

Fig. 3. Isomer *B*: an ORTEP II stereoview showing the relative disposition of the two independent molecules. Thermal ellipsoids are drawn at the 20% probability level.

isomerization to 4-chloro-3-phenylfuroxan and is partly released by out-of-plane distortions or by deformations of the ring. In molecule (I), where the deviation from planarity [torsion angle $\text{Cl}-\text{C}(2)-\text{N}(2)-\text{O}(2) = -1.8(5)^\circ$] is smaller than in (II) [torsion angle $\text{Cl}'-\text{C}(2')-\text{N}(2')-\text{O}(2') = 2.7(5)^\circ$], the ring deformation is greater and ΔNO is larger. In isomer *A* the significant difference between angles $\text{N}(1)-\text{C}(1)-\text{C}(2)$ and $\text{C}(1)-\text{C}(2)-\text{N}(2)$ (9.9°) is larger than in isomer *B* and this is a feature common to all other disubstituted furoxans studied.

References

- CALLERI, M., CHIARI, G., CHIESI VILLA, A., GAETANI MANFREDOTTI, A., GUASTINI, C. & VITERBO, D. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2384–2389.
 CALLERI, M., CHIARI, G., CHIESI VILLA, A., GAETANI MANFREDOTTI, A., GUASTINI, C. & VITERBO, D. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1032–1038.

- CALLERI, M., CHIARI, G., CHIESI VILLA, A., GAETANI MANFREDOTTI, A., GUASTINI, C. & VITERBO, D. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 479–485.
 CALLERI, M., CHIARI, G., GERMAIN, G. & VITERBO, D. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1618–1622.
 CALLERI, M., VITERBO, D., GAETANI MANFREDOTTI, A. & GUASTINI, C. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 269–271.
 CALVINO, R., GASCO, A., FRUTTERO, R., MORTARINI, V. & AIME, S. (1982). *J. Heterocycl. Chem.* Submitted.
 CALVINO, R., GASCO, A., SERAFINO, A. & VITERBO, D. (1981). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1240–1242.
 CALVINO, R., MORTARINI, V., GASCO, A., SANFILIPPO, A. & RICCIARDI, M. L. (1980). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther.* **15**, 485–487.
 CAMERON, A. F. & FREER, A. A. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 354–357.
 CHIESI VILLA, A., GUASTINI, C., CALLERI, M. & CHIARI, G. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 265–267.
 HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
 JOHNSON, C. K. (1970). ORTEP II. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 63–76.
 SHELDRIK, G. M. (1976). SHELX 76. A program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 Syntax (1976). The Syntax XTL structure determination system. Syntax Analytical Instruments Inc., 10041 Bubb Road, Cupertino, CA 95014, USA.
 VITERBO, D. & SERAFINO, A. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3444–3446.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 3049–3052

Struktur von *trans*-1,2,4,5-Tetramethyl-3,6-diphenoxy-1,2,4,5-tetraaza-3,6-diphosphacyclohexan-3,6-disulfid

VON UDO ENGELHARDT UND HEINZ VIERTTEL

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, D 1000 Berlin 33,
 Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 18. März 1982; angenommen am 5. Juli 1982)

Abstract

$\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_2\text{P}_2\text{S}_2$ is orthorhombic, $P2_12_12_1$, with $a = 7.530(2)$, $b = 8.081(2)$, $c = 35.522(2)$ Å, $V = 2161.5(5)$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.316$ Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and refined to $R = 0.047$ ($R_w = 0.052$) for 1776 contributing reflections. The heterocycle has a twist conformation; the PNN angles range from $111.9(5)$ to $116.4(5)^\circ$, and the NPN angles are $99.3(3)$ and $101.0(3)^\circ$. Mean

bond distances: P–N 1.648 (6), N–N 1.40 (1), P–S 1.910 (3), P–O 1.597 (5), O–C 1.384 (8) Å.

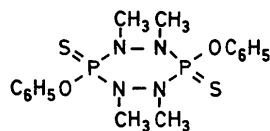
Einleitung

Über die Struktur des *cis*-Isomeren der Titelverbindung (1) wurde von Engelhardt & Viertel (1982) berichtet. Es zeigte sich, dass der zugrundeliegende Phosphor-Stickstoff-Sechsring in Twistform vorliegt. Hier soll

0567-7408/82/123049-04\$01.00

© 1982 International Union of Crystallography

nun über die Struktur des *trans*-Isomeren (1) berichtet werden. Dabei interessierte unter anderem auch der Vergleich mit dem *trans*-Isomeren des nichtmethylierten Analogen von (1), dessen Heterocyclus Sesselform besitzt (Engelhardt & Hartl, 1975b). Kernresonanzspektroskopische Untersuchungen in Lösung bei unterschiedlichen Temperaturen hatten kürzlich für (1) eine Twistkonformation wahrscheinlich gemacht (Bünger, Merrem & Engelhardt, 1982).



(1)

Experimentelles

Geeignete Kristalle kristallisierten aus *n*-Hexan. Die Raumgruppe wurde aus Drehkristall-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen bestimmt. Die Reflexintensitäten und genaue Gitterkonstanten wurden auf einem DEC PDP 15/40 gesteuerten Stoe-Vierkreis-Diffraktometer mit Ni-gelilterter Cu-K α -Strahlung vermessen ($\lambda = 1,54179 \text{ \AA}$), 2θ von 2,4 bis 64,5°, 2128 kristallographisch unabhängige Reflexe, θ - 2θ -Abtastung, Abtastbereich $\Delta 2\theta = (4,60 + 3,26 \text{ tg } \theta)^\circ$, Messzeit: 10 bis 30 s Grad⁻¹ in Abhängigkeit von der Reflexintensität, Schwächungsfilter bei hohen Intensitäten, Untergrundmesszeit = $\frac{1}{2}$ Intensitätsmesszeit, zwei Standardreferenzreflexe wurden nach je 30 Reflexen vermessen. Kristallform: Plättchen, 0,36 \times 0,28 \times 0,1 mm, Kristallvolumen 0,0098 mm³. Absorptionskorrektur mit sechs Begrenzungsflächen. Transmissionsfaktoren A [für $\mu(\text{Cu-K}\alpha) = 3,68 \text{ mm}^{-1}$] 0,70 $> A >$ 0,36. Absorptionskorrektur mit dem Programm *ABSCOR* (XRAY 76, Stewart, Machin, Dickinson, Ammon, Heck & Flack, 1976). 685 unbeobachtete Reflexe mit $I < 2\sigma_I$ (σ_I = statistischer Fehler der Gesamtzählrate + 0,03I) wurden bei der Verfeinerung nur berücksichtigt, wenn die berechnete Intensität grösser war als die beobachtete.

Strukturermittlung

Die Struktur wurde mit dem Programm *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) gelöst. Mit dem Startvorzeichensatz konnten 14 Atome lokalisiert werden. Nach zuerst isotroper, dann anisotroper Verfeinerung der Atomparameter und anschliessender Differenz-Fourier-Synthese ergaben sich die Positionen der restlichen Atome ausser H(131), H(141), H(151) und H(221). Diese Wasserstoffatome wurden, ausgehend von einer trigonal ebenen Konfiguration am

Tabelle 1. *Relative Atomkoordinaten mit Standardabweichungen und Mittelwerte der thermischen Parameter* ($U_{\text{äq}}$ nach Hamilton, 1959)

Koordinaten sind $\times 10^4$, thermische Parameter $\times 10^3$.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{äq}}$ (Å ²)
P(1)	4302 (3)	2177 (2)	8357 (1)	74 (1)
P(2)	6438 (3)	4175 (2)	9030 (1)	71 (1)
S(1)	3140 (4)	97 (3)	8306 (1)	123 (2)
S(2)	8070 (3)	5991 (3)	9014 (1)	98 (1)
N(1)	3504 (9)	3272 (9)	8707 (2)	84 (4)
N(2)	4533 (9)	4618 (8)	8825 (2)	83 (4)
N(3)	6915 (9)	2377 (8)	8831 (2)	81 (4)
N(4)	6437 (8)	2349 (8)	8449 (2)	84 (4)
O(1)	4316 (7)	3274 (6)	7983 (1)	81 (3)
O(2)	6060 (7)	3469 (6)	9442 (1)	88 (3)
C(1)	1942 (12)	2854 (16)	8936 (3)	136 (8)
C(2)	3941 (14)	6232 (10)	8691 (2)	106 (6)
C(3)	7386 (13)	849 (10)	9006 (2)	102 (6)
C(4)	7879 (12)	2210 (15)	8184 (2)	121 (7)
C(11)	3155 (9)	3051 (9)	7684 (2)	69 (4)
C(12)	1619 (11)	3926 (10)	7674 (2)	82 (5)
C(13)	530 (11)	3805 (10)	7360 (2)	100 (6)*
C(14)	937 (12)	2803 (11)	7082 (2)	94 (6)
C(15)	2469 (14)	1925 (12)	7084 (2)	103 (7)
C(16)	3612 (12)	2033 (11)	7387 (2)	96 (6)
C(21)	6226 (14)	4401 (11)	9767 (2)	90 (6)
C(22)	4866 (16)	5424 (15)	9870 (3)	128 (8)
C(23)	4841 (22)	6298 (17)	10195 (3)	152 (10)
C(24)	6283 (26)	6211 (19)	10411 (3)	151 (12)
C(25)	7700 (21)	5234 (24)	10331 (3)	173 (10)
C(26)	7655 (15)	4224 (15)	9984 (3)	131 (8)

* C(13) wurde zum Schluss nicht mehr verfeinert, die Standardabweichungen und der Mittelwert der thermischen Parameter sind der letzten Verfeinerung ($R = 0,052$) entnommen.

Tabelle 2. *Bindungsabstände (Å) und -winkel (°)*

P(1)–S(1)	1,904 (3)	P(2)–S(2)	1,915 (3)
P(1)–N(1)	1,640 (7)	P(2)–N(2)	1,648 (7)
P(1)–N(4)	1,646 (6)	P(2)–N(3)	1,656 (7)
P(1)–O(1)	1,598 (5)	P(2)–O(2)	1,597 (5)
N(1)–N(2)	1,40 (1)	N(3)–N(4)	1,403 (8)
N(1)–C(1)	1,47 (1)	N(2)–C(2)	1,46 (1)
N(4)–C(4)	1,44 (1)	N(3)–C(3)	1,43 (1)
O(1)–C(11)	1,387 (8)	O(2)–C(21)	1,383 (9)
C(11)–C(12)	1,36 (1)	C(21)–C(22)	1,37 (2)
C(12)–C(13)	1,388 (7)	C(22)–C(23)	1,35 (2)
C(13)–C(14)	1,313 (8)	C(23)–C(24)	1,33 (2)
C(14)–C(15)	1,35 (1)	C(24)–C(25)	1,36 (2)
C(15)–C(16)	1,38 (1)	C(25)–C(26)	1,48 (2)
C(16)–C(11)	1,38 (1)	C(26)–C(21)	1,33 (1)
S(1)–P(1)–O(1)	114,3 (2)	S(2)–P(2)–O(2)	114,6 (2)
S(1)–P(1)–N(1)	112,4 (3)	S(2)–P(2)–N(2)	112,3 (3)
S(1)–P(1)–N(4)	122,8 (3)	S(2)–P(2)–N(3)	121,4 (3)
N(1)–P(1)–N(4)	99,3 (3)	N(2)–P(2)–N(3)	101,0 (3)
N(1)–P(1)–O(1)	109,5 (3)	N(2)–P(2)–O(2)	109,1 (3)
N(4)–P(1)–O(1)	96,4 (3)	N(3)–P(2)–O(2)	96,8 (3)
P(1)–N(1)–C(1)	126,0 (7)	P(2)–N(2)–C(2)	127,2 (6)
P(1)–N(4)–C(4)	126,9 (5)	P(2)–N(3)–C(3)	128,7 (5)
P(1)–N(1)–N(2)	116,4 (5)	P(2)–N(2)–N(1)	116,4 (5)
P(1)–N(4)–N(3)	116,3 (5)	P(2)–N(3)–N(4)	111,9 (5)
N(1)–N(2)–C(2)	115,4 (6)	N(2)–N(1)–C(1)	117,2 (7)
N(4)–N(3)–C(3)	118,1 (6)	N(3)–N(4)–C(4)	116,1 (6)
P(1)–O(1)–C(11)	124,1 (5)	P(2)–O(2)–C(21)	123,6 (5)
O(1)–C(11)–C(12)	119,4 (6)	O(2)–C(21)–C(22)	119,0 (9)
O(1)–C(11)–C(16)	120,3 (7)	O(2)–C(21)–C(26)	119,8 (9)
C(11)–C(12)–C(13)	119,2 (6)	C(21)–C(22)–C(23)	123 (1)
C(11)–C(16)–C(15)	118,6 (8)	C(21)–C(26)–C(25)	116 (1)
C(12)–C(13)–C(14)	120,7 (5)	C(22)–C(23)–C(24)	117 (1)
C(13)–C(14)–C(15)	121,2 (7)	C(23)–C(24)–C(25)	123 (1)
C(14)–C(15)–C(16)	120,1 (8)	C(24)–C(25)–C(26)	119 (1)
C(16)–C(11)–C(12)	120,2 (7)	C(26)–C(21)–C(22)	121,1 (9)

C-Atom im Benzolring, geometrisch positioniert. Die abschliessende Verfeinerung aller Parameter mit anisotropen Temperaturfaktoren bzw. isotropen Temperaturfaktoren für die Wasserstoffatome führte nach Einführung einer Gewichtung [$W = A/(2 + \sigma F_o^2 + 1/W + 1,17 \times 10^{-2} F_o + 1 \times 10^{-3} F_o^2 + 2 \sin \theta)$] mit $A = 1,3$ für beobachtete und $A = 0,95$ für unbeobachtete Reflexe] zum endgültigen R -Wert: 0,047 ($R_w = 0,052$). Ein versuchsweise eingeführter Extinktionskoeffizient konvergierte gegen Null. Bei Schwefel und Phosphor wurde der Real- und Imaginärteil der anomalen Dispersion berücksichtigt (f' und f'' aus *International Tables for X-ray Crystallography*, 1962). Es wurden die Atomformfaktoren nach Cromer & Mann (1968) bzw. für die Wasserstoffatome nach Stewart, Davidson & Simpson (1965) verwendet.

Die Rechnungen wurden mit dem Programm XRAY 76 (Stewart *et al.*, 1976) an den Rechenanlagen CDC Cyber 175 des Grossrechenzentrums für die Wissenschaft Berlin (WRB) und CDC Cyber 720/835 der Zentraleinrichtung für Datenverarbeitung der Freien Universität Berlin (ZEDAT) durchgeführt.

Tabelle 1 enthält die Lageparameter aller Atome mit Ausnahme der Wasserstoffatome, die Bindungsabstände und -winkel sind in Tabelle 2 enthalten.*

Diskussion

Fig. 1 zeigt die Gestalt des Moleküls ohne H-Atome mit Numerierungsschema. Der Tetraaza-diphospho-cyclohexan-Ring liegt, wie beim *cis*-Isomeren von (1) (Engelhardt & Viertel, 1982), in Twist-Form vor.

Die Torsionswinkel um die Bindungen im Ring haben folgende Werte: $P(1)-N(1)-N(2)-P(2) = 68,1$ (5); $N(1)-N(2)-P(2)-N(3) = -28,2$ (5); $N(2)-P(2)-N(3)-N(4) = -38,1$ (4); $P(2)-N(3)-N(4)-P(1) = 74,8$ (4); $N(3)-N(4)-P(1)-N(1) = -35,6$ (4); $N(4)-P(1)-N(1)-N(2) = -33,5$ (4)°. Das Molekül besitzt, wie auch das entsprechende *cis*-Analoge von (1), mit durchschnittlich 72 (4)° deutlich grössere Torsionswinkel um die N–N-Bindungen in Ring als die Twistkonformation des entsprechenden nicht N-methylierten *cis*-Analogen (63°; Engelhardt & Hartl, 1975a, 1976). Diese relative grossen Torsionswinkel sind zumindest teilweise durch die sterischen Wechselwirkungen der Methylgruppen an den benachbarten N-Atomen erklärbar: C(1)···C(2) 3,237 (6) Å, C(3)···C(4) 3,143 (6) Å [Van der Waals-Abstand nach Bondi (1964) 3,40 Å]. Da in einer hypothetischen Sesselkonformation von (1) bei im Wesentlichen unveränderten Bindungswinkeln und -abständen im Ring noch viel kleinere Torsionswinkel zwischen 46 und 48° zu erwarten wären (Engelhardt & Hartl, 1976; Engelhardt & Jürgens, 1980), dürften diese sterischen Wechselwirkungen der Methylgruppen ein wesentlicher Grund für die Bevorzugung der Twistkonformation bei (1) sein. Auch die in den Twistkonformationen gefundenen grösseren P–P-Kontakt-abstände im Ring begünstigen diese Konformation gegenüber der Sesselkonformation, in der aufgrund der kleineren Torsionswinkel um die N–N-Bindungen um rund 0,1 Å kürzere P–P-Kontakte anzutreffen sind. In beiden Konformationen sind diese Kontakte mit durchschnittlich 3,20 (2) Å (Sessel) bzw. 3,32 (2) Å (Twistform) wesentlich kürzer als der entsprechende Van der Waals-Abstand (3,90 Å; Bondi, 1964).

* Tabellen der Lageparameter der Wasserstoffatome, der anisotropen Temperaturfaktoren, der Bindungsabstände und -winkel unter Beteiligung der Wasserstoffatome sowie der beobachteten und berechneten Strukturparameter sind hinterlegt bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38055: 31 pp.). Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

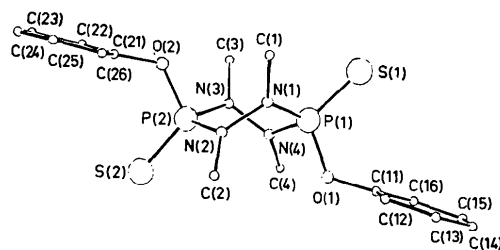


Fig. 1. Gestalt des Moleküls ohne H-Atome mit Numerierungsschema.

Die N–N-Abstände [1,40 (1) Å] und der Mittelwert der P–N-Abstände [1,648 (6) Å] entsprechen innerhalb der Standardabweichungen recht genau den bei den beiden Isomeren der nicht N-methylierten Verbindung und beim *cis*-Isomeren von (1) gefundenen Daten. Ähnlich gute Übereinstimmungen ergeben sich auch bei den übrigen Bindungslängen und -winkeln (Engelhardt & Hartl, 1975a,b, 1976; Engelhardt & Viertel, 1982). Die N-Atome besitzen wie im *cis*-Isomeren eine nahezu ebene Koordination. Die Abweichungen aus den Ebenen der sie umgebenden Atome betragen: N(1) 0,059 (1), N(2) 0,087 (1), N(3) 0,097 (1) und N(4) 0,076 (1) Å. Wie im *cis*-Isomeren fallen die relativ grossen P–N–C-Winkel auf, die auf starke sterische Wechselwirkungen der Methylgruppen mit Schwefel bzw. Sauerstoff am Phosphor zurückgeführt werden können: C(1)···S(1) 3,285 (8) Å (3,50 Å, Bondi, 1964), C(3)···O(2) 2,808 (8) Å (3,22 Å, Bondi, 1964). Entsprechende kurze Abstände finden sich für C(2) und C(4). Die grösste Ausdehnung der Moleküle liegt parallel zur *c*-Achse, Stapelung der Moleküle im Kristall entlang der *a*- und *b*-Achse. Die intermolekularen Abstände

sind grösser als die Summe der Van der Waals-Radien benachbarter Atome.

Dank gilt den Herren Kollegen des Instituts für Kristallographie der Freien Universität Berlin für die Unterstützung bei den Messungen und für die Überlassung einiger Rechenprogramme. Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für finanzielle Unterstützung.

Literatur

- BONDI, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
 BÜNGER, T., MERREM, H. J. & ENGELHARDT, U. (1982). *Z. Anorg. Allg. Chem.* Im Druck.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324
 ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1975a). *Acta Cryst.* **B31**, 2098–2105.

- ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1975b). *Angew. Chem.* **87**, 541–542.
 ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1133–1138.
 ENGELHARDT, U. & JÜRGENS, G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3059–3063.
 ENGELHARDT, U. & VIERTTEL, H. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1972–1975.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Bd III, S. 213. Birmingham: Kynoch Press.
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). *The XRAY system – version of March 1976*. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 3052–3055

A Sixteen-Membered-Ring Organophosphorus Compound: *cis*-2,10-Di(*tert*-butyl)-1,3,6,9,11,14-hexathia-2,10-diphosphacyclohexadecane 2,10-Disulphide

BY ANDRÉ GRAND* AND JEAN MARTIN

Laboratoires de Chimie (LA CNRS n° 321), Département de Recherche Fondamentale, Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble, 85 X, F. 38041 Grenoble CEDEX, France

(Received 25 February 1982; accepted 7 July 1982)

Abstract

$C_{16}H_{34}P_2S_8$, $M_r = 544.9$, is monoclinic. $P2_1/c$, with $a = 10.054$ (1), $b = 11.929$ (2), $c = 21.861$ (5) Å, $\beta = 97.38$ (1)°, $V = 2600.16$ Å³, $D_x = 1.392$, $D_m = 1.36$ Mg m⁻³, $Z = 4$. The structure was refined to $R = 0.064$ for 3009 unique diffractometer data. The molecule adopts an asymmetric conformation which does not belong to the conventional forms and displays a significant discrepancy between corresponding bond lengths and angles in the two parts of the molecule.

Introduction

Studies of large organophosphorus rings were undertaken to solve problems such as the synthesis of large heteroatomic molecules and their complexation with metal atoms, and to obtain their molecular geometry and conformation. Although the conformations of

macrocycles have been well studied from both theoretical (Dale, 1973a) and experimental (Anet & Cheng, 1975; Groth, 1976; Dutasta, Grand & Robert, 1978) points of view, many problems still remain, particularly when heteroatoms are present in the ring. Besides the conformational problems, it seems that in rings containing P atoms and having the same R groups attached to the P atom, a relation can be shown between the NMR parameters [$\delta^{31}P$, 1J (P–C), 3J (P–S–C–H)] in the liquid state and the bond angles and bond lengths determined by X-ray diffraction in the solid state (Martin & Robert, 1981; Grand, 1979; Gorenstein, 1975). The crystal structure analysis of (I) has also revealed that it is the *cis* isomer, a result not possible to determine by NMR.

We report here the first structure of a sixteen-membered macrocycle (I) containing two P atoms. The molecule was obtained by dimerization of the eight-membered-ring monomer (II) for which the solid-state structure and synthesis were published elsewhere (Martin & Robert, 1979, 1980). Because disorder phenomena appeared during the refinement process

* Faculty member of the Université Scientifique et Médicale de Grenoble.