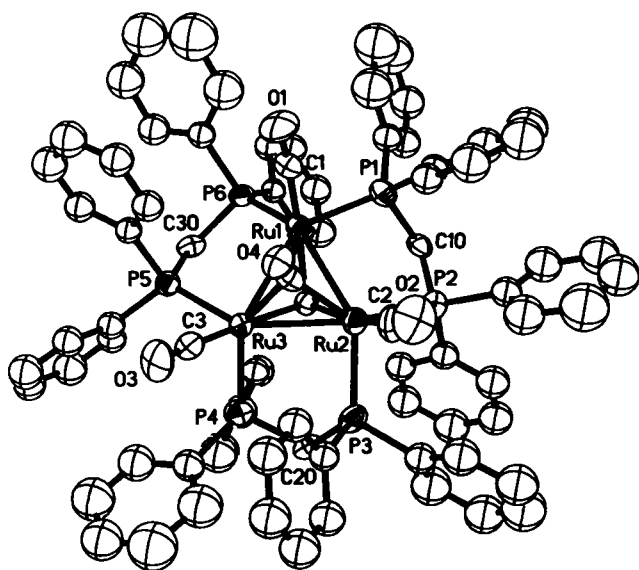


Crystal structure of $(\mu_3\text{-oxo})\text{-}(\mu_3\text{-carbonyl})\text{-tris}(\mu_2\text{-bis(diphenylphosphino)})\text{-methane-}P,P1)$ tricarbonyl-triruthenium methanol solvate hydrate, $[\text{Ru}_3(\mu_3\text{-O})(\mu_3\text{-CO})(\mu_2\text{-dppm})_3](\text{CO})_3 \cdot 1.5\text{MeOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$

H. A. Mirza, R. J. Puddephatt and J. J. Vittal

The University of Western Ontario, Department of Chemistry, London, Ontario, Canada N6A 5B7

Received December 16, 1996, CSD-No. 402794



Source of material: The compound $[\text{Ru}_3(\mu_3\text{-O})(\mu_3\text{-CO})(\text{CO})_3(\mu\text{-Ph}_2\text{PCH}_2\text{PPh}_2)_3]$ was found to crystallize in monoclinic space group $P2_1/n$ and reacts reversibly with HCl to give $[\text{Ru}_3(\mu_3\text{-OH})(\mu_3\text{-CO})(\text{CO})_3(\mu\text{-Ph}_2\text{PCH}_2\text{PPh}_2)_3]\text{Cl}$ (see ref. 1). Attempts to grow single crystals from a mixtures of $\text{CD}_2\text{Cl}_2\text{-EtOH-MeOH}$ resulted in the formation of $[\text{Ru}_3(\mu_3\text{-O})(\mu_3\text{-CO})(\text{CO})_3(\mu\text{-Ph}_2\text{PCH}_2\text{PPh}_2)_3] \cdot 1.5\text{MeOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ but in the triclinic space group $P\bar{1}$. No attempt was made to locate the hydrogen atoms. However all the H atoms in the molecule were placed in the ideal positions for the purpose of structure factor calculations.

$\text{C}_{80}\text{H}_{74}\text{O}_{7.5}\text{P}_6\text{Ru}_3$, triclinic, $P\bar{1}$ (No. 2), $a = 12.920(3)$ Å, $b = 16.688(2)$ Å, $c = 20.096(4)$ Å, $\alpha = 87.33(1)^\circ$, $\beta = 78.42(2)^\circ$, $\gamma = 81.73(1)^\circ$, $V = 4199.8$ Å³, $Z = 2$, $R(F) = 0.088$, $R_w(F) = 0.211$.

Table 1. Parameters used for the X-ray data collection

Crystal:	orange, long needles, size $0.13 \times 0.14 \times 0.28$ mm
Wavelength:	$\text{Mo K}\alpha$ radiation (0.71073 Å)
μ :	6.95 cm^{-1}
Diffractometer:	Siemens P4
Scan mode:	ω
$T_{\text{measurement}}$:	293 K
$2\theta_{\text{max}}$:	46°
$N(hkl)_{\text{unique}}$:	11536
Criterion for I_o :	$I_o > 2 \sigma(I_o)$
$N(\text{param})_{\text{refined}}$:	514
Program:	SHELXTL-plus

Table 2. Final atomic coordinates and displacement parameters (in Å²)

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U_{iso}
H(10A)	2i		0.004(1)	0.0519(9)	0.3428(8)	0.046
H(10B)	2i		0.073(1)	0.0248(9)	0.3978(8)	0.046
H(20A)	2i		-0.214(1)	0.420(1)	0.3056(8)	0.054
H(20B)	2i		-0.213(1)	0.327(1)	0.3220(8)	0.054
H(30A)	2i		0.017(1)	0.0955(9)	0.0430(8)	0.048
H(30B)	2i		-0.057(1)	0.1162(9)	0.1139(8)	0.048
C(111)	2i		0.289(1)	0.066(1)	0.3415(8)	0.046(4)
C(112)	2i		0.308(2)	0.010(1)	0.393(1)	0.073(6)
H(112)	2i		0.270(2)	-0.033(1)	0.403(1)	0.088
C(113)	2i		0.383(2)	0.020(2)	0.429(1)	0.095(8)
H(113)	2i		0.401(2)	-0.019(2)	0.460(1)	0.114
C(114)	2i		0.432(2)	0.088(1)	0.420(1)	0.092(7)
H(114)	2i		0.478(2)	0.096(1)	0.448(1)	0.11
C(115)	2i		0.416(2)	0.144(1)	0.369(1)	0.078(6)
H(115)	2i		0.453(2)	0.189(1)	0.361(1)	0.094
C(116)	2i		0.340(1)	0.131(1)	0.3314(9)	0.051(5)
H(116)	2i		0.324(1)	0.169(1)	0.2982(9)	0.061
C(121)	2i		0.208(2)	-0.056(1)	0.2834(9)	0.049(5)
C(122)	2i		0.141(2)	-0.108(1)	0.3099(9)	0.060(5)
H(122)	2i		0.076(2)	-0.088(1)	0.3365(9)	0.072
C(123)	2i		0.161(2)	-0.191(1)	0.301(1)	0.076(6)
H(123)	2i		0.111(2)	-0.225(1)	0.320(1)	0.091
C(124)	2i		0.254(2)	-0.223(2)	0.263(1)	0.106(8)
H(124)	2i		0.269(2)	-0.278(2)	0.254(1)	0.127
C(125)	2i		0.329(3)	-0.169(2)	0.237(1)	0.12(1)
H(125)	2i		0.397(3)	-0.189(2)	0.215(1)	0.148
C(126)	2i		0.299(2)	-0.087(2)	0.247(1)	0.100(8)
H(126)	2i		0.347(2)	-0.052(2)	0.226(1)	0.12
C(211)	2i		-0.111(1)	0.169(1)	0.4333(9)	0.049(5)
C(212)	2i		-0.177(2)	0.167(1)	0.3881(9)	0.055(5)
H(212)	2i		-0.148(2)	0.164(1)	0.3419(9)	0.066
C(213)	2i		-0.287(2)	0.170(1)	0.411(1)	0.070(6)
H(213)	2i		-0.333(2)	0.165(1)	0.382(1)	0.084
C(214)	2i		-0.324(2)	0.181(1)	0.481(1)	0.081(7)
H(214)	2i		-0.397(2)	0.186(1)	0.497(1)	0.097
C(215)	2i		-0.261(2)	0.185(1)	0.527(1)	0.073(6)
H(215)	2i		-0.290(2)	0.192(1)	0.573(1)	0.087
C(216)	2i		-0.155(2)	0.178(1)	0.503(1)	0.068(6)
H(216)	2i		-0.109(2)	0.179(1)	0.533(1)	0.082
C(221)	2i		0.096(2)	0.154(1)	0.4704(9)	0.051(5)
C(222)	2i		0.101(2)	0.085(1)	0.509(1)	0.076(6)
H(222)	2i		0.073(2)	0.040(1)	0.497(1)	0.092
C(223)	2i		0.149(2)	0.080(1)	0.566(1)	0.085(7)
H(223)	2i		0.154(2)	0.033(1)	0.592(1)	0.102
C(224)	2i		0.188(2)	0.146(2)	0.583(1)	0.095(8)
H(224)	2i		0.224(2)	0.141(2)	0.619(1)	0.114
C(225)	2i		0.178(2)	0.216(2)	0.549(2)	0.13(1)
H(225)	2i		0.201(2)	0.262(2)	0.563(2)	0.152
C(226)	2i		0.129(2)	0.219(2)	0.490(1)	0.088(7)
H(226)	2i		0.121(2)	0.267(2)	0.465(1)	0.106
C(311)	2i		-0.109(2)	0.383(1)	0.4268(9)	0.053(5)

Table 2. (Continued)

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U _{iso}
C(312)	2i		-0.045(2)	0.402(1)	0.465(1)	0.074(6)
H(312)	2i		0.025(2)	0.409(1)	0.445(1)	0.089
C(313)	2i		-0.079(2)	0.415(1)	0.537(1)	0.093(8)
H(313)	2i		-0.033(2)	0.429(1)	0.564(1)	0.112
C(314)	2i		-0.174(2)	0.404(2)	0.562(2)	0.113(9)
H(314)	2i		-0.195(2)	0.408(2)	0.609(2)	0.136
C(315)	2i		-0.248(2)	0.387(1)	0.528(1)	0.089(7)
H(315)	2i		-0.318(2)	0.384(1)	0.549(1)	0.107
C(316)	2i		-0.210(2)	0.374(1)	0.455(1)	0.092(7)
H(316)	2i		-0.255(2)	0.360(1)	0.429(1)	0.11
C(321)	2i		-0.014(1)	0.467(1)	0.3109(8)	0.045(4)
C(322)	2i		-0.086(2)	0.536(1)	0.334(1)	0.064(5)
H(322)	2i		-0.150(2)	0.532(1)	0.364(1)	0.077
C(323)	2i		-0.055(2)	0.612(1)	0.310(1)	0.079(6)
H(323)	2i		-0.101(2)	0.659(1)	0.325(1)	0.095
C(324)	2i		0.038(2)	0.618(1)	0.266(1)	0.079(6)
H(324)	2i		0.055(2)	0.669(1)	0.251(1)	0.095
C(325)	2i		0.105(2)	0.552(1)	0.244(1)	0.069(6)
H(325)	2i		0.169(2)	0.556(1)	0.214(1)	0.082
C(326)	2i		0.079(2)	0.474(1)	0.2665(9)	0.057(5)
H(326)	2i		0.126(2)	0.428(1)	0.2508(9)	0.068
C(411)	2i		-0.244(1)	0.284(1)	0.2044(8)	0.042(4)
C(412)	2i		-0.225(2)	0.204(1)	0.2126(8)	0.046(4)
H(412)	2i		-0.156(2)	0.181(1)	0.2154(8)	0.056
C(413)	2i		-0.304(2)	0.153(1)	0.2172(9)	0.067(6)
H(413)	2i		-0.288(2)	0.098(1)	0.2246(9)	0.08
C(414)	2i		-0.404(2)	0.188(1)	0.211(1)	0.077(6)
H(414)	2i		-0.458(2)	0.156(1)	0.214(1)	0.092
C(415)	2i		-0.425(2)	0.268(2)	0.200(1)	0.105(8)
H(415)	2i		-0.493(2)	0.291(2)	0.193(1)	0.126
C(416)	2i		-0.345(2)	0.318(2)	0.198(1)	0.090(7)
H(416)	2i		-0.360(2)	0.373(2)	0.191(1)	0.108
C(421)	2i		-0.177(2)	0.442(1)	0.1655(9)	0.056(5)
C(422)	2i		-0.211(2)	0.438(1)	0.103(1)	0.079(6)
H(422)	2i		-0.224(2)	0.389(1)	0.087(1)	0.094
C(423)	2i		-0.225(2)	0.513(2)	0.066(1)	0.107(9)
H(423)	2i		-0.237(2)	0.512(2)	0.022(1)	0.129
C(424)	2i		-0.221(2)	0.583(2)	0.093(1)	0.097(8)
H(424)	2i		-0.234(2)	0.630(2)	0.068(1)	0.116
C(425)	2i		-0.199(3)	0.587(2)	0.153(2)	0.14(1)
H(425)	2i		-0.200(3)	0.637(2)	0.171(2)	0.163
C(426)	2i		-0.174(2)	0.513(2)	0.192(1)	0.108(9)
H(426)	2i		-0.157(2)	0.515(2)	0.235(1)	0.13
C(511)	2i		-0.060(1)	0.267(1)	0.0214(8)	0.046(4)
C(512)	2i		-0.035(2)	0.332(1)	-0.0202(9)	0.055(5)
H(512)	2i		0.029(2)	0.353(1)	-0.0204(9)	0.066
C(513)	2i		-0.103(2)	0.367(1)	-0.062(1)	0.074(6)
H(513)	2i		-0.086(2)	0.410(1)	-0.091(1)	0.089
C(514)	2i		-0.197(2)	0.336(1)	-0.060(1)	0.068(6)

Table 2. (Continued)

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U _{iso}
H(514)	2i		-0.243(2)	0.359(1)	-0.087(1)	0.082
C(515)	2i		-0.222(2)	0.272(1)	-0.019(1)	0.075(6)
H(515)	2i		-0.286(2)	0.253(1)	-0.018(1)	0.09
C(516)	2i		-0.152(1)	0.236(1)	0.0233(9)	0.052(5)
H(516)	2i		-0.169(1)	0.192(1)	0.0515(9)	0.062
C(521)	2i		0.163(1)	0.2148(9)	0.0132(8)	0.038(4)
C(522)	2i		0.168(2)	0.187(1)	-0.0536(9)	0.053(5)
H(522)	2i		0.106(2)	0.176(1)	-0.0657(9)	0.063
C(523)	2i		0.260(2)	0.177(1)	-0.100(1)	0.073(6)
H(523)	2i		0.261(2)	0.163(1)	-0.144(1)	0.087
C(524)	2i		0.352(2)	0.188(1)	-0.081(1)	0.071(6)
H(524)	2i		0.416(2)	0.178(1)	-0.111(1)	0.086
C(525)	2i		0.353(2)	0.215(1)	-0.0169(9)	0.060(5)
H(525)	2i		0.417(2)	0.224(1)	-0.0057(9)	0.072
C(526)	2i		0.258(1)	0.227(1)	-0.0306(9)	0.052(5)
H(526)	2i		0.259(1)	0.243(1)	0.0741(9)	0.063
C(611)	2i		0.038(1)	-0.0234(9)	0.1656(8)	0.038(4)
C(612)	2i		0.068(2)	-0.104(1)	0.1433(9)	0.056(5)
H(612)	2i		0.128(2)	-0.118(1)	0.1098(9)	0.067
C(613)	2i		0.003(2)	-0.161(1)	0.1737(9)	0.059(5)
H(613)	2i		0.023(2)	-0.215(1)	0.1612(9)	0.071
C(614)	2i		-0.087(2)	-0.141(1)	0.221(1)	0.067(6)
H(614)	2i		-0.129(2)	-0.180(1)	0.240(1)	0.08
C(615)	2i		-0.118(2)	-0.062(1)	0.243(1)	0.069(6)
H(615)	2i		-0.180(2)	-0.048(1)	0.274(1)	0.082
C(616)	2i		-0.051(1)	-0.007(1)	0.2152(8)	0.049(5)
H(616)	2i		-0.067(1)	0.045(1)	0.2318(8)	0.059
C(621)	2i		0.209(1)	0.012(1)	0.0592(8)	0.043(4)
C(622)	2i		0.184(2)	-0.001(1)	-0.0017(9)	0.061(5)
H(622)	2i		0.116(2)	0.016(1)	-0.0092(9)	0.074
C(623)	2i		0.263(2)	-0.041(1)	-0.054(1)	0.087(7)
H(623)	2i		0.246(2)	-0.047(1)	-0.096(1)	0.105
C(624)	2i		0.363(3)	-0.070(2)	-0.044(2)	0.12(1)
H(624)	2i		0.413(3)	-0.095(2)	-0.079(2)	0.145
C(625)	2i		0.387(3)	-0.061(2)	0.017(2)	0.14(1)
H(625)	2i		0.454(3)	-0.082(2)	0.025(2)	0.166
C(626)	2i		0.307(2)	-0.018(1)	0.071(1)	0.093(8)
H(626)	2i		0.323(2)	-0.012(1)	0.113(1)	0.112
O(1A)	2i	0.50	0.367(3)	0.430(2)	0.151(2)	0.093(8)
C(1A)	2i	0.50	0.395(5)	0.420(3)	0.076(2)	0.093(8)
O(2A)	2i	0.25	0.359(6)	0.435(5)	0.182(3)	0.093(8)
C(2A)	2i	0.25	0.37(1)	0.440(7)	0.107(3)	0.093(8)
O(3A)	2i	0.38	-0.430(6)	-0.155(5)	0.327(4)	0.19(2)
C(3A)	2i	0.38	-0.375(9)	-0.240(5)	0.321(6)	0.19(2)
O(4A)	2i	0.38	-0.372(6)	-0.181(5)	0.289(4)	0.19(2)
C(4A)	2i	0.38	-0.407(9)	-0.093(5)	0.281(6)	0.19(2)
O(5A)	2i	0.40	-0.519(5)	0.380(3)	0.058(3)	0.14(1)
O(6A)	2i	0.30	0.437(6)	0.556(4)	0.226(3)	0.14(1)
O(7A)	2i	0.20	0.411(8)	0.369(6)	0.462(5)	0.14(1)

Table 3. Final atomic coordinates and displacement parameters (in Å²)

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
Ru(1)	2i	0.1614(1)	0.14191(8)	0.20768(6)	0.0292(8)	0.0346(8)	0.0361(8)	-0.0033(6)	-0.0076(6)	0.0003(6)
Ru(2)	2i	0.0751(1)	0.25641(8)	0.30447(6)	0.0423(9)	0.0371(8)	0.0331(8)	-0.0080(7)	-0.0099(7)	-0.0009(6)
Ru(3)	2i	0.0378(1)	0.28121(8)	0.17596(6)	0.0350(9)	0.0329(8)	0.0322(7)	-0.0037(7)	-0.0065(6)	0.0006(6)
P(1)	2i	0.1830(4)	0.0525(3)	0.2954(2)	0.037(3)	0.040(3)	0.046(3)	-0.007(2)	-0.014(2)	0.005(2)
P(2)	2i	0.0335(4)	0.1648(3)	0.3954(2)	0.047(3)	0.049(3)	0.037(3)	-0.009(2)	-0.008(2)	0.001(2)
P(3)	2i	-0.0527(4)	0.3659(3)	0.3358(2)	0.052(3)	0.039(3)	0.039(3)	-0.009(2)	-0.006(2)	-0.009(2)
P(4)	2i	-0.1388(4)	0.3459(3)	0.2074(2)	0.040(3)	0.040(3)	0.037(2)	0.001(2)	-0.004(2)	-0.002(2)
P(5)	2i	0.0373(3)	0.2234(3)	0.0753(2)	0.033(3)	0.041(3)	0.034(2)	-0.005(2)	-0.007(2)	0.000(2)
P(6)	2i	0.1131(4)	0.0590(3)	0.1295(2)	0.033(3)	0.038(3)	0.038(2)	0.000(2)	-0.005(2)	-0.005(2)
C(1)	2i	0.301(2)	0.123(1)	0.1740(9)	0.04(1)	0.05(1)	0.05(1)	0.01(1)	-0.01(1)	0.000(9)
C(2)	2i	0.167(2)	0.308(1)	0.3404(9)	0.08(2)	0.06(1)	0.05(1)	-0.02(1)	-0.03(1)	-0.002(9)
C(3)	2i	0.085(2)	0.371(1)	0.1257(9)	0.05(1)	0.06(1)	0.04(1)	0.01(1)	-0.006(9)	-0.007(9)
C(4)	2i	0.186(2)	0.267(1)	0.2124(9)	0.04(1)	0.05(1)	0.06(1)	0.00(1)	-0.02(1)	0.004(9)
O(1)	2i	0.394(1)	0.1185(9)	0.1505(7)	0.032(9)	0.11(1)	0.07(1)	-0.003(8)	0.006(7)	-0.010(8)

Table 3. (Continued)

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
O(2)	2i	0.232(1)	0.3384(9)	0.3579(8)	0.08(1)	0.10(1)	0.10(1)	-0.05(1)	-0.04(1)	-0.017(9)
O(3)	2i	0.113(1)	0.4267(8)	0.0965(6)	0.09(1)	0.058(9)	0.061(8)	-0.036(8)	-0.003(8)	0.022(7)
O(4)	2i	0.2655(9)	0.2982(7)	0.1948(5)	0.036(8)	0.062(8)	0.047(7)	-0.019(7)	0.002(6)	0.000(6)
O(5)	2i	0.0043(8)	0.1891(6)	0.2452(5)	0.036(7)	0.030(6)	0.030(6)	-0.008(5)	-0.005(5)	0.004(5)
C(10)	2i	0.064(1)	0.0637(9)	0.3614(8)	0.03(1)	0.04(1)	0.04(1)	0.000(8)	-0.010(8)	0.009(8)
C(20)	2i	-0.171(1)	0.367(1)	0.2986(8)	0.05(1)	0.04(1)	0.05(1)	-0.004(9)	0.002(9)	-0.013(8)
C(30)	2i	0.014(1)	0.1186(9)	0.0869(8)	0.04(1)	0.04(1)	0.04(1)	-0.001(8)	-0.004(8)	-0.013(8)

Acknowledgments. The financial support of the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada, is gratefully acknowledged.

References

1. Mirza, H. A.; Vittal, J. J.; Puddephatt, R. J.: A New Form of Fluxional Process in the Sterically Hindered Oxo Cluster [Ru₃(μ₃-O)(μ₃-CO)(CO)₃](μ-Ph₂PCH₂PPh₂)₃]. *Inorg. Chem.* **34** (1995) 4239-4243.
2. XSCANS, Version 1.0. Siemens Analytical X-Ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA 1990.
3. Sheldrick, G. M.: SHELXTL, Version 5.0. Siemens Analytical X-Ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA 1994.