

Molekülstruktur von Bis[tris(diäthylamido)-titano]-ferrocen

Molecular Structure of Bis[tris(diethylamido)-titano]-ferrocene

ULF THEWALT und DIETMAR SCHOMBURG

Chemische Institute
der Technischen Universität Braunschweig

(Z. Naturforsch. **30b**, 636 [1975]; eingegangen am 26. Februar 1975)

Molecular Structure,
Bis[tris(diethylamido)titano]-ferrocene

The results of an X-ray structure analysis of the title compound prove the molecular structure proposed earlier to be correct. Mean values of bond lengths are Fe-C(σ): 2.06, Ti-C(σ): 2.15, and Ti-N: 1.89 Å.

Vor kurzem berichteten BÜRGER und KLUSS über die Darstellung mehrerer Komplexe mit dem σ -(Ferrocenyl)-titan-dialkylamido-Gerüst¹. Zur Absicherung des auf Grund spektroskopischer Befunde vorgeschlagenen Baues haben wir eine Röntgenstrukturanalyse des Bis[tris(diäthylamido)titano]-ferrocen durchgeführt.

Die Kristalldaten sind: Raumgruppe $P2_1/n$; $Z = 4$; $a = 9,408(5)$, $b = 25,111(12)$, $c = 18,448(18)$ Å, $\beta = 106,83(8)^\circ$, $d_{F5} = 1,135$, $d_{exp} = 1,09$ g/cm³ (Schwebemethode). Die braunen, hydrolyseempfindlichen Kristalle mußten für die Röntgenmessungen in Glaskapillaren eingeschlossen werden. Reflexintensitäten wurden auf einem automatischen Vierkreis-Diffraktometer der Fa. STOE mit MoK α -Strahlung gemessen ($\lambda = 0,71069$ Å). Die Struktur wurde mittels der direkten Methode bestimmt. Nach der Verfeinerung mit isotropen Temperaturfaktoren beträgt der R -Index ($\sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$) 0,119 für 2256 beobachtete Reflexe. Die benutzten Rechenprogramme stammen von SHELDRICK² und aus dem eigenen Arbeitskreis.

Die Abbildung zeigt das Molekül mit seinen wesentlichen Bindungsabständen und -winkeln. Die beiden Cyclopentadienylringe sind praktisch eben. Die beiden Ebenen schließen einen Winkel von 1° ein. Die Anordnung der Ringe zueinander ist eher ekliptisch als gestaffelt. Der Mittelwert der Ebenenwinkel – wobei die einzelnen Ebenen durch Fe, ein Ringzentrum und ein C-Atom des gleichen Ringes verlaufen und paarweise die kleinstmöglichen Winkel einschließen – beträgt $9,4^\circ$. (Die theoretischen Werte für eine ekliptische bzw. gestaffelte Konformation sind 36 bzw. 0° .) Die hier angetroffene Molekülkonformation läßt sicherlich keine Rückschlüsse auf die energetisch günstigste Konformation des isolierten Moleküls zu; die im Kristall realisierte Konformation dürfte eher einem Opti-

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. U. THEWALT, Sektion Röntgen- und Elektronenbeugung, Universität Ulm, D-7900 Ulm-Donau, Oberer Eselsberg.

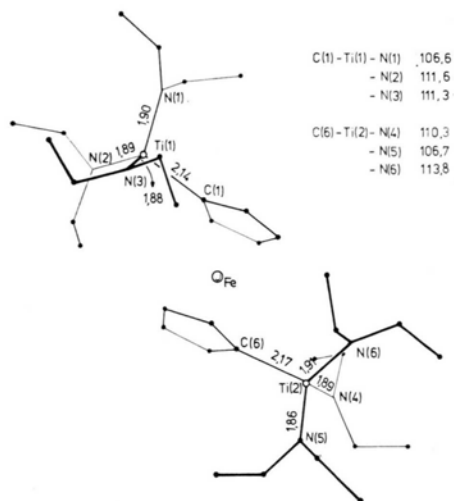


Abb. Projektion eines Moleküls. Die Standardabweichungen der aufgeführten Abstände und Winkel liegen bei $0,02$ Å bzw. $0,2^\circ$. C-Atome sind durch • dargestellt.

um der Gitterenergie entsprechen, wobei die Lage des Optimums weitgehend durch eine günstige Packung der sperrigen Substituenten der Fünfringe bestimmt ist. Die Abstände zwischen Fe und den C-Atomen der Fünfringe liegen zwischen $2,03(2)$ und $2,11(2)$ Å. Der Mittelwert ist $2,06$ Å. Der entsprechende Mittelwert für Ferrocen beträgt $2,058$ Å³. Die Titanate ragen geringfügig aus den Ebenen der an sie gebundenen Cyclopentadienringe heraus. Sie liegen auf der jeweils dem Fe-Atom abgewandten Ringseite (Ti(1): $0,09$; Ti(2): $0,26$ Å). Je drei Diäthylamidoliganden vervollständigen die Koordinationstetraeder um die Ti-Atome. Der Mittelwert der Ti-C-Bindungsabstände beträgt $2,15$ Å. Vergleichbare Werte wurden bei einer Reihe anderer titanorganischer Verbindungen mit Ti-C- σ -Bindungen gefunden – beispielsweise $2,13$ Å beim Tetrabenzyltitan^{4,5}.

Der Mittelwert der Ti-N-Abstände ist $1,89$ Å. Er ist vergleichbar mit dem Mittelwert von $1,905$ Å, der für das spirocyclische Titan-silylamid $Ti(-NMe-SiMe_2-SiMe_2-MeN-)_2$ bestimmt wurde⁶. Die sechs N-Atome und ihre Liganden liegen jeweils nahezu in einer gemeinsamen Ebene (Abstände N-Ebene durch die Liganden: $0,00$ bis $0,09$ Å).

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit; Herrn Prof. BÜRGER und Herrn Dr. KLUSS danken wir für die Kristalle.

¹ H. BÜRGER u. C. KLUSS, J. Organometall. Chem. **56**, 269 [1973].

² G. M. SHELDRICK, unveröffentlicht.

³ R. K. BOHN u. A. HAALAND, J. Organometall. Chem. **5**, 470 [1966].

⁴ G. R. DAVIES, J. A. J. JARVIS u. B. T. KILBOURN, Chem. Commun. **1971**, 1511.

⁵ I. W. BASSI, G. ALLEGRA, R. SCORDAMAGLIA u. G. CHIOCCOLA, J. Amer. Chem. Soc. **93**, 3787 [1971].

⁶ H. BÜRGER, K. WIEGEL, U. THEWALT u. D. SCHOMBURG, J. Organometall. Chem. **87**, 301 [1975].