JOURNAL OF THE AMERICAN CHEMICAL SOCIETY
J. Am. Chem. Soc., 1996, 118(1), 100-110, DOI:10.1021/ja952676d

JM952470D

J110-1

STRUCTURE DETERMINATION SUMMARY

Crystal Data

Empirical Formula	$C_{43}H_{71}Cl_3P_2Ru$
Color; Habit	Maroon Prism
Crystal size (mm)	0.20 x 0.26 x 0.50
Crystal System	Triclinic
Space Group	$P\bar{1}$
Unit Cell Dimensions	$\underline{a}$ = 10.6413(14) Å
	$\underline{b}$ = 12.392(2) Å
	$\underline{c}$ = 17.730(2) Å
	α = 107.088(8)°
	β = 93.811(7)°
	γ = 105.750(9)°
Volume	2123.5(5) $Å^3$
Z	2
Formula weight	857.4
Density(calc.)	1.341 Mg/m^3
Absorption Coefficient	0.662 mm^{-1}
F(000)	908

J110-2

Data Collection

Diffractometer Used	Siemens P4
Radiation	MoKα (λ = 0.71073 Å)
Temperature (K)	158
Monochromator	Highly oriented graphite crystal
2θ Range	4.0 to 50.0^{o}
Scan Type	2θ-θ
Scan Speed	Constant; 3.00^{o}/min. in ω
Scan Range (ω)	1.20^{o} plus Kα-separation
Background Measurement	Estimated from 96 step profile
Standard Reflections	3 measured every 97 reflections
Reflections Collected	7782
Independent Reflections	7347 (R_{int} = 1.5%)
Observed Reflections	6411 ($F > 3.0\sigma(F)$)
Absorption Correction	Semi-empirical
Min./Max. Transmission	0.7742 / 0.8871

J110-3

Solution and Refinement

System Used	Siemens SHELXTL PLUS (PC Version)
Solution	Direct Methods
Refinement Method	Full-Matrix Least-Squares
Quantity Minimized	$\sum w(F_o-F_c)^2$
Hydrogen Atoms	Refined (x,y,z) and U(iso)
Weighting Scheme	$w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0002F^2$
Number of Parameters Refined	726
Final R Indices (obs. data)	$R_F = 3.5\%$, $R_{wF} = 3.6\%$
Goodness-of-Fit	1.42
Largest and Mean Δ/σ	0.001, < 0.001
Data-to-Parameter Ratio	8.8:1
Largest Difference Peak	0.63 eÅ^{-3}
Largest Difference Hole	-0.52 eÅ^{-3}

J110-4

Table 2. Atomic coordinates ($x10^5$) and equivalent isotropic displacement coefficients ($Å^2 x10^4$)

	x	y	z	U(eq)
Ru(1)	29523(2)	27267(2)	25579(1)	175(1)
Cl(1)	47943(7)	34678(6)	36228(4)	259(3)
P(1)	23479(7)	44669(6)	31896(4)	193(3)
C(1)	40617(31)	33490(26)	19363(18)	241(12)
Cl(2)	8596(7)	18218(6)	16967(4)	237(3)
P(2)	31647(7)	7406(6)	22359(4)	178(3)
C(2)	39518(30)	33333(25)	10993(17)	255(12)
Cl(3)	39617(13)	32106(9)	-14786(5)	660(5)
C(3)	27819(36)	30079(30)	5742(19)	331(14)
C(4)	27709(40)	29733(32)	-2109(20)	405(15)
C(5)	39703(43)	32612(29)	-4858(19)	420(16)
C(6)	51356(44)	36024(33)	77(23)	446(17)
C(7)	51378(36)	36484(30)	8017(21)	340(14)
C(8)	11727(30)	47296(27)	24957(17)	250(12)
C(9)	1213(34)	52873(34)	28048(20)	331(14)
C(10)	-8785(36)	51970(34)	21147(22)	367(15)
C(11)	-2266(41)	57106(34)	15048(21)	411(16)
C(12)	8823(39)	52081(35)	12291(20)	384(15)
C(13)	18615(34)	53351(30)	19336(18)	282(13)
C(14)	36628(30)	58690(25)	37302(17)	239(11)
C(15)	31189(32)	68741(27)	41445(18)	269(12)
C(16)	42088(36)	79239(30)	47214(19)	335(13)
C(17)	53176(36)	83461(29)	42801(21)	362(13)
C(18)	58551(34)	73510(31)	38643(23)	355(14)
C(19)	47675(32)	63041(29)	32857(19)	285(12)
C(20)	14578(28)	41967(26)	40158(16)	214(11)
C(21)	4034(31)	29862(28)	37301(18)	259(12)
C(22)	-3801(34)	27860(31)	43976(19)	312(13)
C(23)	5134(36)	29262(30)	51406(19)	315(13)
C(24)	15655(33)	41269(29)	54243(18)	281(13)
C(25)	23616(32)	43324(31)	47689(18)	267(12)
C(26)	25247(29)	-2443(26)	11903(16)	211(11)
C(27)	31734(37)	2205(29)	5605(18)	300(13)
C(28)	23466(45)	-4747(33)	-2604(20)	397(16)
C(29)	21781(37)	-17809(30)	-4655(18)	330(13)

J110-5

C(30)	16219(40)	-22636(33)	1734(20)	374(14)
C(31)	24395(36)	-15495(27)	10011(18)	296(13)
C(32)	48680(27)	7697(26)	25392(17)	209(11)
C(33)	58635(31)	13928(36)	21023(22)	333(15)
C(34)	72658(32)	16368(33)	24958(22)	339(15)
C(35)	75365(31)	5123(31)	25301(20)	309(13)
C(36)	65264(32)	-1475(31)	29309(20)	287(13)
C(37)	51089(32)	-3970(29)	25299(21)	302(13)
C(38)	21541(27)	-1025(26)	28119(16)	201(11)
C(39)	24807(32)	5709(31)	37130(18)	277(13)
C(40)	16445(33)	-1077(34)	41888(20)	327(14)
C(41)	1768(31)	-4441(30)	38892(19)	293(13)
C(42)	-1373(33)	-11587(29)	30072(19)	291(13)
C(43)	6638(29)	-4711(30)	25211(18)	256(12)

* Equivalent isotropic U defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor

Table 3. Interatomic Distances (Å)

J110-6

Ru(1)-Cl(1)	2.401(1)	Ru(1)-P(1)	2.397(1)
Ru(1)-C(1)	1.839(3)	Ru(1)-Cl(2)	2.395(1)
Ru(1)-P(2)	2.435(1)		
P(1)-C(8)	1.854(4)	P(1)-C(14)	1.849(3)
P(1)-C(20)	1.859(3)	C(1)-C(2)	1.475(5)
P(2)-C(26)	1.855(2)	P(2)-C(32)	1.844(3)
P(2)-C(38)	1.859(3)	C(2)-C(3)	1.390(5)
C(2)-C(7)	1.402(5)	Cl(3)-C(5)	1.742(4)
C(3)-C(4)	1.379(5)	C(4)-C(5)	1.390(6)
C(5)-C(6)	1.355(6)	C(6)-C(7)	1.392(6)
C(8)-C(9)	1.519(5)	C(8)-C(13)	1.527(5)
C(9)-C(10)	1.524(5)	C(10)-C(11)	1.523(6)
C(11)-C(12)	1.522(6)	C(12)-C(13)	1.514(5)
C(14)-C(15)	1.528(5)	C(14)-C(19)	1.524(5)
C(15)-C(16)	1.525(4)	C(16)-C(17)	1.519(5)
C(17)-C(18)	1.515(6)	C(18)-C(19)	1.523(4)
C(20)-C(21)	1.526(4)	C(20)-C(25)	1.532(4)
C(21)-C(22)	1.533(5)	C(22)-C(23)	1.510(5)
C(23)-C(24)	1.517(4)	C(24)-C(25)	1.523(5)
C(26)-C(27)	1.523(5)	C(26)-C(31)	1.528(5)
C(27)-C(28)	1.522(4)	C(28)-C(29)	1.507(6)
C(29)-C(30)	1.512(5)	C(30)-C(31)	1.531(4)
C(32)-C(33)	1.528(5)	C(32)-C(37)	1.531(5)
C(33)-C(34)	1.516(5)	C(34)-C(35)	1.514(6)
C(35)-C(36)	1.515(5)	C(36)-C(37)	1.534(5)
C(38)-C(39)	1.535(4)	C(38)-C(43)	1.533(4)
C(39)-C(40)	1.524(5)	C(40)-C(41)	1.517(5)
C(41)-C(42)	1.516(4)	C(42)-C(43)	1.527(5)

Table 4. Interatomic Angles (°)

J110-7

Cl(1)-Ru(1)-P(1)	87.2(1)	Cl(1)-Ru(1)-C(1)	88.7(1)
P(1)-Ru(1)-C(1)	97.5(1)	Cl(1)-Ru(1)-Cl(2)	167.6(1)
P(1)-Ru(1)-Cl(2)	91.5(1)	C(1)-Ru(1)-Cl(2)	103.7(1)
Cl(1)-Ru(1)-P(2)	90.8(1)	P(1)-Ru(1)-P(2)	161.1(1)
C(1)-Ru(1)-P(2)	101.2(1)	Cl(2)-Ru(1)-P(2)	86.5(1)
Ru(1)-P(1)-C(8)	111.5(1)	Ru(1)-P(1)-C(14)	119.2(1)
C(8)-P(1)-C(14)	109.9(2)	Ru(1)-P(1)-C(20)	107.5(1)
C(8)-P(1)-C(20)	106.4(1)	C(14)-P(1)-C(20)	101.0(1)
Ru(1)-C(1)-C(2)	136.0(2)	Ru(1)-P(2)-C(26)	116.1(1)
Ru(1)-P(2)-C(32)	112.0(1)	C(26)-P(2)-C(32)	110.7(1)
Ru(1)-P(2)-C(38)	110.7(1)	C(26)-P(2)-C(38)	102.1(1)
C(32)-P(2)-C(38)	104.2(1)		
C(1)-C(2)-C(3)	126.0(3)	C(1)-C(2)-C(7)	116.9(3)
C(3)-C(2)-C(7)	117.1(3)	C(2)-C(3)-C(4)	122.1(3)
C(3)-C(4)-C(5)	118.7(3)	Cl(3)-C(5)-C(4)	118.9(3)
Cl(3)-C(5)-C(6)	119.9(3)	C(4)-C(5)-C(6)	121.2(3)
C(5)-C(6)-C(7)	119.7(4)	C(2)-C(7)-C(6)	121.1(3)
P(1)-C(8)-C(9)	120.6(2)	P(1)-C(8)-C(13)	112.6(2)
C(9)-C(8)-C(13)	109.6(3)	C(8)-C(9)-C(10)	110.8(3)
C(9)-C(10)-C(11)	112.6(3)	C(10)-C(11)-C(12)	111.9(4)
C(11)-C(12)-C(13)	111.2(3)	C(8)-C(13)-C(12)	111.0(3)
P(1)-C(14)-C(15)	112.9(2)	P(1)-C(14)-C(19)	117.8(2)
C(15)-C(14)-C(19)	110.5(3)	C(14)-C(15)-C(16)	111.1(3)
C(15)-C(16)-C(17)	109.9(3)	C(16)-C(17)-C(18)	111.3(3)
C(17)-C(18)-C(19)	111.3(3)	C(14)-C(19)-C(18)	109.8(3)
P(1)-C(20)-C(21)	110.8(2)	P(1)-C(20)-C(25)	114.2(2)
C(21)-C(20)-C(25)	110.5(3)	C(20)-C(21)-C(22)	111.0(2)
C(21)-C(22)-C(23)	111.8(3)	C(22)-C(23)-C(24)	110.9(3)
C(23)-C(24)-C(25)	111.6(2)	C(20)-C(25)-C(24)	111.2(3)
P(2)-C(26)-C(27)	114.7(2)	P(2)-C(26)-C(31)	117.3(2)
C(27)-C(26)-C(31)	109.3(3)	C(26)-C(27)-C(28)	109.8(3)
C(27)-C(28)-C(29)	111.2(4)	C(28)-C(29)-C(30)	111.8(3)

J110-8

C(29)-C(30)-C(31)	111.7(3)	C(26)-C(31)-C(30)	109.6(3)
P(2)-C(32)-C(33)	112.6(3)	P(2)-C(32)-C(37)	118.2(2)
C(33)-C(32)-C(37)	109.5(3)	C(32)-C(33)-C(34)	110.5(3)
C(33)-C(34)-C(35)	111.8(3)	C(34)-C(35)-C(36)	111.1(3)
C(35)-C(36)-C(37)	111.7(3)	C(32)-C(37)-C(36)	109.7(2)
P(2)-C(38)-C(39)	111.8(2)	P(2)-C(38)-C(43)	113.2(2)
C(39)-C(38)-C(43)	110.7(3)	C(38)-C(39)-C(40)	112.1(2)
C(39)-C(40)-C(41)	111.9(3)	C(40)-C(41)-C(42)	110.5(3)
C(41)-C(42)-C(43)	111.0(2)	C(38)-C(43)-C(42)	111.9(3)

J110-9

Table 5. Anisotropic displacement coefficients ($Å^2 x 10^4$)

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Ru(1)	174(1)	199(1)	155(1)	61(1)	41(1)	55(1)
Cl(1)	250(4)	269(4)	225(3)	80(3)	-22(3)	47(3)
P(1)	200(4)	205(4)	182(3)	67(3)	47(3)	69(3)
C(1)	232(17)	229(16)	285(16)	87(14)	72(14)	94(13)
Cl(2)	207(4)	259(4)	224(3)	70(3)	7(3)	54(3)
P(2)	166(4)	221(4)	155(3)	72(3)	52(3)	57(3)
C(2)	336(18)	205(16)	266(16)	107(14)	138(14)	99(13)
Cl(3)	1267(10)	506(6)	275(5)	273(6)	337(6)	179(4)
C(3)	391(21)	373(20)	273(17)	113(16)	111(16)	160(15)
C(4)	573(25)	392(21)	283(18)	162(19)	66(18)	143(16)
C(5)	794(30)	296(19)	238(17)	223(19)	183(19)	114(14)
C(6)	626(27)	392(22)	462(23)	215(20)	399(22)	221(18)
C(7)	364(21)	333(19)	355(19)	100(16)	176(17)	137(16)
C(8)	288(17)	232(17)	251(15)	96(14)	39(13)	98(13)
C(9)	340(19)	403(21)	310(17)	192(17)	94(15)	123(16)
C(10)	320(19)	335(21)	441(21)	170(18)	-15(16)	71(16)
C(11)	586(25)	367(22)	304(19)	240(19)	-49(18)	82(16)
C(12)	502(23)	421(22)	291(18)	173(19)	49(17)	178(17)
C(13)	367(19)	298(19)	226(16)	161(16)	83(14)	88(14)
C(14)	278(17)	221(16)	227(15)	70(13)	37(13)	94(13)
C(15)	312(18)	242(17)	247(16)	77(14)	87(14)	70(13)
C(16)	449(21)	262(18)	242(17)	75(16)	20(15)	47(14)
C(17)	388(20)	228(18)	357(19)	-39(16)	-86(16)	83(15)
C(18)	273(19)	346(20)	429(21)	1(16)	24(16)	195(17)
C(19)	267(17)	251(18)	330(18)	39(14)	94(14)	111(14)
C(20)	233(16)	227(16)	203(14)	98(13)	64(12)	68(12)
C(21)	265(17)	286(18)	230(16)	76(14)	87(14)	88(13)
C(22)	353(19)	256(18)	328(18)	71(16)	167(15)	90(14)
C(23)	464(21)	295(19)	289(17)	175(16)	216(16)	155(14)
C(24)	356(19)	339(19)	211(16)	173(16)	88(14)	111(14)
C(25)	273(17)	331(19)	214(15)	97(16)	44(13)	111(14)
C(26)	214(16)	268(16)	152(14)	102(13)	39(12)	44(12)
C(27)	446(22)	212(18)	228(16)	76(15)	95(15)	62(13)
C(28)	655(28)	403(21)	192(16)	239(20)	89(17)	109(15)
C(29)	406(21)	352(20)	200(16)	161(17)	15(15)	11(14)
C(30)	443(23)	320(21)	260(17)	59(17)	9(16)	11(15)

J110-10

C(31)	406(21)	227(17)	201(16)	44(15)	31(14)	45(13)
C(32)	179(15)	270(16)	188(14)	82(13)	42(12)	71(12)
C(33)	232(17)	501(23)	411(21)	144(16)	105(15)	316(19)
C(34)	210(17)	491(23)	400(21)	95(16)	116(15)	263(19)
C(35)	202(17)	479(22)	284(17)	159(15)	61(14)	125(16)
C(36)	276(18)	282(18)	346(19)	145(15)	46(14)	111(15)
C(37)	250(17)	267(18)	394(19)	97(14)	22(15)	103(15)
C(38)	192(15)	229(16)	199(14)	70(13)	81(12)	75(12)
C(39)	223(17)	363(20)	217(16)	32(15)	50(13)	100(14)
C(40)	315(18)	449(22)	258(18)	111(16)	119(14)	165(16)
C(41)	285(18)	327(19)	318(17)	91(15)	178(14)	154(15)
C(42)	262(18)	262(18)	350(18)	52(15)	117(14)	110(14)
C(43)	183(16)	338(19)	219(16)	37(14)	49(12)	87(14)

The anisotropic displacement exponent takes the form:

$-2\pi^2(h^2a^{*2}U_{11} + \ldots + 2hka^*b^*U_{12})$

J110-11

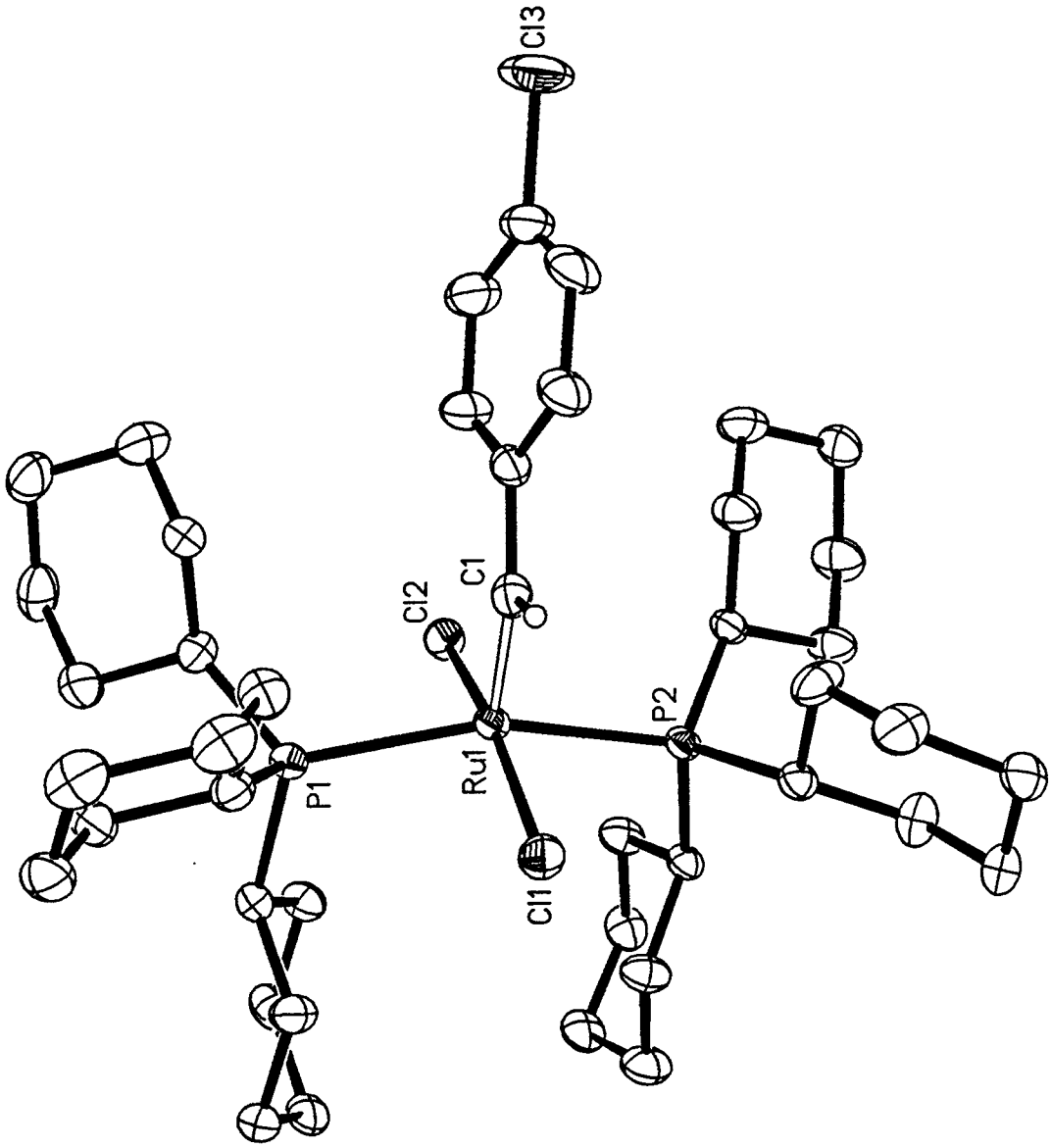
Table 6. H-Atom coordinates ($x10^4$) and isotropic displacement coefficients ($Å^2 x10^3$)

	x	y	z	U
H(1)	4906(30)	3702(25)	2194(17)	21(8)
H(3)	2027(33)	2814(28)	763(19)	34(9)
H(4)	1929(37)	2769(32)	-575(22)	55(11)
H(6)	5905(39)	3819(33)	-157(23)	57(12)
H(7)	5863(30)	3903(25)	1134(17)	18(8)
H(8)	703(30)	3891(27)	2161(18)	30(8)
H(9A)	494(32)	6124(30)	3122(19)	34(9)
H(9B)	-360(30)	4838(27)	3125(18)	30(9)
H(10A)	-1485(30)	5580(26)	2284(17)	22(8)
H(10B)	-1390(29)	4408(27)	1868(17)	23(8)
H(11A)	-922(34)	5590(29)	1045(20)	43(10)
H(11B)	140(33)	6524(31)	1739(19)	37(10)
H(12A)	490(32)	4362(30)	919(19)	36(9)
H(12B)	1318(33)	5575(29)	877(20)	38(9)
H(13A)	2458(30)	5010(26)	1757(17)	22(8)
H(13B)	2336(31)	6230(29)	2248(19)	35(9)
H(14)	4051(27)	5658(23)	4129(16)	16(7)
H(15A)	4586(30)	7715(26)	5162(19)	30(8)
H(15A)	2455(30)	6642(26)	4443(18)	27(8)
H(15B)	2767(29)	7177(25)	3720(18)	26(8)
H(16B)	3887(31)	8549(29)	4958(18)	33(9)
H(17A)	5976(32)	8990(28)	4616(19)	34(9)
H(17B)	4954(33)	8669(28)	3898(20)	40(9)
H(18A)	6491(33)	7640(29)	3591(19)	37(9)
H(18B)	6190(34)	7111(30)	4217(21)	39(10)
H(19A)	5060(28)	5677(27)	3045(17)	21(8)
H(19B)	4419(30)	6560(26)	2861(18)	28(8)
H(20)	1029(29)	4794(26)	4145(17)	24(8)
H(21A)	-184(25)	2911(21)	3261(15)	7(6)
H(21B)	841(30)	2370(27)	3588(18)	30(9)
H(22A)	-896(28)	3344(25)	4497(16)	19(7)
H(22B)	-966(31)	2053(29)	4210(18)	30(9)
H(23A)	896(32)	2319(30)	5019(19)	36(9)
H(23B)	-23(32)	2824(27)	5545(19)	34(9)
H(24A)	2147(27)	4210(23)	5875(16)	15(7)

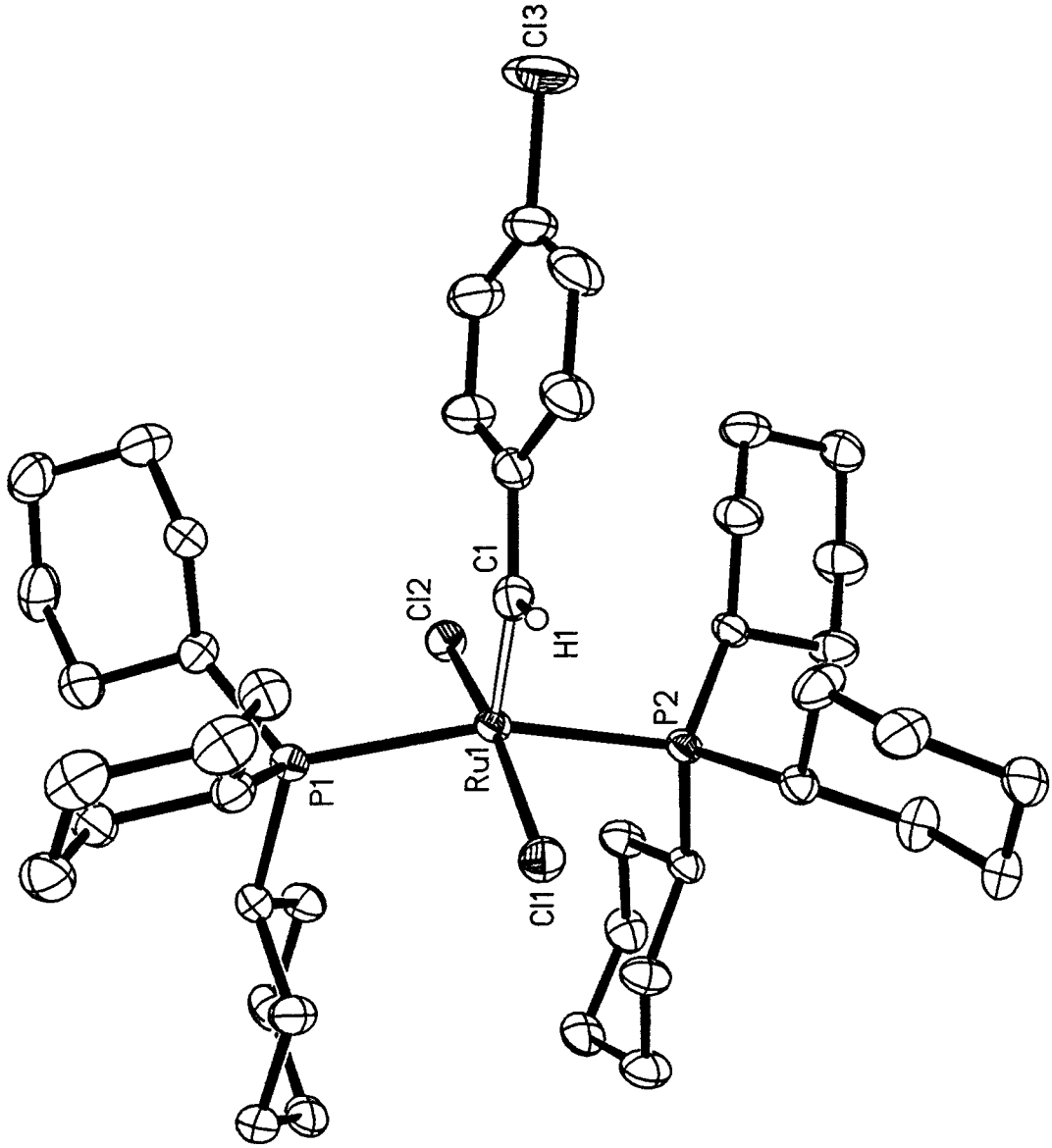
J110-12

H(24B)	1129(28)	4750(26)	5578(16)	22(8)
H(25A)	2982(32)	5090(29)	4953(18)	31(9)
H(25B)	2880(32)	3813(29)	4640(19)	36(9)
H(26)	1678(31)	-195(26)	1108(18)	28(8)
H(27A)	4045(33)	155(27)	577(18)	30(9)
H(27B)	3227(28)	1015(27)	679(17)	22(8)
H(28A)	1619(40)	-286(36)	-245(24)	60(14)
H(28B)	2777(33)	-190(29)	-658(20)	40(10)
H(29A)	3006(33)	-1915(27)	-525(18)	33(9)
H(29B)	1616(32)	-2231(28)	-967(19)	34(9)
H(30A)	1632(37)	-3075(35)	63(22)	59(12)
H(30B)	776(35)	-2238(29)	190(19)	37(10)
H(31)	5085(29)	1306(26)	3088(18)	28(8)
H(31A)	3358(33)	-1592(27)	1008(18)	31(9)
H(31B)	2049(34)	-1863(29)	1398(21)	44(10)
H(33A)	5739(29)	2092(27)	2099(17)	26(9)
H(33B)	5696(33)	857(30)	1553(21)	40(10)
H(34A)	7345(28)	2152(25)	3008(18)	21(8)
H(34B)	7865(32)	2004(28)	2235(19)	33(9)
H(35A)	8400(31)	651(25)	2797(17)	26(8)
H(35B)	7480(34)	-10(31)	1978(21)	47(10)
H(36A)	6600(30)	300(27)	3465(19)	29(9)
H(36B)	6678(32)	-830(30)	2921(19)	37(10)
H(37A)	4427(30)	-834(26)	2795(17)	26(8)
H(37B)	5025(35)	-908(32)	1988(22)	49(11)
H(38)	2409(27)	-818(25)	2733(16)	17(7)
H(39A)	2299(32)	1298(30)	3777(19)	36(10)
H(39B)	3360(35)	742(29)	3902(19)	38(10)
H(40A)	1868(33)	-824(31)	4165(19)	43(10)
H(40B)	1854(34)	382(31)	4744(22)	47(10)
H(41A)	-280(29)	-866(26)	4206(17)	25(8)
H(41B)	-164(27)	304(25)	3987(16)	19(7)
H(42A)	38(30)	-1886(28)	2939(18)	29(9)
H(42B)	-1072(39)	-1361(32)	2807(21)	56(11)
H(43A)	430(30)	-984(27)	1951(19)	31(8)
H(43B)	375(30)	199(28)	2527(18)	30(9)

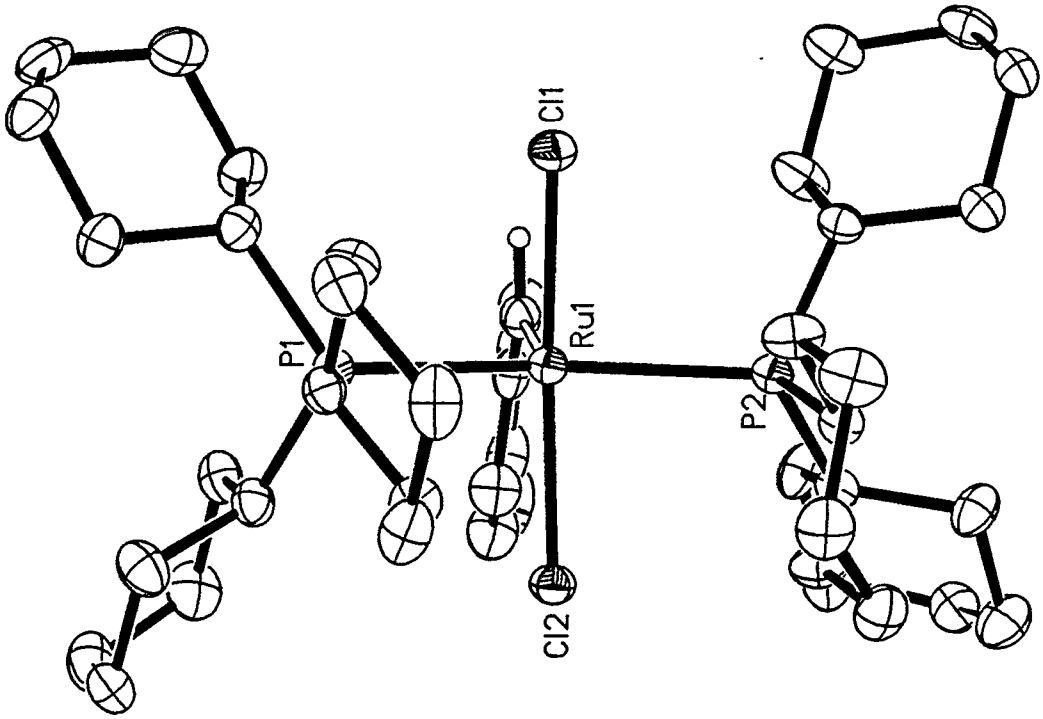
J110-13



J110-14



J110-15



J110-16