

Fig. 2. A view of the two $[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PMePh}_2)_2]$ molecules approximately along the P...P direction. Methyl carbons are drawn in black.

Sironi, 1983) or in $[\text{Rh}(\text{SH})(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$ (Gaffney & Ibers, 1982). The Rh—C—O angles, $178.1(7)$ and $179.0(7)^\circ$ show that these interactions are linear. The Rh, P, P, Cl, C and O atoms are coplanar, with nevertheless significant deviations of the carbonyl atoms from the planes: $0.079(7)$ and $0.165(7)$ Å for C(1) and O(1), $0.051(7)$ and $0.101(6)$ Å for C(2) and O(2).

The bond parameters within the methyl-diphenylphosphine groups are normal with P—C distances in the range $1.815(5)$ – $1.842(4)$ Å, mean $1.828(5)$ Å, and average Rh—P—C and C—P—C angles of $114.4(2)$ and $104.1(3)^\circ$.

The only slight difference between the two $[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PMePh}_2)_2]$ molecules lies in the stereochemistry of the two phosphine ligands which are more eclipsed in molecule (II) than in molecule (I) (Fig. 2). Along the P—P direction, the angles between methyls

and phenyl pivots have the values 10.4 , 10.9 and 12.6° in molecule (I), 5.8 , 5.8 and 7.5° in molecule (II).

Intermolecular distances do not indicate any interaction stronger than normal van der Waals forces.

The authors gratefully thank Professor D. Gervais and Dr J. Galy for the interest they have shown in this problem. The CNRS financially supported this research.

References

- BUSHWELLER, C. H., HOOGASIAN, S., ENGLISH, A. D., MILLER, J. S. & LOVRANDOS, M. Z. (1981). *Inorg. Chem.* **20**, 3448–3455.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Report ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- CERIOTTI, A., CIANI, G. & SIRONI, A. (1983). *J. Organomet. Chem.* **247**, 345–350.
- CHOUKROUN, R. & GERVAIS, D. (1982). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 1300–1301.
- GAFFNEY, T. R. & IBERS, J. A. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 2857–2859.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, pp. 99–101, 149. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- MANN, B. E., MASTERS, C. & SHAW, B. L. (1971). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1104–1106.
- MANN, B. E., MASTERS, C., SHAW, B. L. & STAINBANK, R. E. (1971). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1103–1104.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 706–709

Structure de (Diméthyl-5,5 Diphényl-1,9 Tétraaza-3,4,6,7 Nonatétraène-1,3,6,8 Diolato-1,9-O,O',N,N')nickel(II), $[\text{Ni}(\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_2)]$

PAR F. ABRAHAM, J. M. CAPON, G. NOWOGROCKI ET S. SUEUR

Equipe de Cristallographie et Physicochimie du Solide, ERA-CNRS 1004, Université de Valenciennes et Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, BP 108, 59652 Villeneuve d'Ascq CEDEX, France

ET C. BRÉMARD

LASIR, CNRS, Université de Lille I, 59655 Villeneuve d'Ascq CEDEX, France

(Reçu le 15 octobre 1984, accepté le 15 janvier 1985)

Abstract. $M_r = 393.1$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 9.674(8)$, $b = 17.423(13)$, $c = 10.709(9)$ Å, $\beta = 100.20(7)^\circ$, $V = 1776.5$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.44(4)$, $D_x = 1.47$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.7107$ Å, $\mu =$

1.113 mm⁻¹, $F(000) = 816$, room temperature, $R = 0.042$, $wR = 0.044$ for 1734 unique diffractometer data. The macrocycle is coordinated to the Ni atom as a tetradentate ligand with a *cis* N₂O₂ donor set in a

nearly square-planar geometry. The crystal structure has revealed a cofacial dimeric entity with a Ni—Ni distance of 3.303 (2) Å and molecular disorder.

Introduction. La réaction template entre des monohydrazones et des cétones en présence d'ions Ni^{2+} conduit à la formation de complexes polydentés polyaza (Kerwin & Melson, 1972). Les auteurs ont tenté d'élucider les mécanismes réactionnels qui conduisent à la formation d'un tel ligand polydentate dans la sphère de coordination du nickel(II) (Bonfoey & Melson, 1975). Le mécanisme de la formation template d'un complexe macrocyclique par réaction des groupements carbonyles coordonnés sur des diamines a été l'objet récemment de publications (Shalhoub, Reider & Melson, 1982; Melson & Funke, 1984). A notre connaissance, la première détermination structurale par radiocristallographie d'un composé de ce type noté NiMMK est toute récente (Abraham, Capon, Nowogrocki, Sueur & Brémard, 1984). La structure moléculaire fait apparaître une coordination 'plan carré' du nickel avec une symétrie moléculaire C_2 . Les atomes des cycles chélates monoaza et triaza à cinq chaînons ainsi que ceux du cycle chélate diaza à six chaînons sont coplanaires. Toutefois aucune interaction nickel—nickel n'est constatée, la distance intermoléculaire Ni...Ni la plus courte étant de 5,586 (2) Å. De plus, il n'existe pas d'orientation privilégiée des plans des molécules les uns par rapport aux autres comme dans de nombreux complexes 'plan-carré' du nickel. Nous avons synthétisé et effectué l'étude radiocristallographique d'un composé de même type que NiMMK le (diméthyl-5,5 diphenyl-1,9 tétraaza-3,4,6,7 nonatétraène-1,3,6,8 diolato-1,9)nickel(II) noté NiHMK en substituant deux groupements phényles par des atomes d'hydrogène dans l'espoir d'une meilleure interaction moléculaire compte tenu d'un encombrement stérique moindre.

Partie expérimentale. Synthèse. 2,68 g (0,02 mol) de phényl glyoxal sont dissous dans 100 ml d'éthanol à 95% et additionnés de 1 ml (0,02 mol) d'hydrate d'hydrazine. La solution est alors portée à reflux pendant 5 h, puis additionnée successivement de 2,5 g (0,01 mol) d'acétate de nickel tétrahydraté et de 7,4 ml (0,01 mol) d'acétone. Une intense coloration rouge se développe dès le début de l'addition du sel de nickel et un précipité marron apparaît immédiatement. La solution est ensuite mise à reflux pendant 6 jours, période pendant laquelle le précipité marron disparaît progressivement pour faire place à des cristaux orangés. Des cristaux utilisables pour la radiocristallographie sont obtenus par abandon de la solution mère plusieurs jours au réfrigérateur. Caractérisation par micro-analyse C, N, H et spectroscopie IR.

Paramètres de maille à partir de 25 réflexions. Cristal prismatique $0,2 \times 0,1 \times 0,4$ mm. Masse volumique mesurée par flottation. Diffractomètre Philips

PW 1100. 3787 réflexions avec $2^\circ \leq \theta \leq 26^\circ$, $-13 < h < 13$, $0 < k < 21$, $0 < l < 11$ dont 1837 avec $I \geq 3\sigma(I)$; 1734 réflexions indépendantes, 3 réflexions de référence ($\bar{1}30$, 012, 0 $\bar{1}2$) mesurées toutes les deux heures sans variation significative d'intensité. Correction de Lorentz—polarisation, pas de correction d'absorption. Position de l'atome de nickel déduite de la fonction de Patterson; positions des atomes non hydrogènes déduites d'affinements et de synthèse de Fourier différences successives.

Lors de l'affinement, les coefficients d'agitation thermique des 4 atomes d'azote sont anormalement élevés et les corrections apportées aux coordonnées atomiques de ces atomes sont du même ordre de grandeur que les écarts types. Une synthèse de Fourier 'différence' réalisée à l'issue d'un affinement excluant les 4 atomes d'azote révèle 4 pics intenses et 4 pics d'intensité environ moitié. Les 4 premiers maxima conduisent à une géométrie analogue à celle de NiMMK; les 4 maxima d'intensité plus faible aboutissent à une géométrie qui se déduit de la précédente par un pseudo miroir perpendiculaire au plan des atomes chélatants et passant par les atomes Ni et C(7) (Fig. 1); un essai d'affinement de ces deux jeux de coordonnées conduit à des taux d'occupation moyens de 0,67 (5) et 0,32 (5).

Affinement par moindres carrés (basé sur F) matrice entière *SFLS5* (Prewitt, 1966); paramètres affinés x , y , z , β_{ij} . Taux d'occupation des atomes d'azote fixés ($R = 0,058$, $wR = 0,063$). H localisés par synthèse de Fourier différence; B fixé à B_{eq} des atomes de carbone auxquels ils sont reliés. Cycles alternés affinement x , y , z , β_{ij} des atomes non hydrogène, affinement x , y , z des atomes H; $R = 0,042$, $wR = 0,044$, $w = 1$ pour toutes les réflexions. $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,1$ pour non-H et 0,3 pour H. Série différence finale $-0,14 < \Delta\rho < 0,14$ e \AA^{-3} . Facteurs de diffusion (Cromer & Waber, 1965), corrigés de la dispersion anormale (Cromer & Liberman, 1970).*

Discussion. Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1, les distances et angles interatomiques dans le Tableau 2.

Dans la Fig. 1 est représentée la superposition des deux géométries; les atomes d'azote présents avec une probabilité de $\frac{1}{2}$ sont notés N'. L'atome de nickel est en coordination plan carré par deux atomes d'azote et deux atomes d'oxygène en position *cis*. Comme dans le composé NiMMK (Abraham *et al.*, 1984) les atomes

* Les listes des facteurs de structure et des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des positions des atomes d'hydrogène, des distances et angles interatomiques faisant intervenir les atomes d'hydrogène et des équations des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42025: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents des atomes

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \beta_{ij} a_i a_j$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{Å}^2)$
Ni	859 (1)	632 (1)	995 (1)	3,63 (2)
O(2)	790 (4)	1099 (2)	-562 (4)	3,9 (1)
C(3)	1869 (6)	978 (3)	-1098 (6)	3,7 (2)
C(4)	2980 (7)	529 (4)	-505 (6)	4,2 (2)
N(5)	2608 (12)	275 (6)	621 (12)	3,6 (3)
N(5')	614 (22)	267 (10)	2607 (17)	2,9 (5)
N(6)	3395 (12)	-135 (6)	1339 (10)	4,2 (3)
N(6')	1434 (24)	-199 (13)	3248 (22)	2,9 (6)
C(7)	2746 (6)	-342 (4)	2480 (5)	3,8 (2)
N(8)	1472 (10)	85 (6)	2382 (9)	4,3 (3)
N(8')	2292 (18)	140 (9)	1364 (16)	2,9 (5)
N(9)	849 (14)	49 (8)	3339 (14)	4,4 (4)
N(9')	3329 (27)	97 (13)	631 (24)	3,2 (6)
C(10)	-443 (7)	452 (4)	3260 (7)	4,6 (2)
C(11)	-1160 (7)	922 (4)	2352 (6)	4,2 (2)
O(12)	-802 (5)	1047 (25)	1261 (4)	4,7 (1)
C(13)	3877 (8)	-67 (5)	3552 (9)	5,9 (3)
C(14)	2585 (9)	-1195 (4)	2342 (8)	5,3 (2)
C(15)	1866 (7)	1340 (3)	-2339 (6)	3,9 (2)
C(16)	869 (7)	1895 (4)	-2794 (7)	4,5 (2)
C(17)	848 (9)	2222 (4)	-3979 (8)	5,4 (2)
C(18)	1803 (9)	2011 (5)	-4703 (7)	5,8 (3)
C(19)	2795 (10)	1465 (5)	-4259 (8)	6,7 (3)
C(20)	2822 (8)	1139 (4)	-3092 (7)	5,3 (2)
C(21)	-2482 (7)	1300 (3)	2571 (6)	4,2 (2)
C(22)	-2673 (1)	1511 (4)	3765 (7)	5,2 (2)
C(23)	-3895 (10)	1881 (5)	3930 (8)	6,3 (3)
C(24)	-4949 (9)	2020 (5)	2904 (9)	6,1 (3)
C(25)	-4762 (9)	1806 (5)	1721 (8)	5,9 (3)
C(26)	-3539 (8)	1458 (4)	1537 (7)	4,9 (2)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles significatifs (°)

Ni(1)—O(2)	1,846 (4)	C(16)—C(17)	1,388 (11)
Ni(1)—O(12)	1,830 (5)	C(17)—C(18)	1,358 (13)
Ni(1)—N(5)	1,910 (12)	C(18)—C(19)	1,375 (12)
Ni(1)—N(8)	1,776 (10)	C(19)—C(20)	1,369 (11)
O(2)—C(3)	1,294 (8)	C(20)—C(15)	1,375 (11)
C(3)—C(4)	1,389 (9)	C(21)—C(22)	1,373 (10)
C(3)—C(15)	1,471 (9)	C(22)—C(23)	1,385 (13)
C(4)—N(5)	1,390 (15)	C(23)—C(24)	1,382 (12)
N(5)—N(6)	1,214 (15)	C(24)—C(25)	1,364 (13)
N(6)—C(7)	1,513 (13)	C(25)—C(26)	1,374 (12)
C(7)—C(13)	1,516 (10)	C(26)—C(21)	1,396 (9)
C(7)—C(14)	1,499 (10)	Ni(1)—N(8')	1,618 (16)
C(7)—N(8)	1,428 (12)	Ni(1)—N(5')	1,893 (19)
N(8)—N(9)	1,279 (19)	C(4)—N(9')	1,420 (25)
N(9)—C(10)	1,423 (15)	N(9')—N(8')	1,381 (33)
C(10)—C(11)	1,363 (9)	C(7)—N(6')	1,649 (25)
C(11)—O(12)	1,295 (8)	N(6')—N(5')	1,251 (28)
C(11)—C(21)	1,494 (10)	N(5')—C(10)	1,376 (23)
C(15)—C(16)	1,392 (9)		
N(8)—Ni(1)—O(12)	104,7 (7)	C(4)—N(9')—N(8')	111,8 (29)
N(8)—Ni(1)—N(5)	79,9 (8)	N(9')—N(8')—Ni(1)	124,6 (35)
N(5)—Ni(1)—O(2)	81,1 (6)	N(9')—N(8')—C(7)	106,8 (27)
O(2)—Ni(1)—O(12)	94,3 (4)	Ni(1)—N(8')—C(7)	128,6 (19)
Ni(1)—O(2)—C(3)	115,2 (7)	N(8')—Ni(1)—N(5')	80,7 (14)
O(2)—C(3)—C(4)	120,6 (11)	N(8')—C(7)—N(6')	100,0 (22)
O(2)—C(3)—C(15)	117,3 (10)	N(8')—C(7)—C(13)	120,5 (19)
C(15)—C(3)—C(4)	122,1 (11)	N(8')—C(7)—C(14)	118,5 (19)
C(3)—C(4)—N(5)	106,1 (13)	C(13)—C(7)—N(6')	95,2 (17)
C(4)—N(5)—Ni(1)	117,0 (12)	C(14)—C(7)—N(6')	97,1 (18)
C(4)—N(5)—N(6)	120,4 (19)	C(7)—N(6')—N(5')	107,1 (25)
N(6)—N(5)—Ni(1)	122,5 (16)	N(5')—Ni(1)—O(12)	74,7 (8)
N(5)—N(6)—C(7)	110,4 (16)	N(6')—N(5')—Ni(1)	123,3 (29)
N(8)—N(9)—C(10)	117,5 (20)	N(8')—N(5')—C(10)	109,2 (29)
N(6)—C(7)—N(8)	107,0 (14)	Ni(1)—N(5')—C(10)	127,5 (22)
N(6)—C(7)—C(13)	100,9 (11)	Ni(5')—C(10)—C(11)	96,2 (17)
N(6)—C(7)—C(14)	102,0 (11)	N(8')—Ni(1)—O(2)	110,3 (12)
C(13)—C(7)—C(14)	115,9 (12)	N(9)—C(10)—C(11)	132,0 (22)
C(13)—C(7)—N(8)	112,8 (12)	C(10)—C(11)—O(12)	124,2 (13)
C(14)—C(7)—N(8)	115,9 (14)	C(10)—C(11)—C(21)	119,6 (12)
Ni(1)—N(8)—N(9)	124,2 (20)	C(21)—C(11)—O(12)	116,2 (11)
C(7)—N(8)—N(9)	116,0 (20)	C(11)—O(12)—Ni(1)	117,1 (8)
C(7)—N(8)—Ni(1)	119,8 (10)		

d'azote sont inclus dans deux cycles chélates monoaza et triaza à cinq chaînons et dans un cycle diaza à six chaînons. Les deux distances Ni—O(12) et Ni—O(2) sont très proches [1,830 (5) et 1,846 (4) Å] alors qu'elles sont plus différentes dans le cas de NiMMK [1,816 (5) et 1,874 (4) Å]; ce résultat peut s'expliquer par le désordre existant dans NiHMK. En effet deux configurations moléculaires coexistent dans le cristal: elles se déduisent l'une de l'autre par une rotation de 180° autour de l'axe Ni—C(7). D'une configuration à l'autre, seuls les atomes d'azote diffèrent sensiblement, les autres atomes, y compris les atomes d'hydrogène, sont affinés à une position unique. Aucune surstructure n'ayant pu être observée, les deux géométries sont probablement présentes dans le cristal de manière aléatoire avec des probabilités voisines de $\frac{2}{3}$ et de $\frac{1}{3}$.

Les angles de coordination des cycles chélates à cinq chaînons sont relativement faibles [N(5)—Ni—O(2) 81,1 (6), N(5')—Ni—O(12) 74,7 (8), N(5)—Ni—N(8) 79,9 (8), N(5')—Ni—N(8') 80,7 (14)°] par rapport aux angles correspondant relevés pour NiMMK [85,0 (4) et 83,6 (4)°]. L'angle formé par le cycle à six chaînons est plus ouvert [104,7 (7) et 110,3 (12)°] que dans le cas de NiMMK [96,3 (5)°]. L'atome de nickel est légèrement à l'extérieur du plan formé par les quatre atomes chélatants N₂O₂ [0,027 (1) et 0,021 (1) Å]. Les atomes constituant les cycles chélates sont presque coplanaires pour les deux géométries moléculaires de NiHMK. Par rapport au plan moyen des cycles chélates les plans des groupements phényles sont inclinés de 9,1 (4) et 33,2 (5)° pour une configuration et de 9,0 (6) et 33,9 (8)° pour l'autre; ces orientations limitent moins la participation des phényles à la délocalisation électronique dans les cycles chélates que dans NiMMK; les noyaux benzéniques sont peu déformés, les distances C—C vont de 1,358 (13) à 1,396 (9) Å; les moyennes valent 1,38 (1) Å pour les deux cycles. Les distances C—H sont comprises entre 0,75 (9) et 1,07 (9) Å.

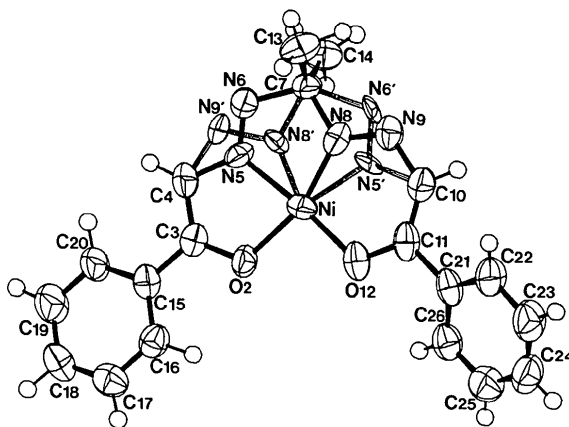


Fig. 1. Configuration de la molécule NiHMK. Les deux géométries sont représentées superposées.

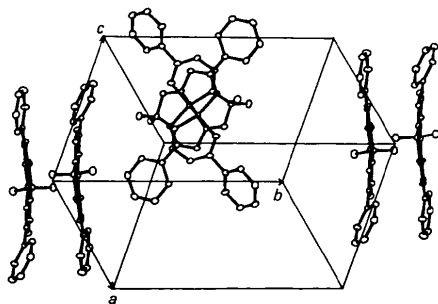


Fig. 2. Empilement des entités bimoléculaires (NiHMK)₂.

Dans NiMMK (Abraham *et al.*, 1984) aucune interaction moléculaire notable n'a été relevée: aucune distance intermoléculaire faisant intervenir des atomes non-hydrogène n'est inférieure à 3,5 Å et il n'existe pas d'orientation privilégiée des plans des molécules les uns par rapport aux autres. La structure cristalline de NiHMK (Fig. 2) montre l'existence d'entités bimoléculaires constituées de molécules reliées par un centre de symétrie. Dans cette association cofaciale, les plans moyens des deux molécules sont parallèles et éloignés de 3,33 (1) Å, ce qui permet une approche des deux atomes de nickel à 3,303 (2) Å. Cette association

cofaciale de deux complexes plans du nickel a déjà été observée pour des ligands macrocycliques aza-annulène (Peng & Goedken, 1976). Toutefois les interactions métalliques ne peuvent se propager dans tout le cristal comme dans le cas de certains complexes plan carré du nickel (Gleizes, Marks & Ibers, 1975).

Références

- ABRAHAM, F., CAPON, J. M., NOWOGROCKI, G., SUEUR, S. & BRÉMARD, C. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1355–1357.
 BONFOEY, D. B. & MELSON, G. A. (1975). *Inorg. Chem.* **14**, 309–313.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 GLEIZES, A., MARKS, T. J. & IBERS, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 3545–3552.
 KERWIN, C. M. & MELSON, G. A. (1972). *Inorg. Chem.* **11**, 726–729.
 MELSON, G. A. & FUNKE, L. A. (1984). *Inorg. Chim. Acta*, **82**, 19–27.
 PENG, S. M. & GOEDKEN, V. L. (1976). *J. Am. Chem. Soc.* **98**, 8500–8510.
 PREWITT, C. T. (1966). *SFLS5. A Fortran IV Full-Matrix Crystallographic Least-Squares Program*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 SHALHOUB, G. M., REIDER, C. A. & MELSON, G. A. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 1998–2002.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 709–712

Structure of 1,3-(1,1'-Ruthenocenediyl)-1-propanone, [Ru(C₁₃H₁₂O)], and 1,3-[1,1'-(3,4-Trimethylenoruthenocenediyl)]propane, [Ru(C₁₆H₁₈)]

BY S. OHBA AND Y. SAITO

Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Keio University, Hiyoshi 3, Kohoku-ku, Yokohama 223, Japan

T. ISHII

Chiba Institute of Technology, Tsudanuma 2, Narashino, Chiba 275, Japan

S. KAMIYAMA

Government Industrial Research Institute, Tohoku, Nigatake 4, Sendai 983, Japan

AND A. KASAHARA

Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Yamagata University, Yonezawa 992, Japan

(Received 28 September 1984; accepted 2 January 1985)

Abstract. C₁₃H₁₂ORu (I): $M_r = 285.3$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 14.041(3)$, $b = 14.631(3)$, $c = 5.767(1)$ Å, $\alpha = 101.17(2)$, $\beta = 91.31(2)$, $\gamma = 118.97(1)^\circ$, $V = 1007.4(4)$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.87(2)$, $D_x = 1.88$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha_1$, $\lambda = 0.70926$ Å, $\mu = 1.49$ mm⁻¹, $F(000) = 568$, $T = 294(2)$ K, $R = 0.024$

for 3956 observed unique reflections. C₁₆H₁₈Ru (II): $M_r = 311.4$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 5.909(2)$, $b = 11.299(1)$, $c = 19.489(4)$ Å, $\beta = 106.00(2)^\circ$, $V = 1250.9(5)$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.70(2)$, $D_x = 1.65$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha_1$, $\mu = 1.20$ mm⁻¹, $F(000) = 632$, $T = 297(2)$ K, $R = 0.024$ for 2470 unique reflections.