

Die Kristall- und Molekülstruktur von $[\text{Cl}_2\text{GeNCH}_3]_3$

The Crystal and Molecular Structure of $[\text{Cl}_2\text{GeNCH}_3]_3$

MANFRED ZIEGLER und JOHANNES WEISS

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg

(Z. Naturforsch. 26 b, 735 [1971]; eingegangen am 12. Mai 1971)

Die Struktur des von EISENHUTH und VAN WAZER¹ synthetisierten $[\text{Cl}_2\text{GeNCH}_3]_3$ haben wir röntgenographisch bestimmt. Die Untersuchung bestätigte die Annahme eines sechs-gliedrigen Ringsystems mit alternierenden Germanium- und Stickstoff-Atomen.

Kristallographische Daten: [\AA] a 6,358, b 14,916, c 8,924; [$^\circ$] α 96,54, β 108, 13, γ 96,73. Raumgruppe $C_i^1 - P\bar{1}$.

Für die Aufnahmen mußte die außerordentlich Hydrolyse-empfindliche Substanz in ein Markröhrchen eingeschmolzen werden.

Die Intensitäten der aus Weissenberg-Aufnahmen mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung erhaltenen 1436 unabhängigen Reflexe wurden visuell geschätzt und in der üblichen Weise korrigiert. Eine Absorptionskorrektur wurde nicht vorgenommen.

Die Struktur wurde über Patterson- und Fourier-Synthesen bestimmt. Nach der Verfeinerung der Parameter nach der Methode der kleinsten Quadrate

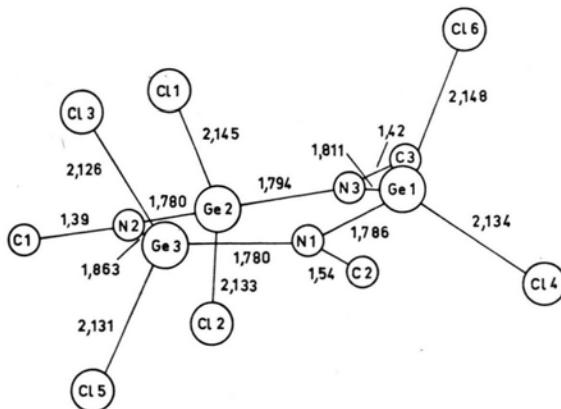


Abb. 1. Ein Molekül $[\text{Cl}_2\text{GeNCH}_3]_3$ mit Bindungsabständen.

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. JOH. WEISS, Anorgan.-Chem. Institut d. Universität Heidelberg, D-6900 Heidelberg 1, Im Neuenheimer Feld 7.

¹ W. EISENHUTH u. J. R. VAN WAZER, Inorg. nuclear Chem. Letters 3, 349 [1967].

	x	y	z
Ge(1)	1180 (5)	3628 (2)	2041 (3)
Ge(2)	7795 (5)	1740 (1)	0785 (3)
Ge(3)	1566 (5)	2068 (2)	4221 (3)
Cl(1)	4269 (14)	1629 (5)	0414 (8)
Cl(2)	2035 (13)	9216 (4)	1126 (7)
Cl(3)	9248 (17)	7620 (7)	3662 (8)
Cl(4)	3426 (15)	4205 (5)	0929 (10)
Cl(5)	4142 (15)	1259 (5)	4942 (9)
Cl(6)	0014 (14)	4807 (4)	2923 (8)
N(1)	2660 (41)	3069 (13)	3621 (22)
N(2)	9047 (34)	1381 (13)	2651 (17)
N(3)	8846 (34)	2869 (10)	0560 (19)
C(1)	8333 (44)	0526 (17)	2960 (22)
C(2)	4934 (52)	3624 (17)	4698 (27)
C(3)	7631 (54)	3215 (17)	9182 (26)

Atomkoordinaten [$\cdot 10^4$].

mit isotropen Temperaturfaktoren war der R -Wert 0,135. Anschließende Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren verbesserte den R -Wert auf 0,086.

Der sechs-gliedrige Ring ist fast eben. Die Abweichungen der Stickstoff-Atome von der durch die 3 Germanium-Atome gelegten Ebene betragen: N(1) +0,226 \AA , N(2) -0,078 \AA , N(3) -0,004 \AA . Die Bindungslängen Germanium-Stickstoff differieren etwas. Sie sind im Mittel (1,81 \AA) deutlich kürzer als man für eine Einfachbindung erwarten sollte (Summe der Kovalenzradien 2,0 \AA). Die Bindungsabstände Germanium-Chlor stimmen bei einem Mittelwert von 2,13 \AA gut mit bekannten Abständen überein (im GeHCl_3 2,114 \AA ², im GeCl_3H 2,148 \AA ³).

Die Koordination am Germanium-Atom ist erwartungsgemäß - leicht verzerrt - tetraedrisch. Die mittleren Bindungswinkel sind: Cl-Ge-Cl 103,03 $^\circ$, N-Ge-N 114,41 $^\circ$, Cl-Ge-N 109,75 $^\circ$. Der mittlere Bindungswinkel Ge-N-Ge beträgt 126,3 $^\circ$.

Die Rechnungen wurden durchgeführt auf einer Siemens 2002 im Astronomischen Recheninstitut der Universität Heidelberg, die Verfeinerung mit dem ORFLS-Programm von BUSING, MARTIN und LEVY⁴.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte diese Arbeit durch eine Sachbeihilfe.

² P. VENKATESWARLU, R. C. MOCKLER u. W. GORDY, J. chem. Physics 21, 1713 [1953].

³ J. M. MAYS u. B. P. DAILEY, J. chem. Physics 20, 1695 [1952].

⁴ W. R. BUSING, K. O. MARTIN u. H. A. LEVY, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tenn., 1962.