

Cyclische Diazastannylene, VIII [1]

Die Kristall- und Molekülstruktur eines Iminostannylen:



Cyclic Diazastannylenes, VIII [1]

The Crystal and Molecular Structure of an Iminostannylene: $\text{Sn}_3(\text{NC}(\text{CH}_3)_3)_4\text{H}_2$

M. Veith*

Institut für Anorganische Chemie der Technischen Universität Braunschweig,
Pockelsstraße 4, D-3300 Braunschweig

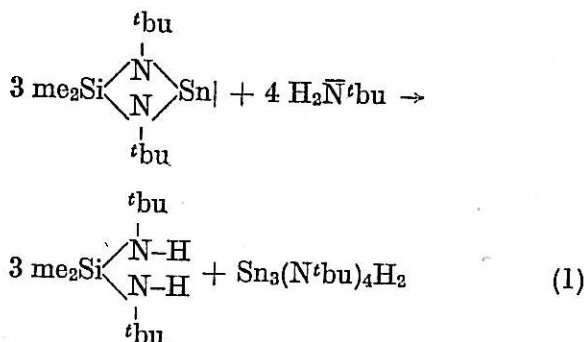
Z. Naturforsch. **35b**, 20–24 (1980); eingegangen am 3. September/8. Oktober 1979

Iminostannylenes, X-ray, Crystal Structure, Molecular Structure, Disorder

The crystal and molecular structure of the compound $\text{Sn}_3(\text{NC}(\text{CH}_3)_3)_4\text{H}_2$ has been determined from X-ray data ($R = 0.044$). The crystals are cubic, space group $\text{Pa}\bar{3}$, with cell dimension $a = 1713.6(8)$ pm and $Z = 8$. The molecules, which have a *seco*-norcubane like Sn_3N_4 framework, are statistically disordered, thus forming closed packed pairs of molecules. The Sn_3N_4 cage deviates strongly from a cube, the bond angles at Sn approaching 80° , and at N 100° . The averaged Sn–N bond distance is $223(1)$ pm.

Einleitung

Setzt man die Lewis-Säure 1.3-Di-*tert*-butyl-2.2-dimethyl-1.3.2.4 λ^2 -diazasilastannetidin mit einem molaren Überschuß der Base *tert*-Butylamin bei erhöhter Temperatur in Benzol um, so erhält man entsprechend Gleichung (1) neben N,N'-Di-*tert*-butyl-Si-Si-dimethylsilazan eine Verbindung der analytischen Zusammensetzung $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ ($^t\text{bu} = \text{C}(\text{CH}_3)_3$; $\text{me} = \text{CH}_3$).



Zur Charakterisierung dieser neuen Verbindung wurden bisher ^1H -NMR- und IR-Spektren herangezogen, die aber auf Grund ihrer Temperaturabhängigkeit keinen eindeutigen Schluß zur Konstitution zuließen [2]. Da es sich bei $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ um einen Grundkörper einer neuen Substanzklasse handelt [2], entschlossen wir uns, eine Röntgenstrukturanalyse am Kristall durchzuführen, deren Ergebnisse nachfolgend aufgeführt sind.

* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. M. Veith.
0340-5087/80/0100-020/\$ 01.00/0

Experimentelles,

Kristalldaten und Strukturbestimmung

Die Raumgruppe sowie die Gitterkonstanten von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ wurden mit Hilfe von Röntgenbeugungsaufnahmen an Einkristallen bestimmt [2]. Auf stark belichteten Filmen konnten weder Verletzungen des Auslöschungsgesetzes noch Überstrukturreflexe festgestellt werden. Alle experimen-

Tab. I. Daten zur Kristall- und Strukturbestimmung von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$.

$\text{C}_{16}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{Sn}_3$, Molmasse 642,58, kubisch, Raumgruppe $\text{P}2_1/\text{a}\bar{3}$,

$a = 1713,6(8)$ pm, $V = 5,032 \cdot 10^9$ pm 3 , $Z = 8$;
 $D_x = 1,691$ g/cm 3 ; $\mu(\text{MoK}\alpha) = 29,73$ cm $^{-1}$.

Vierkreisdiffraktometer (Picker), MoK α -Strahlung, Graphitmonochromator, LP-Korrektur; Kristallgröße: 0,2 mm 3 .

R-Wert: 0,044 für beobachtete Reflexe; 792 Reflexe, davon 162 als nicht beobachtet eingestuft.

Gewichtsschema: Verfeinerung von $\Sigma(|F_o| - |F_c|/\sigma)^2$, wobei $\sigma^2 = \frac{1}{x \cdot y}$; für $\sin \theta > 0,4$: $x = 1$;

für $\sin \theta < 0,4$: $x = \frac{\sin \theta}{0,4}$; für $F_o < 60$: $y = 1$;

für $F_o > 60$: $y = \frac{60}{F_o}$; für $F_o = 3 F_c$: $1/\sigma^2 = 10^{-10}$.

tell relevanten Größen sind in Tab. I zusammengefaßt.

Die Struktur von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ wurde mit der Bildsuchfunktion nach Buerger [3] gelöst, die eindeutig die Lagen der Zinnatome ergab. Die Lagen der Leichtatome folgten aus einer Differenz-Fourier-

Synthese, wobei die Wasserstoffatome unberücksichtigt blieben. Bei der Verfeinerung aller Parameter stiegen die B-Werte der Zinnatome beträchtlich an. Nachdem wir diesen jedoch einen konstanten Mittelwert von $6,0 \cdot 10^4 \text{ pm}^2$ zuordneten und die Besetzungsparameter beider Zinnatome freigaben, nahm der R-Wert mit Besetzungszahlen nahe 0,5 für Sn(1) und 0,833 für Sn(2) drastisch ab. Die abschließende Verfeinerung wurde mit dem in Tab. I angegebenen Gewichtsschema, anisotropen Temperaturfaktoren für alle Atome und konstanten Populationsparametern (siehe Diskussion) für Sn(1) und Sn(2) durchgeführt. Verfeinerungen der Struktur in den Raumgruppen Pbc_a bzw. P2₁3 brachte in beiden Fällen (neben starken Korrelationen) schlechtere Übereinstimmungen zwischen den beobachteten F_o - und berechneten F_c -Werten als bei der gewählten Raumgruppe Pa₃.

In Tab. II sind die Ergebnisse der Strukturbestimmung zusammengefaßt [4]. Den Atomformfaktoren der neutralen Atome Sn, N und C liegen die Werte von Cromer und Waber zugrunde [5].

Diskussion

Die Populationszahlen der Atome Sn(1) und Sn(2) (Tab. II) sind kleiner als 1,0 und weisen somit auf eine Fehlordnung der Moleküle im Kristall hin. Die folgende Ausführung erklärt zum einen diese Besetzungszahlen, gibt einen Einblick in den Zusammenhang zwischen der Kristallstruktur, der Packung und der Fehlordnung und erörtert schließlich den strukturellen Aufbau von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Molekülen.

Die Fehlordnung im kristallinen $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$

In Abb. 1 ist als Ergebnis der Strukturbestimmung ein Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ wiedergegeben. Wie man sich leicht überzeugen kann, ist die Anzahl der Stickstoffatome und der *tert*-Butylgruppen korrekt,

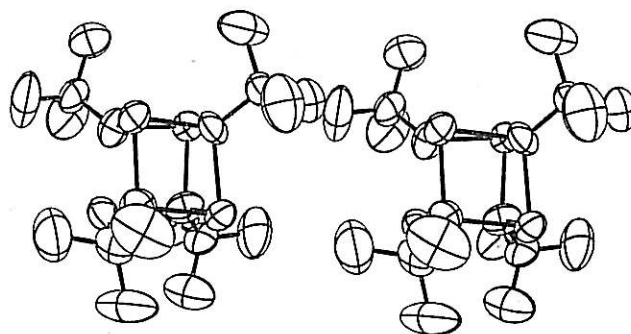


Abb. 1. Stereoskopische Darstellung eines Achtels der Elementarzelle von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$, Blickrichtung etwa $[001]$. In die fehlgeordnete Struktur ist ein Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ hineingezeichnet (Molekül A in Abb. 3). Das Atom Sn(1), das durch die Moleküllage B entsteht, ist ohne Bindungen angegeben. Zur weiteren Bezeichnung der Atome vgl. Abb. 3.

während ein Zinnatom überzählig ist. Offenbar sind nicht alle gezeichneten Zinn-Positionen voll besetzt. Pulverguinieraufnahmen von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ im Temperaturbereich von 20°C bis -170°C zeigen keinerlei Änderung im Beugungsmuster, so daß man diese Fehlordnung auf eine Lagestatistik der Moleküle und nicht auf eine Dynamik zurückführen muß.

Zur Erklärung des Phänomens sei zunächst etwas näher auf die Molekülstruktur eingegangen. Offensichtlich (Abb. 1) leitet sich das Sn_3N_4 -Molekül-

Tab. II. Ortskoordinaten, Daten zur Anisotropie der thermischen Schwingung und der Parameter des Debye-Waller-Faktors für die Atome der asymmetrischen Einheit von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$. Die B-Werte des Temperaturfaktors der Form $\exp(-B \sin^2 \theta/\lambda^2)$ wurden aus den u_{ij} -Werten berechnet. Von den Parametern u_{ij} des Temperaturfaktors $\exp[-2\pi^2 \cdot (u_{11}h^2a^{*2} + u_{22}k^2b^{*2} + u_{33}l^2c^{*2} + 2u_{12}hka^*b^* + 2u_{13}hla^*c^* + 2u_{23}kib^*c^*)]$ sind die 10^3 -fachen Werte angegeben. P. P. steht für Populationsparameter.

	P. P.	x	y	z	u_{11}	u_{22}	u_{33}	u_{12}	u_{13}	u_{23}	B (10^4 pm^2)
Sn(1)	0,500	0,0589(1)	0,0589(1)	0,0589(1)	77(1)	77(1)	77(1)	-10,2(9)	-10,2(9)	-10,2(9)	6,08(8)
Sn(2)	0,833	0,19265(5)	0,20311(5)	0,06015(5)	66,4(7)	65,2(7)	59,9(7)	-1,4(5)	8,5(4)	7,6(4)	5,04(6)
N(1)	1,000	0,1880(4)	0,1880(4)	0,1880(4)	65(4)	65(4)	65(4)	-14(4)	-14(4)	-14(4)	5,1(4)
N(2)	1,000	0,1917(6)	0,0737(6)	0,0657(6)	100(8)	74(6)	75(7)	20(6)	10(6)	-3(5)	6,6(5)
C(1)	1,000	0,2388(6)	0,2388(6)	0,2388(6)	73(5)	73(5)	73(5)	-10(6)	-10(6)	-10(6)	5,8(4)
C(11)	1,000	0,209(1)	0,3254(9)	0,233(1)	172(16)	74(9)	137(14)	-14(10)	-20(12)	-10(10)	10(1)
C(2)	1,000	0,2428(8)	0,0281(7)	0,0114(7)	90(9)	77(8)	77(8)	12(7)	16(7)	-19(7)	6,4(7)
C(21)	1,000	0,3277(9)	0,042(1)	0,031(1)	79(11)	195(20)	145(14)	42(12)	15(10)	-30(14)	11(1)
C(22)	1,000	0,224(1)	-0,058(1)	0,022(1)	213(23)	85(12)	178(19)	-26(13)	49(18)	-23(12)	13(1)
C(23)	1,000	0,226(1)	0,054(1)	-0,0724(9)	227(22)	195(19)	63(9)	85(17)	8(11)	-17(10)	13(1)

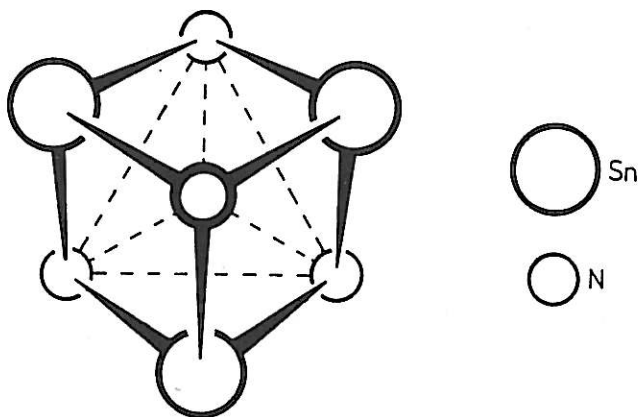


Abb. 2. Die Struktur des Sn_3N_4 -Käfigs als Ausschnitt aus dem Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$.

gerüst von einem Würfel ab, der an einer Ecke unbesetzt ist (die Wasserstoffatome sind hier nicht berücksichtigt [6]). Die Punktsymmetrie dieses Käfigs sollte demnach $3m$ sein: die vier Stickstoffatome bilden ein Tetraeder, von dem drei Flächen durch Zinnatome überspannt sind (Abb. 2). Es gibt nur eine Möglichkeit, bei Erhaltung der dreizähligen Symmetrie, dieses Molekül in die Raumgruppe $\text{Pa}3$ einzubauen, nämlich entsprechend Abb. 3 das Mole-

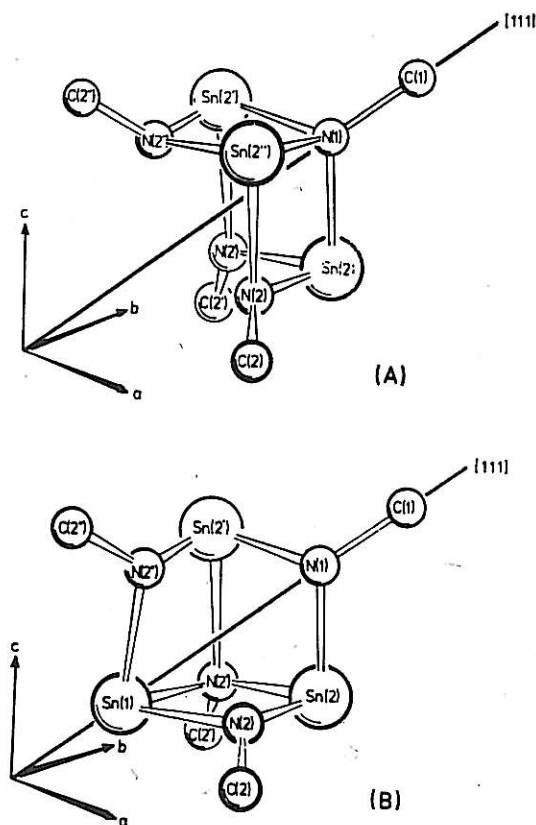


Abb. 3. Zerlegung der Superposition (Abb. 1) in zwei $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Moleküle A und B.

kül mit $\text{N}(1)\text{-C}(1)$ auf die dreizählige Achse zu setzen (Molekül A). Jede andere Lage des Sn_3N_4 -Käfigs, bei der wieder eine N-C -Achse mit der dreizähligen Achse der Raumgruppe zusammenfällt, führt zu einer Verletzung der Symmetrieoperation (Molekül B in Abb. 3) bzw. hat bei Ausführung der Symmetrieoperation C_3 eine Unterbesetzung von $\text{Sn}(2)$ von $2/3$ zur Folge. Eine Gegenüberstellung

Tab. III. Das Zustandekommen der Unterbesetzung der Atomlagen der Zinn-Atome aus der Statistik der Moleküle A und B.

	Besetzung der Atomlage	
	$\text{Sn}(1)$	$\text{Sn}(2)$
Molekül A	0,0	1,0
Molekül B	1,0	$2/3$
$0,5 \cdot A + 0,5 \cdot B$	0,5	0,8333
Zahl der Zinnatome im Molekül:		
$0,5 + 3 \cdot 0,8333 = 3,0$.		

entsprechend Tab. III führt zum Schluß, daß in der Kristallstruktur von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ offenbar 50% der Moleküllage A neben 50% der um die dreizählige Achse fehlgeordneten Moleküllage B gleichzeitig vorliegen. Die aus diesem Modell errechneten Besetzungszahlen ergeben sich nämlich nur für diesen Fall zu 0,5 für $\text{Sn}(1)$ und 0,833 für $\text{Sn}(2)$. Alle Leichtatome des Moleküls erfüllen sämtliche Symmetrieoperationen der Raumgruppe $\text{Pa}3$, womit sich die statistische Unterbesetzung allein auf die Zinnatome beschränkt (vgl. Tab. II).

Die Packung der $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Moleküle im Gitter

Es erscheint naheliegend, als Ursache für die gefundene Fehlordnung die Packung der Moleküle anzusehen. Die $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Käfige sind nach außen hin durch Methylgruppen völlig abgeschirmt, so daß der Zusammenhalt der Struktur ausschließlich durch Van-der-Waals-Kräfte erfolgt. Der kürzeste gefundene intermolekulare Abstand geht mit 404,1 pm auf die Berührung zweier Methylgruppen ($\text{C}(22)$ und $\text{C}(23')$) zurück. Berechnet man die Abstände zwischen den einzelnen Molekülschwerpunkten (derjenige der asymmetrischen Einheit liegt mit $x = y = z = 0,128$ ziemlich nahe bei $1/8, 1/8, 1/8$), so ergibt sich folgende Reihe (vergleiche auch Abb. 4): 760 pm, 6×953 pm und 6×1050 pm. Die hieraus abgeleitete Koordinationszahl 13 zeigt deutlich, daß es sich hier sicher nicht um eine zur dichtesten

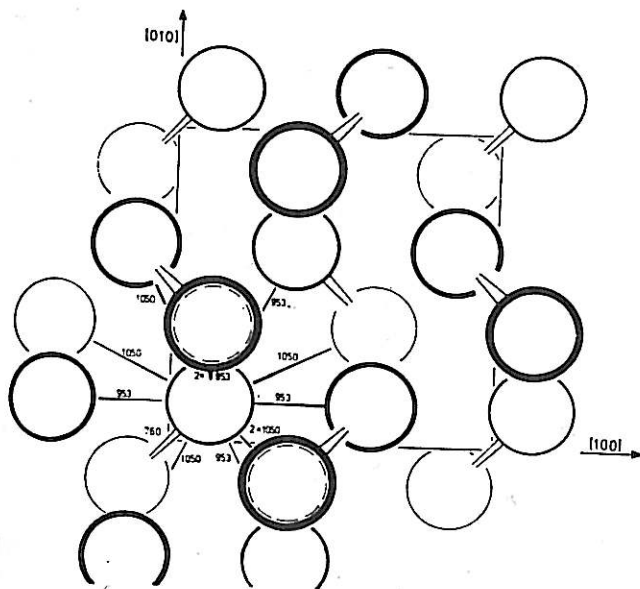


Abb. 4. Vereinfachte Darstellung der Packung von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$. Jede gezeichnete Kugel steht stellvertretend für ein Molekül. Die angegebenen Abstände beziehen sich auf die Molekül-Schwerpunkte.

Kugelpackung ($\text{KZ} = 12$) analoge Anordnung handelt. Faßt man aber zwei Moleküle, wie es auch die obige Abstandsfolge nahelegt, über das Inversionszentrum zu einem „Dimeren“ zusammen (Abb. 4), so erhält man eine Packung, wie sie für eine dichteste Anordnung von Hantelmolekülen typisch ist: So kristallisiert z. B. Acetylen ebenfalls in $\text{Pa}3$ mit $Z = 4$ [7], $\alpha\text{-N}_2$ in der translationengleichen Untergruppe $\text{P}2_13$ mit $Z = 4$ [8] (siehe auch Autoren: $\text{Pa}3$ [9]) und schließlich Dicyan in einer weiteren translationengleichen Untergruppe von $\text{Pa}3$, nämlich in Pbca mit $Z = 4$ [10]. Letztere Raumgruppe hat für ein „Hantelmolekül“ mit Inversionszentrum die meisten Freiheitsgrade und ist daher nach Kitaigorodsky [11] eine Raumgruppe mit maximal dichtester Packung.

Das Zusammengehen von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Einheiten zu Paaren erfolgt ohne die Ausbildung einer chemischen Bindung! Es läßt sich leicht zeigen, daß der Abstand $\text{N}(2) - \text{Sn}(1')$ ($\text{Sn}(1')$ entsteht aus $\text{Sn}(1)$ durch Inversion) mit 530,7 pm wesentlich größer ist als der Abstand einer chemisch sinnvollen Bindung der Art $\text{Sn} \cdots \text{H} - \text{N}$ (geschätzt etwa 340 bis 380 pm [12]). Die gefundene „Dimerisation“ erfolgt demnach im wesentlichen aus Packungsgründen. Die Gestalt der $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Moleküle erinnert besonders im Gerüstteil an offene Körbe: ihre Anordnung im Festkörper erfolgt nach dem Prinzip, daß immer gegenüber der Öffnung eines „Korbes“

ein „Bauch“ eines zweiten „Korbes“ zu liegen kommt. Ein Molekül der Sorte A ist somit immer gekoppelt mit dem Inversen eines Moleküls der Sorte B (Abb. 3), wobei das Atom $\text{Sn}(1')$ als „Bauch“ in das „Loch“ des Moleküls A ragt. Dieses Prinzip ist bei organischen Molekülen durchaus geläufig [11]; wie man aber an Hand einiger Beispiele gelernt hat, lassen sich Moleküle mit einem kleinen „Loch“ gegenüber der Größe des gesamten Moleküls sehr „schwierig packen“. Als Folge treten, wie in diesem Fall, Fehlorderungen auf [11].

Bei der vorliegenden Kristallstruktur wird die periphere Gestalt der Moleküle durch die vier tetraedrisch angeordneten, voluminösen *tert*-Butylgruppen bestimmt. Nach Bildung der „Dimeren“ aus den Molekülen A und fehlgeordnetem B wird bei der Packung nicht mehr zwischen „Kopf“ und „Fuß“ unterschieden (zu geringe Energieunterschiede), so daß sich für die Molekülpaare die Punktsymmetrie $\bar{3}$ ergibt. Da also eine Aussortierung von Spezies A und B ausbleibt, kommt es zu keinen Überstrukturreflexen, bzw. ist es nicht möglich, die Struktur in den Untergruppen $\text{P}2_13$ bzw. Pbca zu verfeinern.

Das $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ -Molekül

In Tab. IV sind die aus der Strukturbestimmung folgenden intramolekularen Abstände und Winkel von $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ wiedergegeben. Da einige dieser Größen durch Superposition zweier Moleküle zustande kommen, erübrigt sich eine detaillierte Diskussion. Alle gefundenen Werte entsprechen jedoch Abständen, wie wir sie schon vormalig bei dreifach koordinierten Zinn- und vierfach koordinierten Stickstoffatomen bestimmten [13, 14].

Tab. IV. Einige ausgewählte Bindungsabstände (pm) und -winkel ($^\circ$) im Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$. Bei den Standardabweichungen wurde außer der Ungenauigkeit in den Ortskoordinaten auch der Fehlereinfluß der Gitterkonstanten berücksichtigt.

$\text{Sn}(1) - \text{N}(2)$	229(2)	$\text{N}(2) - \text{Sn}(1) - \text{N}(2')$	80,4(4)
$\text{Sn}(2) - \text{N}(1)$	221(1)	$\text{N}(1) - \text{Sn}(2) - \text{N}(2)$	80,8(4)
$\text{Sn}(2) - \text{N}(2)$	222(1)	$\text{N}(1) - \text{Sn}(2) - \text{N}(2')$	81,3(4)
$\text{Sn}(2) - \text{N}(2')$	220(1)	$\text{N}(2) - \text{Sn}(2) - \text{N}(2')$	82,5(5)
$\text{N}(1) - \text{C}(1)$	151(2)	$\text{Sn}(2) - \text{N}(1) - \text{Sn}(2')$	99,4(5)
$\text{N}(2) - \text{C}(2)$	150(2)	$\text{Sn}(1) - \text{N}(2) - \text{Sn}(2)$	97,0(5)
$\text{C}(1) - \text{C}(11)$	157(3)	$\text{Sn}(1) - \text{N}(2) - \text{Sn}(2')$	97,3(5)
$\text{C}(2) - \text{C}(21,22,23)$	152(2)	$\text{Sn}(2) - \text{N}(2) - \text{Sn}(2')$	98,9(5)
		$\text{Sn}(2) - \text{N}(1) - \text{C}(1)$	119,0(9)
		$\text{Sn}(1) - \text{N}(2) - \text{C}(2)$	119,3(9)
		$\text{Sn}(2) - \text{N}(2) - \text{C}(2)$	120,1(9)
		$\text{Sn}(2') - \text{N}(2) - \text{C}(2)$	120,7(9)

Auf die Struktur und die Punktsymmetrie des Sn_3N_4 -Käfigs, der sich von einem Würfel mit fehlender Ecke ableitet, ist bereits weiter oben hingewiesen worden. Alle drei Zinnatome besitzen in diesem Molekül acht Außenelektronen durch Basenaddition. Von den vier Stickstoffatomen koordiniert eines drei Zinnatome, während alle übrigen jeweils zwei Zinnatome miteinander verbinden. Letztere sind chemisch nicht äquivalent, da an zwei von ihnen noch Wasserstoffatome gebunden sind, die in der vorliegenden Strukturbestimmung nicht lokalisierbar sind. Von den vier Stickstoffatomen des Moleküls sind also insgesamt drei vierbindig. In Lösung führt das Vorhandensein des einen nicht koordinierenden Stickstoffatoms (freies Elektronenpaar) unter anderem zu einem dynamischen Platzwechsel der zwei Wasserstoffatome auf den drei Stickstofflagen $\text{N}(2)$, $\text{N}(2')$ und $\text{N}(2'')$ (Molekül A, Abb. 3) [6]. Im Kristall ist dieser Prozeß sicher „ausgefroren“, und man sollte eine statistische Verteilung der zwei Aminwasserstoffe auf den drei Stickstoffpositionen (entsprechend ihrer kristallographischen Gleichheit) annehmen. Chemisch kann man sich den Sn_3N_4 -Käfig entstanden denken aus der dreifachen Säure-Base-Reaktion der unabhängig nicht existierenden Einheiten $(\text{SnN}^t\text{bu})_2$ und $\text{Sn}(\text{N}^t\text{buH})_2$.

Die erstmals bei einer molekularen Verbindung des zweiwertigen Zinns charakterisierte seco-norcu-

banartige Struktur des Käfigs hat, wie bereits ausführlich diskutiert [2], eine Parallele bei Aluminium-Stickstoff-Verbindungen. Das Besondere an dem Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ ist die Tatsache, daß in einem cubanartigen Käfig erstmals ein Element der 4. Hauptgruppe eingebaut ist, das außer den drei im Käfig betätigten Bindungen keine weiteren Koordinationen ausführt. Die freie Stelle am Zinnatom wird von einem einsamen Elektronenpaar eingenommen. Aus dieser Sicht verwundert es auch nicht, daß die Winkel am elektronisch weichen Zinnatom außerordentlich klein sind und nahe an 80° heranreichen (Tab. IV). Die Verhältnisse sind hier anders als bei den analogen Aluminium-Stickstoff-Verbindungen [2].

Die verhältnismäßig hohen B-Werte aller Atome (Tab. II) sind mit der Lagestatistik der Moleküle zu erklären.

Sämtliche Berechnungen wurden an der Anlage Univac 1108 des Rechenzentrums der Universität Karlsruhe (TH) durchgeführt unter Verwendung der folgenden Programme: X-Ray-System, Version 1976 [15], Ortep-II [16].

Dem Institut für Kristallographie der Universität Karlsruhe danken wir für zeitweilige Überlassung des Vierkreisdiffraktometers. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sowie dem Verband der Chemischen Industrie danken wir für finanzielle Unterstützung.

- [1] Cyclische Diazastannylene VII: M. Veith und O. Recktenwald, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, im Druck.
- [2] M. Veith, M. L. Sommer und D. Jäger, *Chem. Ber.* **112**, 2581 (1979).
- [3] M. J. Buerger, *Vector Space*, J. Wiley & Sons, New York 1959.
- [4] Eine Strukturfaktortabelle F_0/F_c kann direkt beim Verfasser angefordert werden.
- [5] D. T. Cromer und J. T. Waber, *International Tables for X-ray Crystallography*, Bd. IV, Tab. 2.2A, Kynoch Press, Birmingham 1974.
- [6] NMR-spektroskopisch läßt sich eine Bindungsfuktation im Molekül $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{bu})_4\text{H}_2$ nachweisen: so findet man unter anderem die beiden Amin-Wasserstoffatome im zeitlichen Mittel auf 3 Stickstoffatome verteilt; M. Veith und H. Lange, unveröffentl. Ergebnisse.
- [7] G. J. H. van Nes, F. van Bolhuis und A. Vos, *Acta Crystallogr. A* **34**, S 26 (1978).
- [8] S. J. la Placa und W. C. Hamilton, *Acta Crystallogr. B* **28**, 984 (1972).
- [9] A. F. Schuch und R. L. Mills, *J. Chem. Phys.* **52**, 6000 (1970).
- [10] A. S. Parkes und R. E. Hughes, *Acta Crystallogr.* **16**, 734 (1963).
- [11] A. I. Kitaigorodsky, *Molecular Crystals and Molecules*, Academic Press, New York 1973.
- [12] A. F. Wells, *Structural Inorganic Chemistry*, 4. Ed., Clarendon Press, Oxford 1975.
- [13] M. Veith, *Z. Naturforsch.* **33b**, 7 (1978).
- [14] M. Veith, *Chem. Ber.* **111**, 2536 (1978).
- [15] J. M. Stewart, F. A. Kundell und J. C. Balderin, *The X-ray System*, Report TR-192, Computer Science Center, University of Maryland, USA 1970.
- [16] C. K. Johnson, Ortep-II, Oak Ridge National Laboratory, Report ORNL-3794 (2. Version) 1971.