällt. Aus MeCN kristallisiert die Substanz als labiles (1/1)-Solvat. Die bei  $-95^\circ\text{C}$  ermittelten kristallographischen Daten des letzteren sind: monoklin, Raumgruppe  $P2_1/n$ ,  $a$  930.9(2),  $b$  1105.9(4),  $c$  2227.4(7) pm,  $\beta$  92.27(2)°,  $U$  2.2910 nm<sup>3</sup>,  $Z$  = 4. Die Kristallpackung besteht aus linearpolymeren, durch eine Gleitspiegelebene aus Monomeren aufgebauten  $[\text{Me}_3\text{Sn}(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})]_n^{n+}$ -Kationen, diskreten  $(\text{MeSO}_2)_2\text{N}^-$ -Anionen und nichtkoordinierenden MeCN-Molekülen. Die Ringebenen des bpy-Liganden sind um 32° gegeneinander verdreht. Die Koordinationsgeometrie des Zinns ist trigonal-bipyramidal mit zwei Stickstoffatomen in den axialen Positionen: Sn–N 241.1/242.0, Sn–C 211.9–213.0 pm; N–Sn–N 176.8, C–Sn–C 115.9–123.9, N–Sn–C 87.0–94.0°.

#### 1. Einleitung

Nach unseren Erfahrungen scheinen sich die großen und relativ wenig basischen Disulfonylamid-Anionen  $(\text{RSO}_2)_2\text{N}^-$  als nützliche Gegenionen für die Stabilisierung ungewöhnlicher Komplexkationen im festen Zustand zu eignen. So erhielten wir durch Einwirkung der entsprechenden Neutralliganden auf kovalente Amide des Typs  $\text{Me}_{4-n}\text{Sn}[\text{N}(\text{SO}_2\text{R})_2]_n$  ( $n = 1, 2$ ) kri-

stalline ionische Disulfonylamide der einkernigen Organozinn(IV)-Komplexkationen  $[\text{Me}_3\text{Sn}(\text{OH})_2]_2^+$ ,  $[\text{Me}_3\text{Sn}(\text{NH}_3)_2]^+$ ,  $[\text{Me}_2\text{Sn}(\text{OH})_2]_4^{2+}$  und  $[\text{Me}_2\text{Sn}(\text{DM-SO})_4]^{2+}$ ; damit war die Möglichkeit gegeben, diese Spezies erstmalig durch Röntgenstrukturanalyse zu charakterisieren [2–4]. Als weiteres, neuartiges Beispiel beschreiben wir hier die Darstellung und die Struktur der Titelverbindung  $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2 \cdot 4,4'\text{-bpy} \cdot \text{MeCN}$  (4,4'-bpy = 4,4'-Bipyridin), in welcher ein kettenpolymeres Organozinn-Kation durch diskrete, nichtkoordinierende Dimesylamid-Gegenionen und zusätzliche MeCN-Solvatmoleküle stabilisiert ist. In der Kette sind planare  $\text{Me}_3\text{Sn}^+$ -Einheiten über zweizäh-

Correspondence to: Prof. Dr. A. Blaschette or Prof. Dr. P.G. Jones.  
\* XLVI. Mitteilung siehe Lit. 1.

nig-verbrückende 4,4'-bpy-Moleküle miteinander verknüpft.

Bajue *et al.* [5] berichteten kürzlich über die Festkörperstrukturen der 2/1-Addukte  $[(p\text{-Tolyl})_3\text{SnX}]_2 \cdot 4,4'\text{-bpy}$  ( $X = \text{Cl, Br, I}$ ). Diese liegen als zweikernige Neutralkomplexe mit 4,4'-bpy als Brückenligand vor; die Zinnatome sind trigonal-bipyramidal koordiniert, wobei die axialen Positionen vom jeweiligen Halogenid-Liganden und einem Stickstoffatom des Bipyridins besetzt werden. Im Gegensatz dazu soll  $\text{Ph}_3\text{SnCl}$  mit 4,4'-bpy einen 1/1-Komplex bilden, dem auf Grund von spektroskopischer und chemischer Evidenz nicht eine polymere, sondern eine monomere Struktur mit pentakoordiniertem Zinn (und einzähnigem 4,4'-bpy?) zugeschrieben wurde [6,7]. Ungeachtet der nicht endgültig gesicherten Konstitution des letzteren Komplexes lassen diese Befunde erkennen, daß Halogenidionen durch 4,4'-bpy nicht ohne weiteres aus der Koordinationssphäre des Zinns verdrängt werden. Als Erklärung dafür bietet sich an, daß sie im Vergleich zu dem dabei potentiell entstehenden Kation zu klein sind, um eine ionische Struktur wirksam zu stabilisieren.

## 2. Darstellung

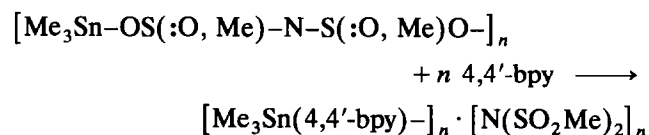
Läßt man auf eine Suspension von Trimethylzinn-dimesylamid in Diethylether die äquimolare Menge 4,4'-bpy einwirken, so bildet sich in langsamer heterogener Reaktion der 1/1-Komplex  $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2 \cdot 4,4'\text{-bpy}$  [8]. Nach einer Reaktionszeit von drei Tagen bei Raumtemperatur kann das Produkt abfiltriert werden. Die farblose Verbindung fällt in quantitativer Ausbeute mit befriedigender analytischer Reinheit als amorphes oder mikrokristallines Pulver an und schmilzt, je nach Korngröße und Kristallinität, bei einer Temperatur im Bereich von 140 bis 155°C. Die Substanz löst sich gut in Wasser, Methanol, Aceton und Acetonitril; in Dichlormethan ist sie geringfügig, in Diethylether und Petrolether praktisch unlöslich.

Das gleiche Produkt entsteht, wenn man äquimolare Mengen der Komponenten homogen in MeCN-Lösung umsetzt, das Lösemittel entfernt und den Rückstand bei vermindertem Druck trocknet oder aus warmem Dichlormethan umkristallisiert.

Einkristalle für die Röntgenstrukturanalyse entstanden aus einer bei 50°C gesättigten Lösung in Acetonitril durch zweiwöchiges Stehenlassen bei Raumtemperatur [9]. Die Kristalle enthalten pro Formeleinheit ein Molekül MeCN und sind nur unter der Mutterlauge beständig; außerhalb derselben zerfallen sie sehr rasch, wobei das Acetonitril vollständig abgegeben wird.

Obwohl die Struktur des solvensfreien Komplexes wegen seiner morphologischen Beschaffenheit und

seiner Löseeigenschaften nicht bestimmt werden konnte, erscheint die Annahme plausibel, daß bei der Bildungsreaktion die ( $\alpha$ -O,  $\omega$ -O)-gebundenen  $\mu$ -Dimesylamid-Liganden in der bekannten kettenpolymeren Struktur des Trimethylzinn-dimesylamids [10] durch Moleküle des Neutralliganden substituiert werden:



Im Einklang mit einer polymeren Struktur des komplexen Kations steht die Schwerlöslichkeit der Substanz in Solventien geringer Polarität. Bei der Auflösung in den oben genannten polaren Flüssigkeiten wird vermutlich das polymere Kation durch die Donormoleküle der Solventien zu niedermolekularen Einheiten abgebaut, die bei der Kristallisation aus MeCN wieder zum Polykation aggregieren.

## 3. Festkörperstruktur

### 3.1. Kristalldaten

$\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}_2\text{Sn}$ ,  $M$  533.2 g mol<sup>-1</sup>, monoklin, Raumgruppe  $P2_1/n$ ,  $a$  930.9(2),  $b$  1105.9(4),  $c$  2227.4(7) pm,  $\beta$  92.27(2)°,  $U$  2.2910 nm<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.546$  Mg m<sup>-3</sup>,  $F(000) = 1080$ ,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 71.073$  pm,  $\mu = 1.320$  mm<sup>-1</sup>,  $T = 178$  K.

### 3.2. Beschreibung und Diskussion der Struktur

Die Atomkoordinaten finden sich in Tabelle 1, ausgewählte Bindungsparameter in Tabelle 2. Abbildung 1 zeigt die Struktur der Formeleinheit, Abb. 2 einen Ausschnitt aus der Kristallpackung.

Die Packung enthält kettenpolymere  $[\text{Me}_3\text{Sn}(\mu\text{-4,4'-bpy})-]_n^+$ -Kationen, die parallel zueinander in Richtung der  $c$ -Achse angeordnet sind und in denen die monomeren Einheiten durch eine Gleitspiegelebene miteinander in Beziehung stehen. Zwischen den Ketten befinden sich diskrete Dimesylamid-Anionen und Acetonitril-Moleküle.

Das Zinnatom ist Mittelpunkt einer trigonalen Bipyramide, deren äquatorialen Positionen von den Methylgruppen besetzt sind. Die  $\text{SnC}_3$ -Teilstruktur weicht geringfügig von der idealen trigonal-planaren Geometrie ab: Ein C-Sn-C-Winkel besitzt den idealen Wert, die beiden anderen sind *ca.* 4° größer bzw. kleiner als 120°; die Summe der drei Winkel beträgt 360.0°, der Abstand des Sn-Atoms von der  $\text{C}_3$ -Ebene 1.5 pm. In den axialen Positionen befinden sich Stickstoffatome von zwei verbrückenden 4,4'-bpy-Molekülen. Die N-Sn-N-Achse ist mit einem Winkel von 176.8° annähernd linear. Die N-Sn-C-Winkel liegen im Bereich

TABELLE 1. Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Thermalparameter ( $\text{pm}^2$ ) der Titelverbindung

Atom	x	y	z	$U_{\text{eq}}^a$
Sn	5690.3(2)	2253.7(2)	5706.1(1)	222(1)
N(1)	6592(3)	2214(2)	6740(1)	228(6)
C(1)	6124(3)	1508(2)	7179(1)	249(8)
C(2)	6695(3)	1540(2)	7763(1)	246(8)
C(3)	7822(3)	2340(2)	7912(1)	208(7)
C(4)	8303(3)	3074(3)	7449(1)	239(7)
C(5)	7673(3)	2995(3)	6880(1)	253(8)
N(2)	4745(3)	2407(2)	4686(1)	230(6)
C(6)	5508(3)	2219(2)	4197(1)	247(8)
C(7)	4932(3)	2301(2)	3617(1)	254(8)
C(8)	3482(3)	2595(2)	3525(1)	212(7)
C(9)	2697(3)	2805(2)	4031(1)	265(8)
C(10)	3352(3)	2705(3)	4599(1)	286(8)
C(11)	5478(3)	4155(3)	5788(1)	285(8)
C(12)	7666(3)	1488(3)	5441(1)	400(10)
C(13)	4008(3)	1011(3)	5855(1)	334(9)
S(1)	771.2(8)	4385.6(6)	6003.1(3)	267(2)
S(2)	2126.9(7)	4511.3(6)	7144.5(3)	251(2)
N(3)	733(2)	4569(2)	6712(1)	268(7)
O(1)	-711(2)	4426(2)	5789(1)	434(7)
O(2)	1583(3)	3331(2)	5841(1)	410(7)
O(3)	3308(2)	5224(2)	6938(1)	437(7)
O(4)	1656(2)	4799(2)	7737(1)	330(6)
C(14)	2727(4)	3000(3)	7184(2)	448(11)
C(15)	1636(3)	5640(3)	5695(1)	353(9)
N(4)	799(4)	8593(4)	6108(2)	845(16)
C(16)	487(4)	9427(4)	6357(2)	549(13)
C(17)	65(6)	10516(5)	6678(2)	938(20)

<sup>a</sup> Äquivalente isotrope  $U$  berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$ -Tensors.

TABELLE 2. Ausgewählte Bindungsabstände (pm) und -winkel ( $^\circ$ ) der Titelverbindung <sup>a</sup>

Kation			
Sn–C(11)	212.1(3)	C(3)–C(4)	140.0(4)
Sn–C(12)	213.0(3)	C(4)–C(5)	137.7(4)
Sn–C(13)	211.9(3)	N(2)–C(6)	133.9(4)
Sn–N(1)	242.0(2)	N(2)–C(10)	134.5(4)
Sn–N(2)	241.1(2)	C(6)–C(7)	138.2(4)
N(1)–C(1)	133.9(3)	C(7)–C(8)	139.6(4)
N(1)–C(5)	135.3(4)	C(8)–C(9)	138.7(4)
C(1)–C(2)	138.5(3)	C(9)–C(10)	138.7(4)
C(2)–C(3)	140.3(4)	C(3)–C(8i)	147.8(4)
C(11)–Sn–C(12)	120.2(1)	C(1)–N(1)–C(5)	117.7(2)
C(11)–Sn–C(13)	123.9(1)	N(1)–C(1)–C(2)	123.2(2)
C(12)–Sn–C(13)	115.9(1)	N(1)–C(5)–C(4)	122.6(2)
N(1)–Sn–N(2)	176.8(1)	C(1)–C(2)–C(3)	119.6(2)
N(1)–Sn–C(11)	88.1(1)	C(2)–C(3)–C(4)	116.7(2)
N(1)–Sn–C(12)	89.2(1)	C(3)–C(4)–C(5)	120.3(2)
N(1)–Sn–C(13)	94.0(1)	C(6)–N(2)–C(10)	117.5(2)
N(2)–Sn–C(11)	88.8(1)	N(2)–C(6)–C(7)	123.4(3)
N(2)–Sn–C(12)	93.0(1)	N(2)–C(10)–C(9)	122.5(3)
N(2)–Sn–C(13)	87.0(1)	C(6)–C(7)–C(8)	119.3(2)
Sn–N(1)–C(1)	126.5(2)	C(7)–C(8)–C(9)	117.2(2)
Sn–N(1)–C(5)	115.8(2)	C(8)–C(9)–C(10)	120.1(3)
Sn–N(2)–C(6)	124.7(2)	C(2)–C(3)–C(8i)	121.9(2)
Sn–N(2)–C(10)	117.8(2)	C(4)–C(3)–C(8i)	121.3(2)
		C(7)–C(8)–C(3ii)	120.7(2)
		C(9)–C(8)–C(3ii)	122.0(2)
Acetonitril			
N(4)–C(16)	112.1(6)	N(4)–C(16)–C(17)	179.3(4)
C(16)–C(17)	146.2(6)		

<sup>a</sup> Symmetrieeoperatoren: (i)  $0.5 + x, 0.5 - y, 0.5 + z$ ; (ii)  $-0.5 + x, 0.5 - y, -0.5 + z$ .

87.0 bis  $94.0^\circ$  (Mittelwert  $90.0^\circ$ ) und damit ebenfalls in der Nähe des Idealwerts.

Die Sn–C-Bindungsabstände sind normal. Die nahezu gleich großen Sn–N-Abstände, deren Mittelwert 241.6 pm beträgt, sind rund 25 pm kürzer als die chemisch analogen Abstände in den oben erwähnten ungeladenen Zweikernkomplexen  $[(p\text{-Tolyl})_3\text{SnX}]_2 \cdot 4,4'\text{-bpy}$  [5]. Sie überschreiten die Summe der Kovalenzradien von Zinn und Stickstoff (214 [11] bzw. 211 pm [12]) nur um ca. 14% und liegen in dem für  $R_n\text{Sn} \leftarrow \text{N}$ -Bindungen charakteristischen Bereich von 230 bis 250 m [13].

Die Stickstoffatome des bpy-Liganden haben eine trigonal-planare Bindungsgeometrie mit Winkelsummen von jeweils  $360.0^\circ$ . Die zwei C–N–C-Winkel sind mit Werten von  $117.7$  bzw.  $117.5^\circ$  gleich groß und stimmen gut mit denen überein, die in anderen Strukturen mit ( $\mu$ -4,4'-bpy)-Liganden auftreten (z.B. [14–16]). Ungewöhnlich ist hingegen, daß an beiden N-Atomen die zwei Sn–N–C-Winkel mit  $126.5/115.8^\circ$  für N(1) bzw.  $124.7/117.8^\circ$  für N(2) erhebliche Unterschiede aufweisen. Zusammen mit der Abwinkelung der N–Sn–N-Achse bewirkt dieser Effekt die im Packungsbild erkennbare geringfügige Nichtlinearität der Kation-Kette.

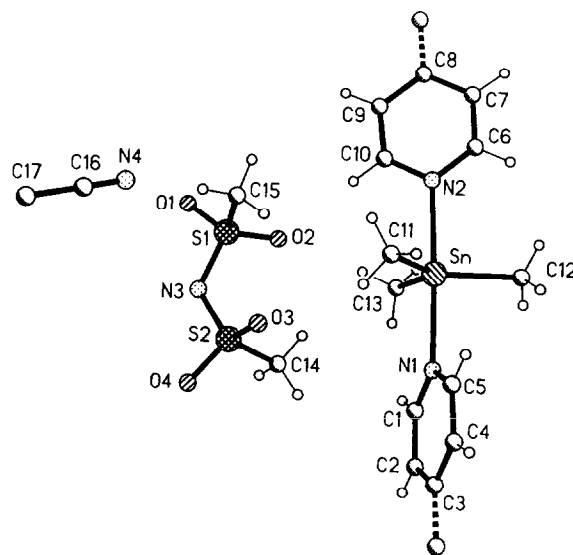


Abb. 1. Formeleinheit der Titelverbindung im Kristall. Radien sind willkürlich. Bindungen zu benachbarten asymmetrischen Einheiten sind als gebrochene Linien dargestellt.

Die Sechsringebenen des Bipyridins sind um  $32^\circ$  gegeneinander verdreht. Elektronenbeugungsmessungen an gasförmigem 4,4'-bpy ergaben eine ähnliche Konformation mit einem Diederwinkel von  $37^\circ$  [17]. Der vermutliche Grund für die Abweichung des ungestörten Moleküls von der Koplanarität der Ringe sind nichtbindende Abstoßungseffekte zwischen den Wasserstoffatomen in *o*-Stellung zur zentralen C–C-Bindung, die der  $\pi$ – $\pi$ -Konjugation (Koplanarität) der beiden Ringe entgegenwirken [17]. Als Komplexligand im kristallinen Zustand zeigt das 4,4'-bpy-Molekül offensichtlich eine breite konformationelle Flexibilität und paßt sich den Erfordernissen der jeweiligen Packungsoptimierung an. Beispielsweise wurden in den zwei kristallographisch unabhängigen linearpolymeren Einheiten von catena-Poly[bis(isopropylxanthato)( $\mu$ -4,4'-bpy)cadmium] stark unterschiedliche Diederwinkel von  $25.7$  bzw.  $2.5^\circ$  gefunden [14]. Andererseits sind auch Kristallstrukturen mit  $M(\mu$ -4,4'-bpy) $M$ -Einheiten bekannt, in denen die Ringe des Liganden koplanar sind (z.B. [15,16]). Im Zusammenhang mit der hier beschriebenen Struktur ist bemerkenswert, daß in den chemisch verwandten Zweikernkomplexen [(*p*-Tolyl) $_3$ (SnX) $_2$  · 4,4'-bpy (siehe oben) ebenfalls strenge Koplanarität des Bipyridin-Moleküls zu beobachten ist [5].

Die Bindungsparameter des MeCN-Moleküls sind unauffällig (Tabelle 2). Auf die Wiedergabe der Bindungsabstände und -winkel des Dimesylamid-Anions kann hier verzichtet werden, da sie denen in anderen ionischen Dimesylamiden weitgehend ähneln (vgl.

Tabelle 6 in Lit. 18). Lediglich der S–N–S-Winkel liegt mit  $123.2(1)^\circ$  etwas außerhalb des üblichen Bereichs von  $120.0$  bis  $121.5^\circ$ . Signifikante Kontakte zwischen den Gitterbausteinen sind nicht zu verzeichnen.

#### 4. Experimentelles

##### 4.1. Darstellung von $Me_3SnN(SO_2Me)_2 \cdot 4,4'$ -bpy

(a) Unter Feuchtigkeitsausschluß werden 2.80 g (8.33 mmol) Trimethylzinndimesylamid (Darstellung nach Lit. 10) mit einer Lösung von 1.30 g (8.33 mmol) 4,4'-Bipyridin in 80 ml Et $_2$ O versetzt. Die Suspension wird drei Tage bei Raumtemperatur gerührt, wobei sie zunehmend viskoser wird. Der Feststoff wird abfiltriert und, eventuell nach Umkristallisation aus Acetonitril, im Vakuum getrocknet bzw. vom Kristall-Acetonitril befreit. Ausbeute ca. 4 g (97–98%).  $\delta(H)$ (60 MHz; CD $_3$ CN/TMS): 0.73 (s, 9H,  $^2J(^1H-^{119}Sn)$  64 Hz, Me–Sn); 2.87 (s, 6H, Me–S); 7.6–7.8 und 8.4–8.6 (4H + 4H, 4,4'-bpy). Elementaranalyse: Gef.: C, 36.69; H, 4.80; N, 8.32; S, 13.12. C $_{15}$ H $_{23}$ N $_3$ O $_4$ S $_2$ Sn (492.21) ber.: C, 36.60; H, 4.71; N, 8.54; S, 13.03%.

(b) Bei Raumtemperatur wird eine Lösung von 1.40 g (8.96 mmol) 4,4'-bpy in 20 ml MeCN zu einer Lösung von 3.00 g (8.93 mmol)  $Me_3SnN(SO_2Me)_2$  in 50 ml MeCN gegeben. Die Mischung bleibt klar. Das Solvens wird bei vermindertem Druck abgezogen, der Rückstand in siedendem CH $_2$ Cl $_2$  aufgenommen, die heiße

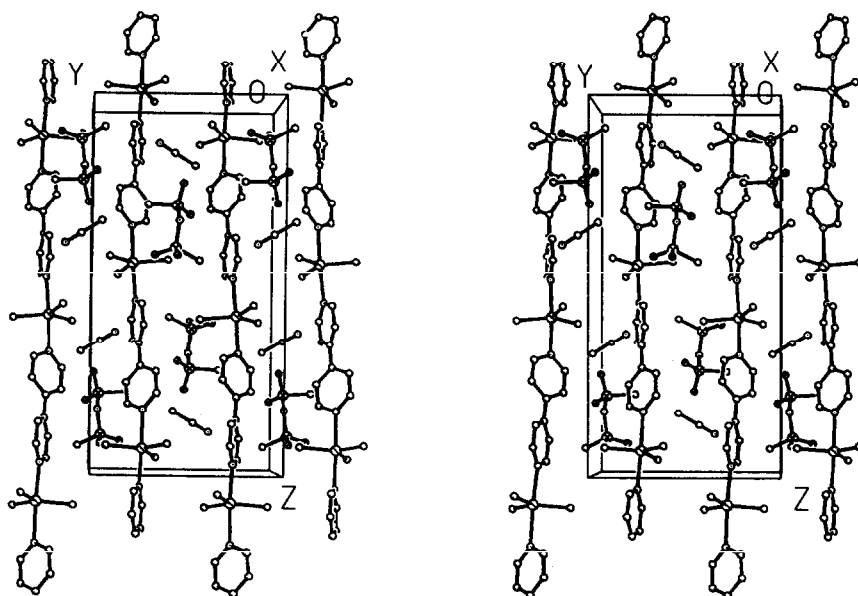


Abb. 2. Stereographisches Packungsbild der Titelverbindung mit Blickrichtung parallel zur *x*-Achse (ohne H-Atome).

Lösung mit Petrolether bis zur beginnenden Trübung versetzt und abgekühlt. Ausbeute 3.0 g (68%). Eigenschaften identisch mit denen des unter (a) erhaltenen Produkts.

#### 4.2. Röntgenstrukturanalyse der Titelverbindung

**Datensammlung und -reduktion:** Ein farbloses Prisma ca.  $0.80 \times 0.60 \times 0.45 \text{ mm}^3$  wurde mit Inertöl auf einen Glasfaden montiert und in den Kaltgasstrom des Diffraktometers gebracht (Siemens Typ R3 mit LT-2-Tiefemperaturzusatz). Mit monochromatisierter Mo K  $\alpha$ -Strahlung wurden bis  $2\theta_{\text{max}} = 55^\circ$  6906 Intensitäten gemessen, von denen 4376 unabhängig waren ( $R_{\text{int}} 0.013$ ) und 3910 als signifikant [ $> 4\sigma(F)$ ] betrachtet wurden. Absorptionskorrekturen erfolgten nach  $\psi$ -Scans mit Durchlässigkeitsfaktoren 0.80–0.87. Die Gitterkonstanten wurden aus Diffraktometerwinkeln von 48 Reflexen im  $2\theta$ -Bereich  $20$ – $23^\circ$  verfeinert.

**Strukturlösung und -verfeinerung** (Programmsystem Siemens SHELXTL PLUS): Die Struktur wurde mit direkten Methoden gelöst und anisotrop auf  $F$  verfeinert. H-Atome wurden mit einem Riding-Modell berücksichtigt. Das Gewichtsschema war  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0002F^2$ ; der  $R$ -Wert betrug 0.026 mit  $wR$  0.035; 268 Parameter; max.  $\Delta/\sigma$  0.003; max.  $\Delta\rho$   $0.93 \cdot 10^{-6} \text{ e pm}^{-3}$ ;  $S = 1.8$ .

Weitere Einzelheiten (vollständige Bindungsabstände und -winkel, H-Atom-Koordinaten, Thermalparameter, Strukturparameter) wurden beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, hinterlegt und können dort unter Angabe des vollständigen Literaturzitats und der Hinterlegungsnummer CSD-57126 angefordert werden.

#### Dank

Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie, Frankfurt am Main, für die Unterstützung mit Sachmitteln.

#### Literatur

- 1 A. Blaschette, T. Hamann, D. Henschel und P.G. Jones, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, im Druck.
- 2 A. Blaschette, D. Schomburg und E. Wieland, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 571 (1989) 75.
- 3 A. Blaschette, I. Hippel, J. Krahl, E. Wieland, P.G. Jones und A. Sebald, *J. Organomet. Chem.*, 437 (1992) 279.
- 4 I. Hippel, P.G. Jones und A. Blaschette, *J. Organomet. Chem.*, 448 (1993) 63.
- 5 S.A. Bajue, F.B. Bramwell, M. Charles, F. Cervantes-Lee und K. Pannell, *Inorg. Chim. Acta*, 197 (1992) 83.
- 6 R.C. Poller und D.L.B. Toley, *J. Chem. Soc. A*, (1967) 1578.
- 7 R.C. Poller, J.N.R. Ruddick, B. Taylor und D.L.B. Toley, *J. Organomet. Chem.*, 24 (1970) 341.
- 8 E. Wieland, *Dissertation*, TU Braunschweig 1986.
- 9 I. Hippel (jetzt: I. Lange), *Diplomarbeit*, TU Braunschweig 1991.
- 10 A. Blaschette, D. Schomburg und E. Wieland, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 566 (1988) 103.
- 11 I. Omae, *Organotin Chemistry*, *J. Organomet. Chem. Libr.*, 21 (1989) 238.
- 12 C. Glidewell, *Inorg. Chim. Acta*, 20 (1976) 113.
- 13 Zitate in Lit. 5.
- 14 B.F. Abrahams, B.F. Hoskins und G. Winter, *Aust. J. Chem.*, 43 (1990) 1759.
- 15 R.W. Gable, B.F. Hoskins und G. Winter, *Inorg. Chim. Acta*, 96 (1985) 151.
- 16 C. Chen, D. Xu, Y. Xu und C. Cheng, *Acta Crystallogr., Sect. C*, 48 (1992) 1231.
- 17 I.V. Tselinskii, P.B. Levit und V.A. Shlyapochnikov, *Zh. Obshch. Khim.*, 62 (1992) 173; *J. Gen. Chem. USSR*, 62 (1992) 142; und dort zitierte Literatur.
- 18 A. Blaschette, T. Hamann, A. Michalides und P.G. Jones, *J. Organomet. Chem.*, im Druck.