Crystal structure of ytterbium-bis[bis(μ -dimethylsilylamido)ytterbium-dimethylsilylamide(tetrahydrofuran)]—tetrahydrofuran (1/1), $C_{32}H_{100}N_6O_2Si_{12}Yb_3 \cdot C_4H_8O$

G. W. Rabe^{*I}, A. L. Rheingold^{II} and C. D. Incarvito^{II}

^I Technische Universität München, Anorganisch-chemisches Institut, Lichtenbergstr. 4, D-85747 Garching, Germany

^{II} University of Delaware, Department of Chemistry and Biochemistry, Academy Street, Newark, DE 19716, USA

Received March 15, 2000, CCDC-No. 1267/424

Abstract

$C_{36}H_{108}N_6O_3Si_{12}Yb_3$, monoclinic, $P12_1/c1$ (No. 14), $a = 11.421(2)$ Å, $b = 28.422(5)$ Å, $c = 21.796(4)$ Å, $\beta = 96.600(4)^\circ$, $V = 7028.0$ Å³, $Z = 4$, $R_{gt}(F) = 0.039$, $wR_{ref}(F^2) = 0.108$, $T = 173$ K.

Source of material

In the glovebox, addition of a solution of potassium-bis(dimethylsilyl)amide (0.21 g, 1.2 mmol) in 20 mL toluene to a pale yellow solution of $YbI_2(THF)_2$ (0.34 g, 0.6 mmol) in 20 mL tetrahydrofuran resulted in formation of a red suspension. The reaction mixture was stirred for 30 minutes, the volatiles were removed, and the residues were extracted with hexanes. Centrifugation followed by cooling of the obtained red solution to 243 K resulted in almost complete crystallization of the complex with THF. Removal of the mother liquor followed by drying under vacuum gave the title compound as a red material (0.22 g, 75%). Analytically pure complex is well soluble in hexanes, in aromatic solvents, and in tetrahydrofuran.

Discussion

Unresolvable positional disorder exists in two of the dimethyl silyl groups which gives rises to high thermal parameters among these atoms. PLATON/SQUEEZE was applied to the diffraction data to account for one severely disordered molecule of THF. Corresponding atomic coordinates and displacement parameters are not included in table 2 and 3.

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	orange block, size $0.20 \times 0.40 \times 0.40$ mm
Wavelength:	Mo K_α radiation (0.71073 Å)
μ :	41.96 cm^{-1}
Diffraction, scan mode:	CCD area detector, φ and ω scans
$2\theta_{\text{max}}$:	50°
$N(hkl)_{\text{measured}}$, $N(hkl)_{\text{unique}}$:	27382, 10849
Criterion for I_{obs} , $N(hkl)_{\text{gt}}$:	$I_{\text{obs}} > 2 \sigma(I_{\text{obs}})$, 8785
$N(\text{param})_{\text{refined}}$:	478
Programs:	SHELXTL [1], PLATON [2]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	U_{iso}
H(1A)	4e	0.8236	−0.1081	0.3484	0.093
H(1B)	4e	0.7698	−0.1200	0.2785	0.093
H(2A)	4e	0.6437	−0.1692	0.3094	0.250
H(2B)	4e	0.7172	−0.1660	0.3764	0.250
H(3A)	4e	0.5018	−0.0718	0.3158	0.058
H(3B)	4e	0.5672	−0.0563	0.3820	0.058
H(4A)	4e	0.5848	−0.1290	0.4119	0.112
H(4B)	4e	0.5025	−0.1435	0.3500	0.112
H(5A)	4e	0.8875	0.0425	0.5339	0.069
H(5B)	4e	0.8546	0.0850	0.4870	0.069
H(5C)	4e	0.9702	0.0542	0.4814	0.069
H(6A)	4e	0.7881	−0.0319	0.5297	0.074
H(6B)	4e	0.8049	−0.0670	0.4740	0.074
H(6C)	4e	0.6783	−0.0445	0.4800	0.074
H(7A)	4e	0.6451	0.0856	0.5156	0.086
H(7B)	4e	0.5531	0.0429	0.5126	0.086
H(7C)	4e	0.5066	0.0958	0.5029	0.086
H(8A)	4e	0.4278	0.0425	0.3320	0.078
H(8B)	4e	0.3672	0.0683	0.3855	0.078
H(8C)	4e	0.4133	0.0154	0.3950	0.078
H(9A)	4e	0.3699	0.0086	0.1112	0.093
H(9B)	4e	0.4623	0.0511	0.1130	0.093
H(9C)	4e	0.3729	0.0477	0.1643	0.093
H(10A)	4e	0.4136	−0.0710	0.1473	0.102
H(10B)	4e	0.4517	−0.0789	0.2195	0.102
H(10C)	4e	0.5438	−0.0888	0.1710	0.102
H(11A)	4e	0.6425	−0.0704	0.0385	0.087
H(11B)	4e	0.6895	−0.0217	0.0139	0.087
H(11C)	4e	0.5718	−0.0227	0.0472	0.087
H(12A)	4e	0.7648	−0.1099	0.1215	0.081
H(12B)	4e	0.7971	−0.0908	0.1905	0.081
H(12C)	4e	0.8894	−0.0852	0.1410	0.081
H(13A)	4e	1.1658	−0.0181	0.2106	0.072
H(13B)	4e	1.0547	−0.0040	0.1626	0.072
H(13C)	4e	1.0617	−0.0552	0.1934	0.072
H(14A)	4e	1.1921	−0.001	0.3242	0.068

* Correspondence author (e-mail: g.rabe@lrz.tu-muenchen.de)

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	<i>U</i> _{iso}
H(14B)	4e	1.0964	−0.0239	0.3634	0.068
H(14C)	4e	1.1057	0.0321	0.3578	0.068
H(15A)	4e	1.1714	0.1236	0.3096	0.076
H(15B)	4e	1.1397	0.1428	0.2407	0.076
H(15C)	4e	1.1675	0.0882	0.2524	0.076
H(16A)	4e	1.0129	0.1292	0.3775	0.063
H(16B)	4e	0.8957	0.0978	0.3697	0.063
H(16C)	4e	0.8908	0.1516	0.3479	0.063
H(17A)	4e	0.4332	0.1587	0.2748	0.086
H(17B)	4e	0.4492	0.1031	0.2674	0.086
H(17C)	4e	0.4136	0.1351	0.2077	0.086
H(18A)	4e	0.6155	0.2027	0.3136	0.074
H(18B)	4e	0.7237	0.2108	0.2743	0.074
H(18C)	4e	0.7331	0.1722	0.3280	0.074
H(19A)	4e	0.3787	0.2167	0.1294	0.092
H(19B)	4e	0.4759	0.2557	0.1195	0.092
H(19C)	4e	0.4793	0.2291	0.1844	0.092
H(20A)	4e	0.3815	0.1457	0.0639	0.078
H(20B)	4e	0.4869	0.1087	0.0629	0.078
H(20C)	4e	0.4735	0.1512	0.0143	0.078
H(21A)	4e	0.8642	0.0592	−0.0650	0.096
H(21B)	4e	0.8202	0.0207	−0.0192	0.096
H(21C)	4e	0.9459	0.0453	−0.0030	0.096
H(22A)	4e	0.7525	0.1334	−0.0774	0.089
H(22B)	4e	0.7409	0.1716	−0.0246	0.089
H(22C)	4e	0.6371	0.1345	−0.0422	0.089
H(23A)	4e	1.1675	0.0788	0.0688	0.101
H(23B)	4e	1.0791	0.0594	0.1148	0.101

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	<i>U</i> _{iso}
H(23C)	4e	1.1796	0.0964	0.1390	0.101
H(24A)	4e	1.1219	0.1409	−0.0093	0.094
H(24B)	4e	1.0953	0.19300	0.0134	0.094
H(24C)	4e	0.9928	0.1629	−0.0245	0.094
C(25)	4e	0.841(1)	0.3600(4)	0.1691(7)	0.101(4)
H(25A)	4e	0.8138	0.3853	0.1946	0.152
H(25B)	4e	0.8122	0.3658	0.1257	0.152
H(25C)	4e	0.9274	0.3592	0.1742	0.152
C(26)	4e	0.698(1)	0.3213(5)	0.2562(8)	0.123(5)
H(26A)	4e	0.7031	0.3555	0.2614	0.185
H(26B)	4e	0.7307	0.3060	0.2948	0.185
H(26C)	4e	0.6159	0.3120	0.2460	0.185
C(27)	4e	1.139(2)	0.2756(8)	0.231(1)	0.20(1)
H(27A)	4e	1.1900	0.2922	0.2635	0.295
H(27B)	4e	1.1217	0.2961	0.1953	0.295
H(27C)	4e	1.1782	0.2470	0.2194	0.295
C(28)	4e	0.977(2)	0.2918(7)	0.333(1)	0.21(1)
H(28A)	4e	1.0538	0.3023	0.3525	0.312
H(28B)	4e	0.9397	0.2713	0.3608	0.312
H(28C)	4e	0.9266	0.3192	0.3222	0.312
H(29A)	4e	0.7865	0.2465	−0.0357	0.097
H(29B)	4e	0.7074	0.2687	0.0136	0.097
H(30A)	4e	0.8137	0.3202	−0.0562	0.141
H(30B)	4e	0.7910	0.3371	0.0118	0.141
H(31A)	4e	0.9814	0.3448	0.0232	0.128
H(31B)	4e	0.9993	0.3058	−0.0285	0.128
H(32A)	4e	1.0435	0.2564	0.0509	0.085
H(32B)	4e	0.9874	0.2909	0.0982	0.085

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	<i>U</i> ₁₁	<i>U</i> ₂₂	<i>U</i> ₃₃	<i>U</i> ₁₂	<i>U</i> ₁₃	<i>U</i> ₂₃
Yb(1)	4e	0.74226(2)	0.01072(1)	0.29315(2)	0.0241(2)	0.0268(2)	0.0241(2)	−0.0021(1)	0.0020(1)	0.0008(1)
Yb(2)	4e	0.77947(2)	0.078585(9)	0.16216(2)	0.0246(1)	0.0204(2)	0.0221(2)	0.0005(1)	0.0011(1)	0.0005(1)
Yb(3)	4e	0.82618(3)	0.19897(1)	0.13759(2)	0.0382(2)	0.0219(2)	0.0328(2)	−0.0016(1)	0.0049(2)	0.0013(1)
Si(1)	4e	0.8005(2)	0.01234(7)	0.4374(1)	0.030(1)	0.042(1)	0.029(1)	−0.0022(9)	0.004(1)	0.002(1)
Si(2)	4e	0.5767(2)	0.06839(7)	0.4110(1)	0.032(1)	0.041(1)	0.032(2)	0.0025(9)	0.008(1)	0.002(1)
Si(3)	4e	0.5305(2)	−0.00620(8)	0.1880(1)	0.032(1)	0.040(1)	0.034(2)	−0.0112(9)	−0.005(1)	0.004(1)
Si(4)	4e	0.7400(2)	−0.02671(7)	0.1231(1)	0.046(1)	0.028(1)	0.031(2)	−0.0017(9)	0.001(1)	−0.005(1)
Si(5)	4e	1.0029(2)	0.00092(7)	0.2654(1)	0.0271(9)	0.031(1)	0.032(1)	0.0055(8)	0.004(1)	0.0038(9)
Si(6)	4e	0.9713(2)	0.10485(7)	0.2739(1)	0.0255(9)	0.029(1)	0.028(1)	−0.0048(8)	0.0009(9)	−0.0016(9)
Si(7)	4e	0.6196(2)	0.14278(7)	0.2398(1)	0.0294(9)	0.032(1)	0.030(1)	0.0066(8)	0.005(1)	0.0023(9)
Si(8)	4e	0.5585(2)	0.17897(7)	0.1113(1)	0.036(1)	0.034(1)	0.036(2)	0.0072(9)	0.001(1)	0.006(1)
Si(9)	4e	0.7937(2)	0.09774(7)	0.0211(1)	0.054(1)	0.034(1)	0.027(2)	0.002(1)	0.006(1)	−0.003(1)
Si(10)	4e	1.0197(2)	0.13673(8)	0.0807(1)	0.036(1)	0.044(1)	0.040(2)	0.0045(9)	0.014(1)	0.010(1)
Si(11)	4e	0.7840(3)	0.30334(9)	0.1934(2)	0.111(2)	0.035(1)	0.080(3)	0.001(2)	0.005(2)	−0.015(2)
Si(12)	4e	0.9970(3)	0.2594(1)	0.2621(2)	0.100(2)	0.054(2)	0.061(2)	−0.022(2)	−0.002(2)	−0.009(2)
O(1)	4e	0.6798(5)	−0.0687(2)	0.3183(3)	0.058(3)	0.031(3)	0.049(4)	−0.006(3)	0.012(3)	0.008(3)
O(2)	4e	0.8692(6)	0.2481(2)	0.0515(3)	0.077(4)	0.044(3)	0.049(5)	−0.009(3)	0.003(4)	0.019(3)
N(1)	4e	0.6893(5)	0.0357(2)	0.3901(3)	0.035(3)	0.034(3)	0.035(4)	0.001(3)	0.002(3)	0.000(3)
N(2)	4e	0.6731(5)	0.0037(2)	0.1767(3)	0.031(3)	0.021(3)	0.031(4)	−0.004(2)	0.001(3)	−0.001(3)
N(3)	4e	0.9198(4)	0.0506(2)	0.2525(3)	0.019(2)	0.029(3)	0.026(4)	−0.004(2)	−0.004(3)	−0.003(3)
N(4)	4e	0.6529(5)	0.1518(2)	0.1665(3)	0.030(3)	0.028(3)	0.026(4)	0.003(2)	0.001(3)	−0.001(3)
N(5)	4e	0.8752(5)	0.1227(2)	0.0829(3)	0.031(3)	0.034(3)	0.025(4)	0.006(2)	0.004(3)	0.001(3)
N(6)	4e	0.8830(7)	0.2602(2)	0.2073(4)	0.082(5)	0.029(4)	0.045(6)	−0.009(3)	0.002(5)	−0.013(3)
C(1)	4e	0.750(1)	−0.1116(3)	0.3202(6)	0.104(8)	0.037(5)	0.10(1)	0.019(5)	0.052(8)	0.016(6)
C(2)	4e	0.672(2)	−0.1474(4)	0.343(1)	0.31(3)	0.040(7)	0.32(3)	0.04(1)	0.25(2)	0.06(1)
C(3)	4e	0.5717(8)	−0.0774(3)	0.3462(4)	0.060(5)	0.045(5)	0.042(6)	−0.011(4)	0.011(5)	0.006(4)
C(4)	4e	0.576(1)	−0.1271(4)	0.3663(6)	0.12(1)	0.059(6)	0.11(1)	−0.029(7)	0.069(9)	−0.003(7)
C(5)	4e	0.8886(7)	0.0534(3)	0.4913(4)	0.039(4)	0.056(5)	0.039(6)	−0.007(4)	−0.011(4)	0.002(4)
C(6)	4e	0.7636(7)	−0.0389(3)	0.4861(4)	0.049(5)	0.058(5)	0.041(6)	−0.012(4)	0.000(5)	0.011(5)
C(7)	4e	0.5695(8)	0.0738(4)	0.4955(4)	0.052(5)	0.081(7)	0.038(6)	0.008(5)	0.008(5)	−0.020(5)
C(8)	4e	0.4285(7)	0.0460(3)	0.3768(4)	0.037(4)	0.064(6)	0.058(7)	−0.007(4)	0.020(5)	−0.008(5)
C(9)	4e	0.4209(7)	0.0295(4)	0.1382(5)	0.031(4)	0.089(7)	0.063(8)	−0.002(4)	−0.010(5)	0.018(6)
C(10)	4e	0.4787(9)	−0.0687(3)	0.1806(5)	0.071(6)	0.056(6)	0.078(9)	−0.032(5)	0.013(6)	−0.008(6)
C(11)	4e	0.6502(9)	−0.0366(3)	0.0465(4)	0.080(6)	0.053(6)	0.038(7)	−0.007(5)	−0.004(5)	−0.006(5)

Table 3. Continued.

Atom	Site	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> ₁₁	<i>U</i> ₂₂	<i>U</i> ₃₃	<i>U</i> ₁₂	<i>U</i> ₁₃	<i>U</i> ₂₃
C(12)	4e	0.8056(8)	−0.0851(3)	0.1469(5)	0.080(6)	0.025(4)	0.059(7)	0.006(4)	0.018(6)	−0.012(4)
C(13)	4e	1.0805(7)	−0.0218(3)	0.2002(4)	0.054(5)	0.039(4)	0.055(6)	0.016(4)	0.025(5)	0.011(4)
C(14)	4e	1.1123(7)	0.0022(3)	0.3361(4)	0.036(4)	0.043(5)	0.055(7)	0.005(3)	−0.004(4)	0.016(4)
C(15)	4e	1.1316(6)	0.1162(3)	0.2685(5)	0.033(4)	0.048(5)	0.069(8)	−0.013(4)	−0.004(4)	−0.001(5)
C(16)	4e	0.9389(7)	0.1230(3)	0.3513(4)	0.051(5)	0.040(4)	0.035(6)	−0.011(4)	0.005(4)	−0.011(4)
C(17)	4e	0.4598(7)	0.1338(4)	0.2484(4)	0.038(4)	0.090(7)	0.048(7)	0.009(4)	0.018(5)	0.018(5)
C(18)	4e	0.6800(8)	0.1873(3)	0.2954(4)	0.072(6)	0.046(5)	0.032(6)	−0.004(4)	0.010(5)	−0.004(4)
C(19)	4e	0.4615(8)	0.2257(3)	0.1395(5)	0.063(6)	0.064(6)	0.056(7)	0.035(5)	0.002(5)	0.003(5)
C(20)	4e	0.4640(7)	0.1418(3)	0.0567(5)	0.042(4)	0.060(6)	0.049(7)	−0.004(4)	−0.014(5)	0.018(5)
C(21)	4e	0.8645(9)	0.0500(3)	−0.0217(4)	0.107(8)	0.047(5)	0.041(6)	0.007(5)	0.026(6)	−0.004(5)
C(22)	4e	0.7227(9)	0.1392(3)	−0.0377(4)	0.078(6)	0.062(6)	0.037(7)	−0.003(5)	−0.004(6)	0.001(5)
C(23)	4e	1.1239(7)	0.0868(3)	0.1036(5)	0.040(5)	0.071(7)	0.093(9)	0.023(4)	0.016(5)	0.022(6)
C(24)	4e	1.0626(9)	0.1614(4)	0.0061(5)	0.072(6)	0.076(7)	0.046(7)	0.004(5)	0.028(6)	0.022(5)
C(29)	4e	0.788(1)	0.2669(4)	0.0013(6)	0.112(9)	0.069(7)	0.058(9)	−0.036(7)	−0.006(8)	0.027(6)
C(30)	4e	0.831(1)	0.3131(5)	−0.0116(8)	0.12(1)	0.090(9)	0.14(2)	−0.007(9)	0.00(1)	0.07(1)
C(31)	4e	0.955(1)	0.3136(5)	0.0068(7)	0.11(1)	0.095(9)	0.11(1)	−0.017(8)	0.01(1)	0.064(9)

References

1. Bruker, SHELXTL. Structure Determination Programs. Version 5.1, Bruker AXS, Inc., Madison, Wisconsin, USA 1997.
2. Spek, A. L.: PLATON. Molecular Geometry Program. University of Utrecht, Utrecht, The Netherlands 1995.