

The crystal structure consists of discrete molecules separated by normal van der Waals distances, except for a short intermolecular distance of 2.957 (5) Å for $O(3) \cdots C(27)(1-x, -\frac{1}{2}+y, \frac{3}{2}-z)$.

The authors are indebted to the Institute for Molecular Science for the use of a HITAC M-200H computer.

References

HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
HIRONO, I., YAMADA, K., NIWA, H., SHIZURI, Y., OJIKI, M., HOSAKA, S., YAMAJI, T., WAKAMATSU, K., KIGOSHI, H., NIYAMA, K. & UOSAKI, Y. (1984). *Cancer Lett.* **21**, 239–246.

International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
NAKANISHI, K., OHASHI, M., TADA, M. & YAMADA, Y. (1965). *Tetrahedron*, **21**, 1231–1246.
NEIDLE, S. & ROGERS, D. (1970). *Nature (London)*, **225**, 376.
NIWA, H., OJIKI, M., WAKAMATSU, K., YAMADA, K., HIRONO, I. & MATSUSHITA, K. (1983). *Tetrahedron Lett.* **24**, 4117–4120.
SAKURAI, T. & KOBAYASHI, K. (1979). *Rikagaku Kenkyusho Hokoku*, **55**, 69–77.

Acta Cryst. (1984). **C40**, 1879–1882

1,2,5,6,7,8,9,10-Octa-*tert*-butyl-1,2,5,6,7,8,9,10-octaphospha-3,4-disila-dispiro[2.0.4.2]decan, * C₃₂H₇₂P₈Si₂

VON KARL-FRIEDRICH TEBBE UND MAGDA FEHÉR

Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln, Greinstrasse 6, D-5000 Köln 41, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 27. Dezember 1983; angenommen am 15. Juni 1984)

Abstract. $M_r = 760.89$, monoclinic, $C2/c$, $a = 35.296$ (10), $b = 14.442$ (3), $c = 18.501$ (6) Å, $\beta = 105.37$ (2)°, $V = 9093.49$ Å³, $Z = 8$, $D_m = 1.11$, $D_x = 1.111$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.372$ mm⁻¹, $F(000) = 3296$, $T = 293$ K, $R_F = 0.047$ for 3817 observed reflections [$|F| \geq 4\sigma(F)$]. $(t\text{-BuP})_8\text{Si}_2$ forms a dispiro compound with a P₄Si, a P₂Si₂ and a P₂Si ring connected nearly orthogonally by means of the Si atoms as spiro centres. The different surroundings of Si lead to endocyclic bond angles $\varphi(\text{P-Si-P})$ between 59.1 and 107.5° ($\sigma \leq 0.1^\circ$). These different bond-angle distortions at Si yield a significant variation of bond lengths $d(\text{Si-P})$ from 2.233 to 2.317 Å ($\sigma \approx 0.002$ Å).

Einleitung. Durch Cyclokondensation von $\text{K}_2(t\text{-BuP})_2$ mit SiCl_4 konnte das Spirane $(t\text{-BuP})_2\text{Si}(t\text{-BuP})_2$ als Gemisch aus zwei Konfigurationsisomeren der Symmetrie $\bar{4}$ und 2 dargestellt werden. Diese wurden nach

* Beiträge zur Strukturchemie phosphorhaltiger Ketten und Ringe. 12. Teil 11: Tebbe & Heinlein (1984); Ergebnisse dieser Untersuchung sind bereits am 9. August 1983 in Lüttich während des ECM8 vorgestellt (Fehér, Heinlein & Tebbe, 1983) und zusammen mit den präparativen und spektroskopischen Ergebnissen kurz mitgeteilt worden (Baudler, Pontzen, Schings, Tebbe & Fehér, 1983).

fraktionierter Kristallisation aus *n*-Pentan getrennt isoliert (Baudler & Pontzen, 1982). Inzwischen liegen Röntgenstrukturanalysen der beiden Diastereomeren vor (Tebbe & Heinlein, 1984). Thermolyseversuche ergaben nun, dass das Isomer der Symmetrie $\bar{4}$ oder auch das Isomergemisch in der Schmelze zu einem Dispiran $(t\text{-BuP})_8\text{Si}_2$ dimerisiert (Baudler *et al.*, 1983). Diese neue Verbindung ist bei 'all-*trans*'-Stellung der *tert*-Butylsubstituenten aus einem P₂Si₂-Vierring aufgebaut, der über die beiden Siliciumatome mit einem P₂Si-Dreiring und mit einem P₄Si-Fünfring spiro-cyclisch verknüpft ist. Ziele der hier beschriebenen Röntgenstrukturanalyse sind die Bestätigung der Konstitution dieses ersten Spiro-Ringsystems aus einem Drei-, Vier- und Fünfring, die Absicherung der Konfiguration, die Ermittlung der Konformation im Kristall und die Vermessung des gesamten Moleküls. Darüber hinaus sollen ergänzende Strukturdaten für eine vergleichende Diskussion der Bindungsverhältnisse in Phosphor-Silicium-Verbindungen gewonnen werden. Bisher liegen Röntgenstrukturanalysen für so unterschiedliche Verbindungen wie die beiden Konfigurationsisomeren Spirane $(t\text{-BuP})_2\text{Si}(t\text{-BuP})_2$ (Tebbe & Heinlein, 1984), den Dreiring $(t\text{-BuP})_2\text{SiPh}_2$ (Tebbe, 1980), die Sechsringe $[\text{Me}_2\text{Si}(t\text{-BuP})_2]_2$ (Fröhlich & Tebbe, 1982), $[\text{PhP}(\text{SiMe}_2)_2]_2$ (Cordes, Schubert &

Oakley, 1979) und [$\{\text{PhP}(\text{SiMe}_2)_2\}_2\text{Mo}(\text{CO})_4$] (Calabrese, Oakley & West, 1979), die Kette $\text{Me}_3\text{Si}-(t\text{-BuP})_4-\text{SiMe}_3$ (Tebbe & Fröhlich, 1982) und die Käfige $\text{P}_7(\text{SiMe}_2)_3$ und $\text{P}_4(\text{SiMe}_2)_3$ (Hönle & von Schnering, 1978a), $(\text{SiMe}_2)_6\text{P}_4$ (Hönle & von Schnering, 1978b) und $(\text{Me}_2\text{Si})_3\text{P}_4(\text{CMe}_3)_2$ (Hönle & von Schnering, 1978c) vor. Die hier untersuchte Verbindung erlaubt, die in gespannten Systemen mit der Valenzwinkeldeformation am Silicium korrelierte Verkürzung der Phosphor-Silicium-Bindungslänge (Tebbe & Heinlein, 1984) an einer einzigen Verbindung mehrfach zu überprüfen.

Experimentelles. Umkristallisation aus Toluol, durchscheinende zitronengelbe Prismen, Zers. 538 K (Baudler *et al.*, 1983). D_m : Schwebemethode in NaCl-Lösung. Kristallsplitter $\approx 0,2 \times 0,2 \times 0,3$ mm, Einschluss in eine Glaskapillare unter Argon. CAD-4 Enraf-Nonius, Mo $K\alpha$ -Strahlung, 50 kV/20 mA, Graphitmonochromator, Szintillationszähler, Gitterkonstanten aus den Winkelpositionen von 18 Reflexen. ω - θ -Abtastung, Abtastbreite $\Delta\omega = \pm(1,0 + 0,35\text{tg}\theta)^\circ$, Apertur $4,0(1,0 + 1,0\text{tg}\theta)$ mm², Scangeschwindigkeit $1,55 \leq v \leq 6,71^\circ \text{ min}^{-1}$, $2\theta_{\text{max}} = 46^\circ$, $0 \leq h \leq 38$, $0 \leq k \leq 15$, $-20 \leq l \leq 19$. Drei Kontrollreflexe; Messzeit 116,2 h. 6716 Reflexe, davon 6312 unabhängige ($R_{\text{int}} = 0,023$), davon 2495 später nach dem Kriterium $|F_o| \leq 4\sigma(F_o)$ als unbeobachtet eingestuft. Korrektur der zeitlichen isotropen Intensitätsabnahme über $K = \exp(\beta t)$ mit $\beta = 0,25(2) \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ($1,00 \leq K \leq 1,110$), PL-Korrektur, keine Korrektur der Absorptionseffekte, Zuordnung der Standardabweichungen über die Poisson-Statistik und Fehlerfortpflanzung, additive Korrektur nach $\sigma_{\text{corr}}^2(I) = \sigma^2(I) + (0,0103I)^2$. Zuordnung der Raumgruppe $C2/c$ aufgrund der Lauesymmetrie $2/m$, der Auslöschungen $h + k = 2n + 1$ für hkl und $l = 2n + 1$ für $h0l$ und der erfolgreich abgeschlossenen Strukturbestimmung in dieser Raumgruppe. Lösung des Vorzeichenproblems durch direkte Methoden, Entnahme der Lagen von P, Si und einigen C aus der E -Map des nach den üblichen Kriterien besten Lösungsvorschlags, Ergänzung des Modells durch Fourier-Methoden, isotrope Verfeinerung: $R_F = 0,091$, $wR_F = 0,103$; anisotrope Verfeinerung über $|F_o|$ nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate in zwei überlappenden Blöcken mit jeweils P und Si und alternierend den Substituentenatomen des Drei- und Vier- bzw. Fünfringes, 273 Parameter pro Block; H-Lagen zum Teil aus ΔF -Synthesen, zum Teil berechnet, Berücksichtigung bei der Verfeinerung in starren Methylgruppen, gemeinsame unterschiedliche Temperaturfaktoren bei den Substituenten 1–4 bzw. 5–8; Eliminierung des offensichtlich messgeschädigten Reflexes 200, $R_F = 0,047$, $wR_F = 0,044$ [$w^{-1} = \sigma^2(F) + 0,00027|F|^2$], keine Anzeichen für Extinktionseffekte, relative Parameterverschiebungen in den beiden

Tabelle 1. Atomlagen und isotrope Temperaturkoeffizienten (Standardabweichungen)

Die über $T = \exp(-8\pi^2 U_{\text{iso}} \sin^2 \theta / \lambda^2)$ definierten thermischen Parameter $U_{\text{iso}}(\text{Å}^2)$ sind der abschliessenden isotropen Verfeinerung entnommen worden.

	x	y	z	U_{iso}
Si(1)	0,07932 (4)	0,23604 (10)	0,00488 (7)	0,0328 (7)
Si(2)	0,13365 (4)	0,25066 (9)	0,11276 (7)	0,0285 (7)
P(1)	0,10028 (4)	0,09409 (9)	-0,01986 (7)	0,0392 (8)
P(2)	0,15709 (4)	0,12322 (9)	0,06193 (7)	0,0363 (7)
P(3)	0,01674 (4)	0,27892 (10)	-0,00726 (8)	0,0408 (8)
P(4)	0,04653 (4)	0,31939 (10)	-0,09350 (8)	0,0443 (8)
P(5)	0,12815 (4)	0,23011 (9)	0,23206 (7)	0,0321 (7)
P(6)	0,15363 (4)	0,35470 (9)	0,29440 (7)	0,0342 (7)
P(7)	0,18697 (4)	0,43207 (9)	0,22847 (7)	0,0364 (7)
P(8)	0,16759 (4)	0,38514 (9)	0,11127 (7)	0,0330 (7)
C(1)	0,1122 (2)	0,0944 (4)	-0,1149 (3)	0,050 (3)
C(11)	0,1381 (2)	0,0093 (4)	-0,1143 (3)	0,069 (4)
C(12)	0,0726 (2)	0,0835 (5)	-0,1743 (3)	0,066 (4)
C(13)	0,1339 (2)	0,1796 (4)	-0,1307 (3)	0,061 (4)
C(2)	0,1645 (2)	0,0179 (4)	0,1259 (3)	0,043 (3)
C(21)	0,1738 (2)	-0,0637 (4)	0,0797 (3)	0,066 (4)
C(22)	0,2009 (2)	0,0393 (5)	0,1915 (3)	0,070 (4)
C(23)	0,1296 (2)	-0,0070 (4)	0,1560 (3)	0,055 (4)
C(3)	-0,0224 (1)	0,1917 (4)	-0,0511 (3)	0,054 (4)
C(31)	-0,0362 (3)	0,1490 (7)	0,0111 (4)	0,130 (8)
C(32)	-0,0551 (2)	0,2425 (5)	-0,1025 (5)	0,102 (6)
C(33)	-0,0101 (2)	0,1166 (5)	-0,0957 (5)	0,103 (6)
C(4)	0,0552 (2)	0,4482 (4)	-0,0807 (3)	0,058 (4)
C(41)	0,0922 (2)	0,4685 (5)	-0,1063 (5)	0,094 (6)
C(42)	0,0190 (2)	0,4938 (5)	-0,1319 (4)	0,093 (6)
C(43)	0,0613 (2)	0,4838 (4)	-0,0014 (3)	0,064 (4)
C(5)	0,0742 (1)	0,2405 (4)	0,2318 (3)	0,038 (3)
C(51)	0,0531 (2)	0,1563 (4)	0,1880 (3)	0,050 (3)
C(52)	0,0723 (1)	0,2348 (4)	0,3134 (3)	0,050 (3)
C(53)	0,0552 (1)	0,3311 (4)	0,1978 (3)	0,047 (3)
C(6)	0,1950 (2)	0,3038 (4)	0,3719 (3)	0,046 (3)
C(61)	0,2146 (2)	0,3870 (4)	0,4194 (3)	0,064 (4)
C(62)	0,1761 (2)	0,2438 (5)	0,4202 (3)	0,071 (4)
C(63)	0,2256 (2)	0,2495 (5)	0,3458 (3)	0,072 (4)
C(7)	0,1634 (2)	0,5505 (4)	0,2240 (3)	0,051 (3)
C(71)	0,1755 (2)	0,5893 (4)	0,3038 (3)	0,063 (4)
C(72)	0,1805 (2)	0,6125 (4)	0,1727 (4)	0,081 (5)
C(73)	0,1190 (2)	0,5504 (4)	0,1958 (3)	0,060 (4)
C(8)	0,2168 (1)	0,3622 (4)	0,0898 (3)	0,043 (3)
C(81)	0,2065 (2)	0,3313 (4)	0,0069 (3)	0,054 (3)
C(82)	0,2385 (2)	0,4539 (4)	0,0979 (3)	0,053 (3)
C(83)	0,2422 (1)	0,2902 (4)	0,1401 (3)	0,054 (3)

letzten Verfeinerungsschritten: $|\Delta|/\sigma < 0,6$ (ohne H); Differenzelektronendichte: $-0,29 \leq \Delta\rho \leq 0,18 \text{ e Å}^{-3}$. Atomformfaktoren für H, C, Si, P und Dispersionskorrekturen aus den *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); CDC Cyber 72/76M, Rechenzentrum der Universität zu Köln; eigene Programme (Tebbe & Fröhlich, 1979), *SHELX76* (Sheldrick, 1976), *ORFFE4* (Busing, Martin, Levy, Brown, Johnson & Thiessen, 1977), *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Diskussion. Die Lageparameter sind in Tabelle 1 aufgelistet.*

Die aus spektroskopischen Untersuchungen hergeleitete Konstitution für $(t\text{-BuP})_8\text{Si}_2$ (Baudler *et al.*,

*Listen mit den Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren für P, Si und C, den berechneten Wasserstofflagen, sämtlichen Bindungsabständen, sämtlichen Bindungswinkeln, ausgewählten Torsionswinkeln und den Strukturparametern sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39590: 32 pp.) hinterlegt worden. Kopien können angefordert werden bei The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

1983) wird durch die Röntgenstrukturanalyse bestätigt (Fig. 1). Die Strukturelemente dieser Verbindung sind ein P_4Si -Fünfring mit der Konformation des verdrehten Briefumschlags (Folge der Torsionswinkel ab Si: 4,6; -13,9; 18,4; -14,8; 6,2°; $\sigma \approx 0,1^\circ$), ein gefalteter P_2Si_2 -Vierring [$|\tau| = 13,1(4)^\circ$] und ein P_2Si -Dreiring. Durch die Verknüpfung dieser drei Ringe über die gemeinsamen Siliciumatome wird ein Dispiran aufgebaut, dessen Ringe in Näherung senkrecht aufeinander stehen. Bei einem Blick auf den zentralen Vierring zeigt sich, dass der Dreiring und der Fünfring an der Si-Si-Bindung *cis*-ständig in Fortsetzung der beiden Vierring-Diagonalen angeordnet sind. Daraus ergibt sich für den polycyclischen P_8Si_2 -Kern des Moleküls eine bogenförmige Gestalt.

Sämtliche Phosphoratome sind durch *tert*-Butylgruppen substituiert, die in jedem Ring abwechselnd nach beiden Seiten der jeweiligen Ringebene gerichtet sind. Ihre Stellung in den einzelnen Ringen ist jedoch nicht immer antiperiplanar, sondern teilweise +anticlinal oder -anticlinal. Wie in anderen Phosphorringen (Fehér, Fröhlich & Tebbe, 1981) sind die *tert*-Butyl-Substituenten so orientiert, dass jeweils eine Methylgruppe $C(i3)$ nach innen zum Ring hin gerichtet ist [$\bar{\varphi}(P-C-C_{\text{innen}}) = 115,0(8)^\circ$], während die beiden anderen $C(i1)$ und $C(i2)$ nach aussen weisen [$\bar{\varphi}(P-C-C_{\text{ausen}}) = 106,5(8)^\circ$]. Die mittleren Bindungslängen $\bar{d}(P-C) = 1,901(10)$, $\bar{d}(C-C) = 1,52(2) \text{ \AA}$ und der Bindungswinkel $\bar{\varphi}(C-C-C) = 109,6(10)^\circ$ entsprechen der Erwartung.

In den drei Ringen stehen die *tert*-Butylgruppen axial bezüglich der jeweiligen Ringebene. Durch Angabe der Substituentenstellung in der Umgebung der beiden Spirozentren lässt sich die Konfiguration des gesamten Moleküls folgendermassen eindeutig beschreiben: Jedes Siliciumatom ist unmittelbar mit drei *t*-BuP-Einheiten verbunden. Blickt man nun vom Mittelpunkt der

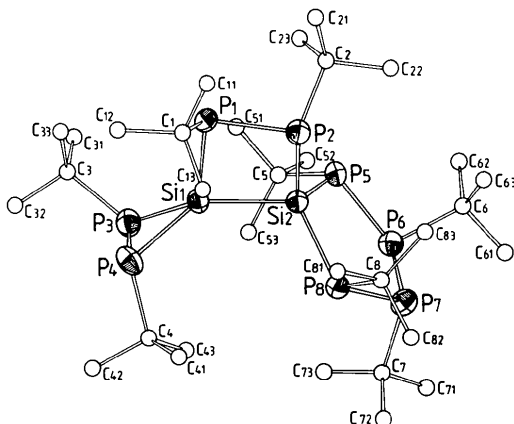


Fig. 1. Molekülstruktur mit thermischen Ellipsoiden für Si und P (50% Wahrscheinlichkeit) und dem Bezeichnungsschema für die Atome.

Tabelle 2. Ausgewählte Bindungsabstände (Å) und Bindungswinkel (°) (Standardabweichungen)

Si(1)–Si(2)	2,383 (2)	Si(1)–P(1)	2,267 (2)
P(1)–P(2)	2,209 (2)	Si(1)–P(3)	2,247 (2)
P(3)–P(4)	2,210 (2)	Si(1)–P(4)	2,233 (2)
P(5)–P(6)	2,197 (2)	Si(2)–P(2)	2,317 (2)
P(6)–P(7)	2,210 (2)	Si(2)–P(5)	2,286 (2)
P(7)–P(8)	2,201 (2)	Si(2)–P(8)	2,286 (2)
Si(1)–P(3)–P(4)	60,12 (7)	P(1)–Si(1)–P(3)	126,43 (8)
P(3)–P(4)–Si(1)	60,78 (7)	P(1)–Si(1)–P(4)	116,70 (8)
P(3)–Si(1)–P(4)	59,11 (7)	P(3)–Si(1)–Si(2)	127,65 (8)
		P(4)–Si(1)–Si(2)	139,76 (8)
P(1)–Si(1)–Si(2)	90,92 (6)	P(2)–Si(2)–P(5)	114,81 (7)
Si(1)–P(1)–P(2)	88,57 (7)	P(2)–Si(2)–P(8)	115,17 (8)
P(1)–P(2)–Si(2)	94,15 (7)	P(5)–Si(2)–Si(1)	122,81 (8)
P(2)–Si(2)–Si(1)	83,36 (6)	P(8)–Si(2)–Si(1)	111,91 (7)
P(5)–Si(2)–P(8)	107,51 (7)		
Si(2)–P(5)–P(6)	105,83 (8)		
P(5)–P(6)–P(7)	109,16 (8)		
P(6)–P(7)–P(8)	108,44 (8)		
P(7)–P(8)–Si(2)	106,07 (8)		

Dreiringseite P(3)–P(4) auf das Spiroatom Si(1) oder vom Mittelpunkt der Linie zwischen den Atomen P(5) und P(8) auf das Spiroatom Si(2), so sind in beiden Fällen die drei jeweils beteiligten *tert*-Butyl-Substituenten im Uhrzeigersinn propellerartig angeordnet (für das Enantiomere entsprechend im Gegen-uhreigersinn).

Die Spiro-Verknüpfungen der drei Ringe führen zu teilweise drastischen Abweichungen der Bindungswinkel am Silicium vom idealen Tetraederwinkel $\varphi_{\text{tet}} = 109,47^\circ$. Sowohl die endocyclischen als auch die exocyclischen Winkel vom Typ $\varphi(P-Si-P)$ und $\varphi(P-Si-Si)$ variieren dabei in Abhängigkeit von den Ringgrössen (Tabelle 2). Die geringsten Abweichungen vom Idealwert beobachtet man erwartungsgemäss im Fünfring P_4Si . In dem auffallend stark verzerrten Vierring P_2Si_2 liegt naturgemäss eine grosse Ringspannung vor, da die endocyclischen Bindungswinkel gegenüber dem Tetraederwinkel deutlich verkleinert sind. Hier sind auch die Bindungslängen verschieden (Tabelle 2). Eine Erklärung ist einerseits in der Spiro-Verknüpfung mit dem Dreiring und andererseits in den Unterschieden der gesamten Valenzwinkel-Deformation der beiden Spirosiliciumatome zu suchen. Im Dreiring P_2Si führt die extreme Ringspannung zu den kürzesten Si–P-Abständen innerhalb des Moleküls. Der mit gebogenen Bindungen in kleinen Ringen (Robinson & Gillespie, 1980) erklärable Befund, dass der Silicium–Phosphor-Abstand um so kürzer ist, je kleiner die Valenzwinkel am Silicium sind, wird durch die hier untersuchte Verbindung bestätigt.

Das Molekül ist chiral. Im Kristall liegen beide Enantiomere nebeneinander vor. Fig. 2 verdeutlicht die Packung der acht Moleküle in der Elementarzelle. Bemerkenswerte zwischenmolekulare Wechselwirkungen werden nicht beobachtet. Die Kontaktabstände zwischen den Wasserstoffatomen beginnen bei 2,26 Å [$H(11) \cdots H(52)$].

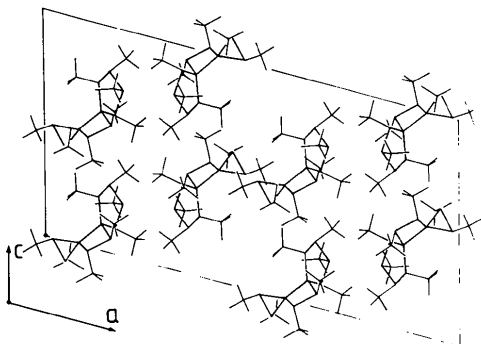


Fig. 2. Projektion der Kristallstruktur nach [010].

Die vorliegende Arbeit entstand in Zusammenarbeit mit Frau Prof. Dr M. Baudler und Fräulein Dipl.-Chem. U. Schings, die uns die Kristalle überlassen und Anregungen bei der Diskussion der Ergebnisse gegeben haben. Bei der Durchführung der Messung hat uns Herr Dipl.-Chem. Th. Heinlein unterstützt. Diese Arbeit wurde durch eine Sachmittelspende des Fonds der Chemischen Industrie gefördert. Den Genannten sei für ihre Hilfe gedankt.

Literatur

- BAUDLER, M. & PONTZEN, TH. (1982). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **491**, 27–33.
 BAUDLER, M., PONTZEN, TH., SCHINGS, U., TEBBE, K.-F. & FEHÉR, M. (1983). *Angew. Chem.* **95**, 803–804; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **22**, 775–776.

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O., LEVY, H. A., BROWN, G. M., JOHNSON, C. K. & THIESSEN, W. E. (1977). *ORFFE4*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, V. St. A.
 CALABRESE, J. C., OAKLEY, R. T. & WEST, R. (1979). *Can. J. Chem.* **57**, 1909–1914.
 CORDES, A. W., SCHUBERT, P. F. & OAKLEY, R. T. (1979). *Can. J. Chem.* **57**, 174–179.
 FEHÉR, M., FRÖHLICH, R. & TEBBE, K.-F. (1981). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **158**, 241–253.
 FEHÉR, M., HEINLEIN, TH. & TEBBE, K.-F. (1983). *Abstr. 8. Eur. Crystallogr. Meet. Liège 2a*, 24-P, S.92.
 FRÖHLICH, R. & TEBBE, K.-F. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 115–120.
 HÖNLE, W. & VON SCHNERING, H. G. (1978a). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **440**, 171–182.
 HÖNLE, W. & VON SCHNERING, H. G. (1978b). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **442**, 92–94.
 HÖNLE, W. & VON SCHNERING, H. G. (1978c). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **442**, 107–111.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Bd. IV. Birmingham: Kynoch Press.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Bericht ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, V. St. A.
 ROBINSON, E. A. & GILLESPIE, R. J. (1980). *J. Chem. Educ.* **57**, 329–333.
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme für die Strukturbestimmung. Univ. Cambridge, England (unveröffentlicht).
 TEBBE, K.-F. (1980). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **468**, 202–212.
 TEBBE, K.-F. & FRÖHLICH, R. (1979). *IREFL und DATNEU*. Programme zur Analyse von CAD-4-Daten und zur Datenreduktion. Univ. zu Köln, Bundesrepublik Deutschland (unveröffentlicht).
 TEBBE, K.-F. & FRÖHLICH, R. (1982). *Z. Naturforsch. Teil B*, **37**, 534–541.
 TEBBE, K.-F. & HEINLEIN, TH. (1984). *Z. Anorg. Allg. Chem.* Im Druck.

Acta Cryst. (1984). **C40**, 1882–1887

Derivatives of the Anti-Leprosy Drug Clofazimine: 7- and 8-Chloroclofazimine, C₂₇H₂₁Cl₃N₄, and 4,9-Dichloroclofazimine, C₂₇H₂₀Cl₄N₄

BY M. BETH HUMPHREY BROOM, URSZULA RYCHLEWSKA* AND DEREK J. HODGSON†

Department of Chemistry, University of North Carolina, Chapel Hill, North Carolina 27514, USA

(Received 4 April 1984; accepted 15 June 1984)

Abstract. 7-Chloroclofazimine [7-chloro-3-(*p*-chloroanilino)-10-(*p*-chlorophenyl)-2,10-dihydro-2-(isopropylimino)phenazine], $M_r = 507.8$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 12.152$ (4), $b = 12.598$ (6), $c = 8.699$ (6) Å, $\alpha = 91.68$ (5), $\beta = 98.49$ (4), $\gamma = 108.64$ (3)°, $V = 1244$ (2) Å³, $Z = 2$, $D_m = 1.34$ (3), $D_x = 1.356$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$ radiation ($\lambda K\alpha_1 = 0.70926$, $\lambda K\alpha_2 = 0.71354$ Å), $\mu = 0.39$ mm⁻¹, $F(000) = 524$, T

$= 293$ K, $R = 0.052$ for 3097 unique observed data. 8-Chloroclofazimine, $M_r = 507.8$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 9.245$ (13), $b = 24.403$ (6), $c = 11.015$ (4) Å, $\beta = 101.55$ (10)°, $V = 2435$ (6) Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.38$ (2), $D_x = 1.385$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$ (see above), $\mu = 0.40$ mm⁻¹, $F(000) = 1048$, $T = 292$ K, $R = 0.050$ for 1897 unique observed data. 4,9-Dichloroclofazimine, $M_r = 542.3$, monoclinic, $C2/c$, $a = 41.078$ (10), $b = 5.575$ (12), $c = 22.975$ (3) Å, $\beta = 108.68$ (2)°, $V = 4984$ (16) Å³, $Z = 8$, $D_m = 1.42$ (3), $D_x = 1.445$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$ (see above), $\mu = 0.50$ mm⁻¹, $F(000) = 2224$, $T = 292$ K, $R = 0.064$

* Permanent Address: Faculty of Chemistry, A. Mickiewicz University, ul. Grunwaldzka 6, 60-780 Poznań, Poland.

† Author to whom correspondence should be addressed.