

is significant. The bonding model suggested by Carty & Tuck (1975) for $\text{InCl}_3(\text{PPh}_3)_2$ uses $\text{In}(sp^2)$ to bind the equatorial halogen atoms with the empty orthogonal p_z orbital as σ acceptor for the axial phosphines. From covalent radii, they estimate the In—P distances (mean 2.71 Å) to be at least 0.2 Å longer than expected for a single bond and conclude that there is little evidence of $5d$ orbital involvement in either a σ or a π sense. Carty & Tuck also estimate In—N single-bond lengths to be in the range 2.20–2.40 Å as indeed are the values in the present structure. Shortening of the In—N bonds relative to In—P bonds could be accounted for by the inclusion of a small d_{z^2} orbital σ contribution in conjunction with the much smaller nitrogen atom.

There are no contacts less than van der Waals radii between molecules.

We thank A. W. Johans for his assistance with the crystallographic investigations and the SERC for funds for the diffractometer.

References

BEATTIE, I. R., GILSON, T. & OZIN, G. A. (1969). *J. Chem. Soc.* pp. 1092–1094.

- BEATTIE, I. R. & OZIN, G. A. (1969). *J. Chem. Soc.* pp. 542–545.
 BROWN, D. S., EINSTEIN, F. W. B. & TUCK, D. G. (1969). *Inorg. Chem.* **8**, 14–18.
 CARTY, A. J. & TUCK, D. G. (1975). *Prog. Inorg. Chem.* **19**, 243–337.
 EINSTEIN, F. W. B. & TUCK, D. G. (1970). *Chem. Commun.* pp. 1182–1183.
 GREENE, P. T. & ORIOLI, P. L. (1969). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1621–1624.
 GREENE, P. T., RUSS, B. J. & WOOD, J. S. (1971). *J. Chem. Soc. A*, pp. 3636–3638.
 HAUSEN, H. D., MERTZ, K., VEIGEL, E. & WEIDLEIN, J. (1974). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **410**, 156–164.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
 KHAN, M., STEEVENSZ, R. C., TUCK, D. G., NOLTES, J. G. & CORFIELD, P. W. R. (1980). *Inorg. Chem.* **19**, 3407–3411.
 MILLINGTON, K. R., WADE, S. R., WILLEY, G. R. & DREW, M. G. B. (1984). *Inorg. Chim. Acta*, **89**, 185–191.
 SHELDRICK, G. S. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 TOLMAN, C. A. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 2956–2965.
 VEIDIS, M. V. & PALENIK, G. J. (1969). *Chem. Commun.* pp. 586–587.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A35**, 925–933.
 ZAKROBSKY, R. F. (1971). *J. Am. Chem. Soc.* **93**, 3313–3319.
 ZEIGLER, M. L., SCHLIMPER, H. U., NUBER, B., WEISS, J. & ERTL, G. (1975). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **415**, 193–201.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 560–563

Structure du Bis(*N,N*-dibutylodécaneamide)dinitratodioxouranium(VI)

PAR P. CHARPIN, M. LANCE, M. NIERLICH ET D. VIGNER

IRDI/DESICP/DPC-SCM – CEA-CEN/Saclay, 91191 Gif sur Yvette CEDEX, France

ET N. DESCOULS ET C. MUSIKAS

DGR, SEP, CEN-Fontenay-aux-Roses, 92260 Fontenay-aux-Roses, France

(Reçu le 29 octobre 1985, accepté le 17 décembre 1985)

Abstract. $[\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2(\text{C}_{20}\text{H}_{41}\text{NO})]$, $M_r = 1017.15$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 27.604$ (2), $b = 9.843$ (3), $c = 19.166$ (2) Å, $\beta = 100.21$ (8)°, $V = 5124.7$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.318$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 30.50$ cm⁻¹, $F(000) = 2088$, room temperature, $R_F = 0.053$ for 2211 unique observed reflections. The coordination polyhedron of the U atom is a bipyramid with a hexagonal base made up of six oxygen atoms which belong to two bidentate nitrates [U—O 2.51 (2) (×2), 2.53 (2) Å (×2)] and two monodentate *N,N*-dibutylodécaneamides [U—O 2.36 (1), 2.39 (2) Å]. In the apical positions are the two oxygens of the uranyl group [U—O 1.71 (1), 1.74 (1) Å]. Both *n*-butyl and undecyl chains of the amide are in a *trans* conformation. The two extended undecyl chains, which lie perpendicular to the hexagonal equatorial plane on the same side, are parallel to the UO_2^{2+} linear ion. The

packing of the molecules is such that the butyl and the undecyl chains are located in distinct regions of the cell.

Introduction. Le nitrate de dioxouranium(VI) forme avec les amides des complexes de type $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2L_2$, L

étant un amide *N,N* substitué de type $R1\text{CON} \begin{matrix} R2 \\ \diagdown \\ R3 \end{matrix}$. En

utilisant des amides aliphatiques dans lesquels $R1$, $R2$ ou $R3$ peuvent être ramifiés ou linéaires, un grand nombre de composés ont été préparés et caractérisés par spectroscopie IR (Bagnall & Vélasquez Lopez, 1975; Bagnall, Vélasquez Lopez & Brown, 1976): les amides sont tous coordonnés à l'uranyle par l'oxygène du groupe CO, les nitrates bidentés complétant l'hexagone dans le plan équatorial de l'uranyle. Cependant, peu de structures cristallines sont connues: celle de $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ -

(*N,N*-diméthylformamide) (Martin-Gil, Martin-Gil, Perales, Fayos & Martinez-Ripoll, 1983) a récemment confirmé la répartition des ligandes autour de l'uranium. Dans certaines conditions, l'interaction du nitrate d'uranyle et du *N,N*-diméthylformamide conduit à un complexe binucléaire d'uranium de formule $[\text{UO}_2\text{NO}_3\text{L}_2\mu\text{-(O}_2\text{)}_{1/2}]_2$ dans lequel les uranyles sont entourés d'un hexagone d'oxygènes avec formation d'un pont μ_2 peroxy, les deux amides étant toujours liés par l'oxygène (Charpin, Folcher, Lance, Nierlich & Vigner, 1985). La structure décrite est celle du complexe formé avec l'amide substitué ($R_1 = \text{undécyl}$, $R_2 = R_3 = n\text{-butyl}$), celui-ci comme les amides en général, étant un bon extractant pour l'uranyle (Descouls & Musikas, 1984; Gasparini & Grossi, 1980).

Partie expérimentale. Complexe obtenu par extraction du nitrate d'uranyle 2 M en solution aqueuse par le *N,N*-dibutylododécaneamide 1 M dans le dodécane, conduisant à saturation à la précipitation de cristaux au sein de la phase organique; lavage du précipité à l'hexane puis séchage sous vide; cristal jaune sous forme de plaquette de dimensions $300 \times 250 \times 70 \mu\text{m}$; diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4, radiation Mo *K* α avec monochromateur de graphite; la condition d'extinction $h0l$, $h \neq 2n$ et le test de centrosymétrie (Howells, Phillips & Rogers, 1950) conduisent sans ambiguïté au groupe *P2/c*; paramètres cristallins affinés par moindres carrés sur 25 réflexions; 7114 réflexions mesurées dont seulement 2315 avec $I < 3\sigma(I)$, 2211 uniques; réflexions de contrôle des intensités $\bar{3}28$, $3\bar{2}8$, $8\bar{2}6$ mesurées toutes les heures avec une perte moyenne de 0,17% par heure; $-30 < h < 30$, $0 < k < 10$, $0 < l < 21$; max. $\theta = 25^\circ$; correction d'absorption empirique à partir de mesures azimutales; transmission minimale 59,7%; position de l'atome U déterminée par méthode directe (*MULTAN11/82*: Main *et al.*, 1982), celles des autres atomes par des synthèses de Fourier 'différence' successives; facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigés des f' et f'' ($f'_U = -10,673$, $f''_U = 9,654$); affinements basés sur *F* en utilisant une matrice totale; agitation thermique anisotrope pour l'atome d'U; atomes H non introduits dans l'affinement; facteurs d'agitation thermique des carbones terminaux des chaînes butyles et undécyles fixés à 16 \AA^2 ; $R_F = 0,053$, $wR = 0,063$ ($w = 1$); $S = 5,73$; $\Delta/\sigma_{\text{max}} = 0,08$; fluctuation de la densité électronique sur la dernière carte de Fourier inférieure à $0,43 \text{ e \AA}^{-3}$; programmes *SDP* Enraf-Nonius (Frenz, 1983).*

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes, des angles de torsion des chaînes aliphatiques ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42725: 16 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.

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

La Fig. 1 a été obtenue à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1976). La structure est de type moléculaire: la molécule est formée d'un uranyle, de deux groupements nitrate et de deux ligandes di-*n*-butylododécaneamide, $\text{C}_{11}\text{H}_{22}\text{CON}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$. Le polyèdre de coordination de l'uranium est une bipyramide hexagonale dont les sommets sont constitués par les oxygènes de l'uranyle et le plan équatorial par les oxygènes de deux nitrates bidentés et opposés, et de deux amides. L'hexagone est plan [distances de O(4), O(21), O(22), O(3), O(11) et O(12) au plan moyen respectivement 0,05 (2), $-0,00$ (2), $-0,04$ (2), 0,00 (2),

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j \text{ for U.}$$

	x	y	z	$B_{\text{iso}} (\text{Å}^2)$
U	0,18557 (4)	0,2121 (1)	-0,18150 (5)	7,86 (2)
O(1)	0,1293 (6)	0,279 (2)	-0,2137 (8)	10,6 (5)
O(2)	0,2427 (6)	0,142 (2)	-0,1483 (8)	9,5 (4)
O(3)	0,2025 (6)	0,397 (2)	-0,1036 (8)	9,8 (5)
O(4)	0,1658 (7)	0,026 (2)	-0,262 (1)	12,9 (6)
O(11)	0,2139 (6)	0,244 (2)	-0,2976 (8)	10,4 (5)
O(12)	0,2280 (6)	0,409 (2)	-0,2285 (9)	10,7 (5)
O(13)	0,2520 (8)	0,421 (2)	-0,330 (1)	15,7 (7)
O(21)	0,1430 (7)	0,012 (2)	-0,1345 (9)	12,4 (6)
O(22)	0,1610 (6)	0,178 (2)	-0,0617 (9)	11,9 (5)
O(23)	0,1263 (9)	-0,003 (3)	-0,030 (1)	16,9 (8)
N(1)	0,2305 (8)	0,365 (2)	-0,292 (1)	12,7 (7)
N(2)	0,139 (1)	0,059 (3)	-0,077 (1)	15,5 (9)
N(3)	0,1987 (7)	0,604 (2)	-0,0619 (9)	8,8 (5)
N(4)	0,1266 (8)	-0,105 (2)	-0,339 (1)	10,9 (6)
C(3)	0,2202 (9)	0,480 (3)	-0,052 (1)	9,1 (7)
C(4)	0,172 (1)	-0,074 (3)	-0,307 (1)	11,7 (9)
C(5)	0,2575 (9)	0,430 (3)	0,009 (1)	9,9 (7)
C(6)	0,3029 (8)	0,392 (2)	-0,016 (1)	8,6 (7)
C(7)	0,3377 (9)	0,342 (3)	0,051 (1)	9,8 (7)
C(8)	0,3842 (9)	0,286 (3)	0,031 (1)	10,4 (7)
C(9)	0,4195 (9)	0,224 (3)	0,099 (1)	10,5 (7)
C(10)	0,465 (1)	0,163 (3)	0,080 (1)	11,1 (8)
C(11)	0,498 (1)	0,100 (3)	0,143 (1)	11,1 (8)
C(12)	0,546 (1)	0,033 (3)	0,128 (1)	11,3 (8)
C(13)	0,577 (1)	-0,031 (3)	0,192 (1)	10,9 (8)
C(14)	0,625 (1)	-0,099 (3)	0,173 (2)	14 (1)
C(15)	0,653 (1)	-0,168 (3)	0,237 (2)	15 (1)
C(16)	0,222 (1)	-0,119 (3)	-0,311 (1)	12,1 (9)
C(17)	0,247 (1)	-0,189 (3)	-0,247 (1)	11,2 (8)
C(18)	0,296 (1)	-0,248 (3)	-0,261 (1)	12,1 (9)
C(19)	0,323 (1)	-0,314 (3)	-0,200 (2)	11,5 (8)
C(20)	0,369 (1)	-0,379 (3)	-0,218 (2)	14 (1)
C(21)	0,398 (1)	-0,444 (3)	-0,157 (2)	14 (1)
C(22)	0,446 (1)	-0,507 (3)	-0,172 (2)	14 (1)
C(23)	0,480 (1)	-0,574 (2)	-0,114 (2)	16 (1)
C(24)	0,527 (1)	-0,633 (4)	-0,129 (2)	15 (1)
C(25)	0,557 (1)	-0,689 (4)	-0,064 (2)	16
C(26)	0,603 (1)	-0,744 (4)	-0,072 (2)	16
C(31)	0,1611 (8)	0,642 (3)	-0,124 (1)	8,8 (7)
C(32)	0,109 (1)	0,604 (3)	-0,107 (2)	13 (1)
C(33)	0,073 (1)	0,646 (4)	-0,170 (2)	16
C(34)	0,026 (1)	0,611 (4)	-0,147 (2)	16
C(35)	0,2123 (9)	0,716 (3)	-0,003 (1)	9,9 (7)
C(36)	0,254 (1)	0,796 (3)	-0,025 (1)	12,4 (8)
C(37)	0,260 (1)	0,905 (4)	0,042 (2)	16
C(38)	0,299 (1)	0,982 (4)	0,025 (2)	16
C(41)	0,125 (1)	-0,221 (3)	-0,398 (1)	12,0 (8)
C(42)	0,120 (1)	-0,357 (3)	-0,362 (2)	14 (1)
C(43)	0,106 (1)	-0,456 (4)	-0,426 (2)	16
C(44)	0,103 (1)	-0,577 (4)	-0,397 (2)	16
C(45)	0,076 (1)	-0,056 (3)	-0,326 (2)	12,4 (9)
C(46)	0,060 (1)	0,056 (3)	-0,378 (2)	14 (1)
C(47)	0,008 (1)	0,091 (4)	-0,349 (2)	16
C(48)	-0,011 (1)	0,178 (4)	-0,407 (2)	16

Tableau 2. Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts types

(1) Environnement de l'uranium

U—O(1)	1,702 (15)	U—O(3)	2,35 (2)
U—O(2)	1,736 (15)	U—O(4)	2,39 (2)
U—O(11)	2,51 (2)	O(4)—O(21)	2,63 (3)
U—O(12)	2,52 (2)	O(4)—O(11)	2,67 (3)
U—O(21)	2,54 (2)	O(3)—O(12)	2,61 (2)
U—O(22)	2,53 (2)	O(3)—O(22)	2,64 (2)
		O(11)—O(12)	2,09 (2)
		O(21)—O(22)	2,14 (2)

O(1)—U—O(2)	179,3 (8)	O(4)—O(11)—O(12)	120 (1)
O(3)—O(22)—O(21)	119 (1)	O(11)—O(12)—O(3)	120 (1)
O(22)—O(21)—O(4)	120 (1)	O(12)—O(3)—O(22)	121 (1)
O(21)—O(4)—O(11)	119 (1)		

(2) Nitrates

N(1)—O(11)	1,27 (3)	N(2)—O(21)	1,22 (3)
N(1)—O(12)	1,31 (3)	N(2)—O(22)	1,33 (3)
N(1)—O(13)	1,15 (3)	N(2)—O(23)	1,19 (4)

O(11)—N(1)—O(12)	108 (2)	O(21)—N(2)—O(22)	114 (2)
O(12)—N(1)—O(13)	122 (2)	O(22)—N(2)—O(23)	118 (2)
O(13)—N(1)—O(11)	128 (2)	O(23)—N(2)—O(21)	125 (2)

(3) Amides

O(3)—C(3)	1,30 (3)	O(4)—C(4)	1,34 (4)
N(3)—C(31)	1,48 (3)	N(4)—C(41)	1,60 (4)
N(3)—C(35)	1,57 (3)	N(4)—C(45)	1,53 (4)
N(3)—C(3)	1,36 (3)	N(4)—C(4)	1,33 (3)

C(3)—N(3)—C(31)	124 (2)	C(4)—N(4)—C(41)	113 (2)
C(3)—N(3)—C(35)	119 (2)	C(4)—N(4)—C(45)	131 (2)
C(31)—N(3)—C(35)	117 (2)	C(41)—N(4)—C(45)	116 (2)

−0,005 (2), 0,03 (2) Å] mais irrégulier, les distances O—O des groupements nitrates étant plus courtes que les distances O(NO₃)—O(L). L'uranyle, quasi linéaire, est perpendiculaire à l'hexagone. Les deux nitrates ont la géométrie classique des nitrates bidentés. Ils sont plans avec pour chacun d'eux les écarts types au plan moyen suivants: N(1) −0,05 (2), O(11) −0,02 (1), O(12) −0,01 (2), O(13) −0,02 (2); N(2) −0,08 (3), O(21) −0,03 (2), O(22) −0,02 (2), O(23) −0,03 (2) Å. Les distances N—O relatives aux oxygènes liés à l'uranium sont plus grandes que celles relatives à l'oxygène non lié. De plus les deux nitrates se trouvent pratiquement dans le plan moyen de l'hexagone, les angles dièdres entre les nitrates et l'hexagone étant de 3 (1)°. Les amides s'approchent plus de l'uranium que les nitrates. Les chaînes aliphatiques des amides — les quatre butyles et les deux undécyles — ont toutes une conformation *trans*: les principaux angles de torsion sont compris entre +173 et −180°. La moyenne des distances C—C et des angles C—C—C vaut 1,52 (4) Å et 102 (3)° pour les chaînes butyles et 1,50 (4) Å et 112 (3)° pour les chaînes undécyles.

L'originalité de la structure de cette molécule réside dans le fait que les deux undécyles se déploient dans des plans perpendiculaire à l'hexagone et du même côté de celui-ci. Deux des quatre butyles [C(35...38) et C(41...44)] appartenant à deux amides différents se situent vers l'extérieur de la molécule alors que les deux autres se referment au dessus du plan équatorial.

La Fig. 2 représente la projection de la structure selon la direction [010]. Les molécules s'empilent dans

des couches (A) et (B) obtenues par le miroir *c* et approximativement parallèles au plan (10 $\bar{2}$), constituant ainsi un arrangement dans lequel les butyles se trouvent à l'extérieur du volume délimité par les plans des hexagones. A l'intérieur d'une même couche, les molécules se déduisent les unes des autres par les centres de symétrie: les chaînes undécyles se placent tête-bêche et restent parallèles entre elles. L'angle entre les chaînes undécyles et l'axe [010] est alternativement + et −62 (2)° dans les couches A et B.

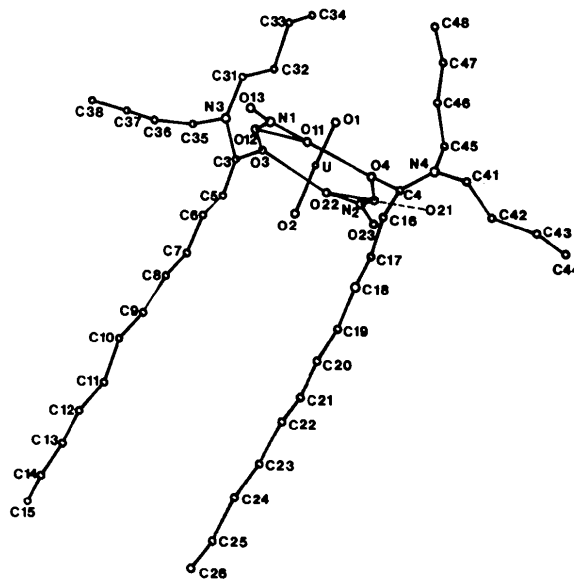
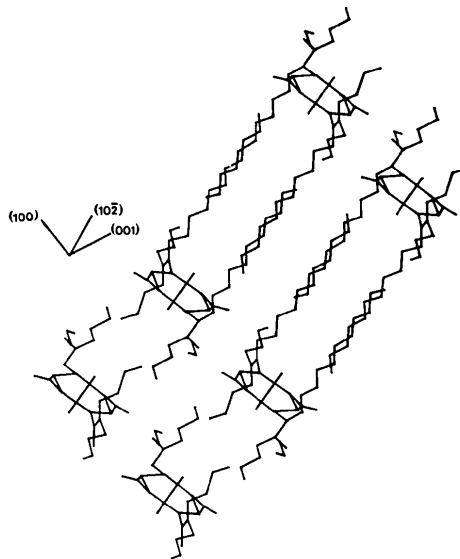
Fig. 1. Géométrie de la molécule UO₂(NO₃)₂ [C₁₁H₂₃CON(C₄H₉)₂]₂ avec la numérotation des atomes.

Fig. 2. Projection de la structure suivant la direction [010] (ORTEP, Johnson, 1976).

Références

- BAGNALL, K. W. & VÉLASQUEZ LOPEZ, O. (1975). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1409–1412.
- BAGNALL, K. W., VÉLASQUEZ LOPEZ, O. & BROWN, D. (1976). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **38**, 1997–1999.
- CHARPIN, P., FOLCHER, G., LANCE, M., NIERLICH, M. & VIGNER, D. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 1302–1305.
- DESCOULS, N. & MUSIKAS, C. (1984). 14èmes Journées des Actinides. Davos, Switzerland: J. Schoenes.
- FRENZ, B. A. (1983). *Structure Determination Package*. College Station, Texas 77840, EU, et Enraf–Nonius, Delft, Hollande.
- GASPARINI, G. M. & GROSSI, G. (1980). *Sep. Sci. Technol.* **15**, 4, 825–828.
- HOWELLS, E. R., PHILLIPS, D. C. & ROGERS, D. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 210–214.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, Tableaux 2.2B et 2.3.1. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- MARTIN-GIL, J., MARTIN-GIL, F. J., PERALES, A., FAYOS, J. & MARTINEZ-RIPOLL, M. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 44–45.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 563–565

cis-Dichloro(1,4,8,11-tetraazacyclotetradecane)chromium(III) Chloride

BY E. FORSELLINI AND T. PARASASSI

Istituto di Chimica e Tecnologia dei Radioelementi del CNR, 35100 Padova, Italy

G. BOMBIERI

Istituto di Chimica Farmaceutica, Università di Milano, 20131 Milano, Italy

AND M. L. TOBE AND M. E. SOSA

University College London, England

(Received 11 November 1985; accepted 11 December 1985)

Abstract. $[\text{CrCl}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{24}\text{N}_4)]\text{Cl}$, $M_r = 358.7$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 14.709$ (2), $b = 14.514$ (2), $c = 7.542$ (1) Å, $\beta = 102.6$ (1)°, $V = 1571.3$ (7) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.516$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 12.3$ cm⁻¹, $F(000) = 748$, $T = 295$ K. $R = 0.025$ for 2228 unique observed reflections. The X-ray analysis indicates that this is the *RRRR(SSSS)* *cis* species with the uncoordinated chloride anion in a position where it can be hydrogen-bonded by the amine H atoms. The four N atoms of the macrocyclic ligand coordinate to the Cr atom in adjacent octahedral sites with the two Cl atoms occupying the two remaining positions.

Introduction. As part of an examination of the way in which the sensitivity of an octahedral acido amine complex depends upon the nature of the central atom we have examined the complexes of the type $[M(\text{cyclam})\text{Cl}_2]^+$ where $M = \text{Co}, \text{Cr}, \text{Ru}, \text{Rh}$ (Sosa, 1983; Lichtig, Sosa & Tobe, 1984) (cyclam is 1,4,8,11-tetraazacyclotetradecane). In addition to the geometric (*trans-cis*) isomerism in which the ligand is flat or folded, it is necessary to take into account further isomerism arising from the configuration of the coordinated amine N atoms. In the case of the diamagnetic substrate ($M = \text{Co}^{\text{II}}$), it is possible to infer the type of

isomerism from the ¹H NMR spectrum, but this was not possible for Cr^{III} and the structure of the substance used has had to be determined by single-crystal X-ray diffraction analysis. In this paper we report the structure of the *cis* isomer. After this work had been finished, the structure of (–)-*cis*-(*RRRR*)- $[\text{CrCl}_2(\text{cyclam})]\text{ClO}_4$ (House & McKee, 1984) was published. The effect of changing the anion from chloride to perchlorate is quite important in determining the crystal packing and the two structures are compared in this paper.

Experimental. Dark-red crystals of *cis*-dichloro(1,4,8,11-tetraazacyclotetradecane)chromium(III) chloride prepared as reported (Ferguson & Tobe, 1970).

Needle crystals 0.24 × 0.12 × 0.36 mm; Philips PW 1100 automatic four-circle diffractometer, Mo $K\alpha$ radiation, graphite-monochromated; lattice parameters refined by least squares from 25 reflections with $7 \leq \theta \leq 12^\circ$. Two standard reflections 841 and $\bar{2}52$ measured at 3 h intervals, no significant fluctuations in intensities other than those expected from Poisson statistics. Intensities measured up to $2\theta = 52^\circ$; $\theta/2\theta$ scan technique, scan width 1.20° in θ , scan speed $1.8^\circ \text{ min}^{-1}$. Intensities corrected for Lorentz and