

Table 2. Interatomic bond distances (\AA) and angles ($^\circ$)

| | | | |
|--|-----------|--|-----------|
| $\text{Au(1)}-\text{S(1)}$ | 2.313 (2) | $\text{Au(1)}-\text{P(1)}$ | 2.257 (2) |
| $\text{Au(1)}\cdots\text{Au(1')}$ | 3.156 (1) | $\text{S(1)}-\text{C(1)}$ | 1.729 (7) |
| $\text{P(1)}-\text{C(16)}$ | 1.809 (6) | $\text{P(1)}-\text{C(26)}$ | 1.817 (6) |
| $\text{P(1)}-\text{C(36)}$ | 1.817 (9) | $\text{C(1)}-\text{C(2)}$ | 1.37 (2) |
| $\text{C(2)}-\text{C(3)}$ | 1.43 (2) | $\text{C(3)}-\text{N(1)}$ | 1.13 (2) |
| $\text{S(1)}-\text{Au(1)}-\text{P(1)}$ | 172.1 (1) | $\text{S(1)}-\text{Au(1)}-\text{Au(1')}$ | 76.1 (1) |
| $\text{P(1)}-\text{Au(1)}-\text{Au(1')}$ | 111.7 (1) | $\text{Au(1)}-\text{S(1)}-\text{C(1)}$ | 102.9 (3) |
| $\text{Au(1)}-\text{P(1)}-\text{C(16)}$ | 110.2 (2) | $\text{Au(1)}-\text{P(1)}-\text{C(26)}$ | 114.4 (2) |
| $\text{Au(1)}-\text{P(1)}-\text{C(36)}$ | 112.4 (2) | $\text{P(1)}-\text{C(16)}-\text{C(11)}$ | 121.9 (2) |
| $\text{P(1)}-\text{C(16)}-\text{C(15)}$ | 118.1 (2) | $\text{P(1)}-\text{C(26)}-\text{C(21)}$ | 117.5 (2) |
| $\text{P(1)}-\text{C(26)}-\text{C(25)}$ | 122.5 (2) | $\text{P(1)}-\text{C(36)}-\text{C(31)}$ | 117.6 (2) |
| $\text{P(1)}-\text{C(36)}-\text{C(35)}$ | 122.5 (2) | $\text{S(1)}-\text{C(1)}-\text{C(2)}$ | 118.4 (4) |
| $\text{S(1)}-\text{C(1)}-\text{S(1')}$ | 123.2 (7) | $\text{C(1)}-\text{C(2)}-\text{C(3)}$ | 121.7 (3) |
| $\text{C(3)}-\text{C(2)}-\text{C(3')}$ | 117.1 (1) | $\text{C(2)}-\text{C(3)}-\text{N(1)}$ | 180.1 (1) |

distance is 8.138 \AA . The $\text{S(1)}-\text{C(1)}$ bond length of 1.729 (7) \AA and the $\text{C(2)}-\text{C(3)}$ bond length of 1.43 (2) \AA indicate partial multiple-bonding electron delocalization in the imnt ligand. The imnt ligand is planar as expected. The $\text{Au(1)}-\text{P(1)}$ bond length of 2.257 (2) \AA is within the normal range for an Au—P bond. The P—C bond distances in the molecule are similar and range from 1.809 (8) to 1.817 (9) \AA . Other than being disordered, the diethyl ether molecule is unremarkable.

These studies were supported by the National Science Foundation, grant CHE-8408414, the donors of the Petroleum Research Foundation as administered by the American Chemical Society, and the Welch Foundation.

- References
- BEURSKENS, P. T., CRAS, J. A. & STEGGERDA, J. J. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 819–813.
 BURNS, R. P., MCCULLOUGH, F. P. & McAULIFFE, C. A. (1980). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **22**, 303–348.
 CALABRO, D. C., HARRISON, B. A., PALMER, G. T., MOGUEL, M. K., REBBERT, R. L. & BURMEISTER, J. L. (1981). *Inorg. Chem.* **20**, 4311–4316.
 CHIARI, B., PIOVESANA, O., TARANTELLI, T. & ZANAZZI, P. F. (1985). *Inorg. Chem.* **24**, 366–371.
 COUCOUVANIS, D. (1979). *Prog. Inorg. Chem.* **11**, 233–371.
 GOMPPER, R. & TOPEL, W. (1962). *Chem. Ber.* **95**, 2871–2880.
 HESSE, R. & JENNISCH, P. (1972). *Acta Chem. Scand.* **26**, 3855–3864.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
 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.
 MIRABELLI, C. K., JOHNSON, R. K., HILL, D. T., FANCETTE, L. F., GIRARD, G. R., KUO, G. Y., SUNG, C. M. & CROOKE, S. T. (1986). *J. Med. Chem.* **29**, 218–223.
 SCHMIDBAUR, H. & DASH, K. C. (1982). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **25**, 239–266.
 SHAW, C. F. III & BEERY, A. (1986). *Inorg. Chim. Acta*, **123**, 213–216.
 SHELDICK, G. M. (1981). *SHELXTL. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data*. Univ. of Göttingen, Federal Republic of Germany.
 SUTTON, B. M., MCGUSTY, E., WALZ, D. T. & DiMARTINO, J. (1972). *J. Med. Chem.* **15**, 1095–1098.
 WANG, S., KHAN, MD. N. I., FACKLER, J. P. JR & HEINRICH, D. D. (1988). In preparation.

Acta Cryst. (1988). C**44**, 825–828

Di- μ -chloro-bis[(aza-4 azonia-1 bicyclo[2.2.2]octane)dichloromanganèse(II)]

PAR B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté de Pharmacie, 34 Rue du Jardin des Plantes,
86034 Poitiers CEDEX, France

ET P. KHODADAD ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément,
92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

(Reçu le 28 juillet 1987, accepté le 4 janvier 1988)

Abstract. $[\text{Mn}_2\text{Cl}_6(\text{C}_6\text{H}_{13}\text{N}_2)_2]$, $M_r = 548.96$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 7.157$ (2), $b = 12.378$ (3), $c = 12.047$ (1) \AA , $\beta = 96.90$ (1) $^\circ$, $V = 1059.6$ (7) \AA^3 , $Z = 2$, $D_m = 1.76$ (2), $D_x = 1.721 \text{ Mg m}^{-3}$, $\lambda(\text{Mo } K\bar{\alpha}) = 0.7107 \text{ \AA}$, $\mu = 1.91 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 556$, $T = 294$ (1) K, $R = 0.023$ for 2015 independent reflections. The molecule has a centre of symmetry. Its two halves

are linked together by two Mn—Cl—Mn bridges. The coordination polyhedron of the Mn atom is a bipyramid constituted of four Cl atoms and an N atom from the organic ligand. The apical Mn—Cl distance is significantly greater than the same equatorial distances. In a rough estimate, the plane of the two Mn—Cl—Mn bridges is a plane of symmetry for the molecule which

has approximately C_{2h} symmetry. N—H...Cl and C—H...Cl hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

Introduction. Le diaza-1,4 bicyclo[2.2.2]octane, désigné ci-après par L et couramment appelé ‘dabco’, peut, après monoprotonation, jouer le rôle de coordinat monodentate. Nous avons déjà décrit les structures de trois composés de coordination formés par le cation (LH)⁺ avec les cations métalliques bivalents Cd²⁺ (Viessat, Khodadad & Rodier, 1984), Co²⁺ (Viessat, Bénazeth, Khodadad & Rodier, 1984) et Cu²⁺ (Viessat, Khodadad, Rodier & Nguyen-Huy Dung, 1988). C'est dans ce cadre qu'ont été entreprises la préparation et l'étude du di- μ -chloro-bis[(aza-4 azonia-1 bicyclo-[2.2.2]octane)dichloromanganèse(II)]. Le produit utilisé a été obtenu en neutralisant, en milieu méthanolique, l'une des fonctions amine du ‘dabco’ par l'acide chlorhydrique, puis en ajoutant MnCl₂ en quantité stoechiométrique. On obtient un précipité blanc qui est séparé, lavé avec une petite quantité de méthanol, puis redissous dans le même alcool. L'évaporation lente de cette solution donne des cristaux de forme parallélépipédique.

Partie expérimentale. Masse volumique par flottaison. Cristal parallélépipédique: 0,15 × 0,25 × 0,36 mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que $8,57 \leq \theta \leq 19,23^\circ$. Diffractomètre Enraf–Nonius CAD-4. Scan $\theta/2\theta$ d'amplitude $s(^{\circ}) = 0,85 + 0,35 \operatorname{tg} \theta$. $0,049 \leq (\sin \theta)/\lambda \leq 0,660 \text{ \AA}^{-1}$; $0 \leq h \leq 9$, $0 \leq k \leq 16$, $-15 \leq l \leq 15$. Réflexions de contrôle des intensités: 560, 334 et 060. $\sigma(I)/I$ (contrôle) = 0,0029. Diminution de I au cours des mesures: 0,6%. 2544 réflexions indépendantes mesurées, 529 réflexions inobservées ($F_o < F_{o,\max}/30$). Corrections d'absorption empiriques selon Walker & Stuart (1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,068 et 0,877. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Coordonnées des H: série de Fourier des ΔF . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Affinement basé sur les F . Paramètres affinés: x , y , z de tous les atomes et β_{ij} de O, N et C. B de chaque H non affiné et pris égale à B_{eq} de l'atome auquel il est lié augmenté de 1 Å². $R = 0,023$, $wR = 0,017$, $w = 3F_o/F_{o,\max}$ lorsque $F_o < F_{o,\max}/3$ et $w = F_{o,\max}/3F_o$ lorsque $F_o \geq F_{o,\max}/3$. $S = 1,47$; $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,01$; $|\Delta\rho|_{\max} = 0,33(6) \text{ e \AA}^{-3}$. Programmes de calcul du système SDP (Frenz, 1982). Figs. 1 et 2: programme ORTEPII (Johnson, 1976). Ordinateur PDP 11/44.

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1, les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type*

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}ac\cos\beta + \beta_{23}bc\cos\alpha)$$

| | x | y | z | $B_{\text{eq}} (\text{\AA}^2)$ |
|-------|--------------|-------------|--------------|--------------------------------|
| Mn | 0,07612 (4) | 0,12308 (3) | 0,08827 (3) | 1,953 (5) |
| Cl(1) | -0,21512 (8) | 0,05177 (5) | -0,01222 (5) | 3,06 (1) |
| Cl(2) | 0,28019 (7) | 0,24534 (5) | 0,01065 (5) | 3,01 (1) |
| Cl(3) | 0,14897 (8) | 0,07163 (5) | 0,28075 (4) | 2,45 (1) |
| N(1) | -0,1017 (2) | 0,2701 (1) | 0,1455 (1) | 1,92 (3) |
| N(2) | -0,2924 (2) | 0,4298 (2) | 0,2011 (2) | 2,70 (4) |
| C(3) | -0,1769 (3) | 0,3327 (2) | 0,0455 (2) | 2,94 (5) |
| C(4) | 0,0157 (3) | 0,3417 (2) | 0,2242 (2) | 2,86 (5) |
| C(5) | -0,2634 (3) | 0,2332 (2) | 0,2023 (2) | 2,70 (4) |
| C(6) | -0,2928 (4) | 0,4289 (2) | 0,0761 (2) | 3,46 (5) |
| C(7) | -0,0957 (3) | 0,4384 (2) | 0,2596 (2) | 3,95 (6) |
| C(8) | -0,3802 (3) | 0,3279 (2) | 0,2354 (2) | 2,59 (5) |

Tableau 2. *Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts-type*

| | | | |
|------------------------------|------------|----------------|-----------|
| Mn—Cl(1) | 2,446 (1) | N(1)—C(5) | 1,486 (3) |
| Mn—Cl(1 ⁱ) | 2,595 (1) | N(2)—C(6) | 1,506 (3) |
| Mn—Cl(2) | 2,372 (1) | N(2)—C(7) | 1,500 (3) |
| Mn—Cl(3) | 2,401 (1) | N(2)—C(8) | 1,489 (3) |
| Mn—N(1) | 2,370 (2) | C(3)—C(6) | 1,521 (4) |
| N(1)—C(3) | 1,480 (3) | C(4)—C(7) | 1,527 (3) |
| N(1)—C(4) | 1,483 (3) | C(5)—C(8) | 1,520 (3) |
| Cl(1)—Mn—Cl(1 ⁱ) | 82,20 (2) | Mn—N(1)—C(5) | 112,0 (1) |
| Cl(1)—Mn—Cl(2) | 124,30 (2) | C(3)—N(1)—C(4) | 109,3 (2) |
| Cl(1)—Mn—Cl(3) | 117,11 (2) | C(3)—N(1)—C(5) | 108,0 (2) |
| Cl(1)—Mn—N(1) | 88,03 (4) | C(4)—N(1)—C(5) | 107,6 (2) |
| Cl(1 ⁱ)—Mn—Cl(2) | 96,46 (2) | C(6)—N(2)—C(7) | 111,0 (2) |
| Cl(1 ⁱ)—Mn—Cl(3) | 94,12 (2) | C(6)—N(2)—C(8) | 108,7 (2) |
| Cl(1 ⁱ)—Mn—N(1) | 170,14 (4) | C(7)—N(2)—C(8) | 109,5 (2) |
| Cl(2)—Mn—Cl(3) | 118,52 (2) | N(1)—C(3)—C(6) | 111,6 (2) |
| Cl(2)—Mn—N(1) | 90,14 (4) | N(1)—C(4)—C(7) | 111,9 (2) |
| Cl(3)—Mn—N(1) | 89,11 (4) | N(1)—C(5)—C(8) | 111,6 (2) |
| Mn—Cl(1)—Mn ⁱ | 97,80 (2) | N(2)—C(6)—C(3) | 108,2 (2) |
| Mn—N(1)—C(3) | 108,7 (1) | N(2)—C(7)—C(4) | 107,8 (2) |
| Mn—N(1)—C(4) | 111,2 (1) | N(2)—C(8)—C(5) | 108,5 (2) |

2.* La Fig. 1 indique les numéros utilisés pour désigner les atomes contenus dans l'unité asymétrique.

Le composé étudié est formé de molécules dimères [MnCl₃(LH)]₂. Les deux moitiés d'une même molécule se déduisent l'une de l'autre par un centre de symétrie. A leurs jonctions se trouvent Cl(1) et Cl(1ⁱ) (i: -x, -y, -z) qui réalisent un double pont entre Mn et Mnⁱ (Fig. 1). Une organisation semblable existe dans le di- μ -chlorobis(tétrahydrofurane)(hexacarbonyle)dimanganèse (Vanderveer & Burlitch, 1980). Quagliano, Banerjee, Goedken & Vallarino (1970) ont préparé le composé monomère MnCl₃(LH) dans lequel l'atome de manganèse possède, selon ces auteurs, un environnement tétraédrique. Ici, l'atome métallique est pentacoordiné,

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44652: 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.

ce qui, comme l'ont déjà souligné Pelizzi & Pelizzi (1974), est peu fréquent pour Mn^{II}. Son polyèdre de coordination est une bipyramide à base triangulaire dont les sommets sont occupés par N(1) et Cl(1ⁱ). Mn est à 0,038 (1) Å du plan *P*(I) des atomes Cl(1), Cl(2) et Cl(3) formant la base de la bipyramide et du même côté que Cl(1ⁱ). Les trois liaisons Mn—Cl de la base ont pour longueurs extrêmes 2,372 (1) et 2,446 (1) Å. Elles se placent ainsi dans la partie moyenne de l'intervalle 2,34—2,51 Å auquel appartiennent les distances Mn—Cl trouvées dans une série de composés du manganèse(II) (Lewis, O'Donoghue & Raithby, 1980). L'encombrement stérique autour de Mn, plus important pour l'atome d'halogène en position apicale que pour ses homologues en positions équatoriales, explique que Mn—Cl(1ⁱ) [2,595 (1) Å] soit nettement plus longue que les trois distances Mn—Cl évoquées précédemment. On trouve des liaisons du même ordre de grandeur que Mn—Cl(1ⁱ) dans des composés où l'atome de manganèse possède un environnement octaédrique. C'est le cas, par exemple, dans le trichlorure de manganèse et de méthylammonium dihydrate (Depmeier & Klaska, 1980) où les liaisons des ponts Mn—Cl—Mn mesurent respectivement 2,552 (2) et 2,574 (2) Å. L'encombrement stérique paraît aussi responsable du fait que Mn—N(1) [2,370 (2) Å] est un peu plus grande que les distances Mn—N [2,261 (9) et 2,259 (9) Å] calculées par Pelizzi & Pelizzi (1974).

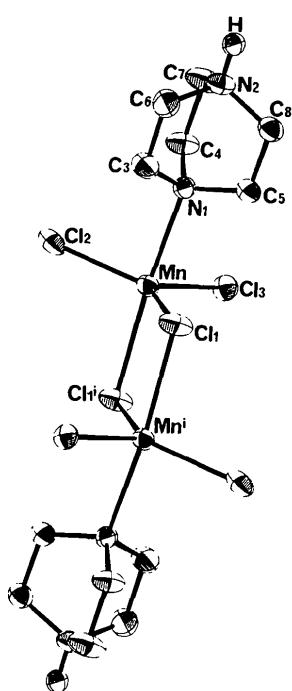


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective et numéros attribués aux atomes de l'unité asymétrique.

Les angles Cl—Mn—Cl formés par les atomes de chlore équatoriaux sont compris entre 117,11 (2) et 124,30 (2)°. Cl(1ⁱ)—Mn—Cl(*j*) mesure 82,20 (2), 96,46 (2) ou 94,12 (2)° selon que *j* = 1, 2 ou 3. Dans le composé étudié par Vanderveer & Burlitch (1980), l'homologue de Cl(1ⁱ)—Mn—Cl(1) vaut 84,1 (1)°. Les angles N(1)—Mn—Cl(*j*) (*j* = 1, 2, 3) s'écartent peu de la valeur idéale puisqu'ils vont de 88,03 (4) à 90,14 (4)°. Cl(1ⁱ)—Mn—N(1) est égale à 170,14 (4)° et les droites Mn—Cl(1ⁱ) et Mn—N(1) font avec le plan *P*(I) des angles qui mesurent respectivement 81,28 (2) et 88,8 (1)°.

Dans la molécule organique, les angles de torsion autour des liaisons C(3)—C(6), C(4)—C(7) et C(5)—C(8) sont inférieurs à 1°. Les trois chaînes N—C—C—N peuvent donc être considérées comme planes. Les liaisons C—C ont pour longueurs extrêmes 1,520 (3) et 1,527 (3) Å [moyenne 1,523 (2) Å] et les liaisons C—N 1,480 (3) et 1,506 (3) Å [moyenne 1,491 (4) Å]. Les angles N—C—C sont compris entre 107,8 (2) et 111,9 (2)° [moyenne 109,9 (8)°] et les angles C—N—C entre 107,6 (2) et 111,0 (2)° [moyenne 109,0 (5)°]. Compte tenu des incertitudes, ces valeurs moyennes sont pratiquement identiques à celles trouvées pour les grandeurs homologues dans l'aqua(aza-4 azonia-1 bicyclo[2.2.2]octane)trinitratocadmium(II) (Viossat, Khodadad & Rodier, 1984).

Le plan du parallélogramme MnCl(1)MnⁱCl(1ⁱ) [plan *P*(II)], est, en première approximation, plan de symétrie pour la molécule. En effet, les atomes de la chaîne N(1)—C(4)—C(7)—N(2) ne sont pas contenus dans *P*(II), mais ils en sont éloignés au plus de 0,189 (3) Å. En outre, les distances à *P*(II) des atomes qui se correspondent à travers ce plan [C(3) et C(5), C(6) et C(8), Cl(2) et Cl(3)] diffèrent de moins de 0,2 Å. L'existence d'un plan de symétrie contenant un centre d'inversion entraîne celle d'un axe binaire perpendiculaire au plan et passant par le centre d'inversion. Donc la molécule possède la symétrie approchée *C*_{2h}.

Les molécules sont associées les unes aux autres par la liaison hydrogène N(2)—H(2)…Cl(3ⁱⁱ) (*ii*: $-\frac{1}{2}-x$, $\frac{1}{2}+y$, $\frac{1}{2}-z$) longue de 3,127 (2) Å et dont l'angle est de

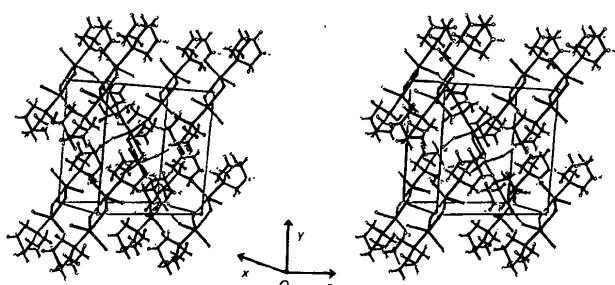


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure.

151 (2)°. Chaque molécule se trouve ainsi unie à quatre molécules voisines. Il semble que l'on puisse admettre aussi l'existence de la liaison hydrogène C(8)—H'(8)…Cl(2ⁱⁱⁱ) [3,496 (2) Å, 136 (2)°] (iii: $-\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$). La Fig. 2 est une vue stéréoscopique de la structure.

Références

- DEPMEIER, W. & KLASKA, K. H. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1065–1068.
 FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf–Nonius, Delft, Pays-Bas.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, pp. 72 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- LEWIS, J., O'DONOUGHE, T. D. & RAITHBY, P. R. (1980). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1383–1389.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
 PELIZZI, C. & PELIZZI, G. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 2421–2425.
 QUAGLINO, J. V., BANERJEE, A. K., GOEDKEN, V. L. & VALLARINO, L. M. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 482–488.
 VANDERVEER, M. C. & BURLITCH, J. M. (1980). *J. Organomet. Chem.* **197**, 357–368.
 VIOSSAT, B., BÉNIZETH, S., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1340–1342.
 VIOSSAT, B., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 24–28.
 VIOSSAT, B., KHODADAD, P., RODIER, N. & NGUYEN-HUY DUNG (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 263–265.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 828–830

Diphenylbismuth N-Benzoylglycinate

BY FRIEDO HUBER, MICHAEL DOMAGALA AND HANS PREUT

*Lehrstuhl für Anorganische Chemie II, Universität Dortmund, Otto-Hahn-Str. 6, D-4600 Dortmund 50,
Federal Republic of Germany*

(Received 30 October 1987; accepted 19 January 1988)

Abstract. C₂₁H₁₈BiNO₃, $M_r = 541.36$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.078$ (7), $b = 9.869$ (7), $c = 17.945$ (8) Å, $\beta = 107.27$ (5)°, $V = 1873.5$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.919$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 9.4$ mm⁻¹, $F(000) = 1032$, $T = 291$ (1) K, final $R = 0.023$ for 2142 unique observed [$F \geq 4.0\sigma(F)$] diffractometer data. Bi is in the center of a distorted ψ -trigonal bipyramidal, two O atoms, one from each bridging bidentate carboxylate group [Bi—O distance, mean: 2.440 (6) Å; angle O—Bi—O: 160.63 (2)°], being in apical positions; two C(phenyl) atoms [Bi—C distance, mean: 2.248 (8) Å; angle C—Bi—C: 95.10 (3)°] are arranged equatorially leaving ample space for the inert electron pair. In addition, weak interactions exist between Bi and O(benzoyl) from an adjacent molecule [3.267 (6) Å] and an O from one of the carboxylate groups [3.297 (6) Å].

Introduction. The structural chemistry of organo-bismuth(III) carboxylates has not yet been studied extensively. Actually, only the structure of the complex anion [Ph₂Bi(O₂CCF₃)₂]⁻ (Barton, Charpiot, Dau, Motherwell, Pascard & Pichon, 1984) has been reported; no common diorganobismuth(III) carboxylates have been described. To gain a better understanding (i) of the coordination behavior of bismuth in

such compounds, and (ii) of the rules governing the choice of a certain bonding mode (unidentate, bridging, chelation) of the carboxylate group of an amino acid or of an amino-acid derivative to bismuth and also the possible formation of weak inter- or intramolecular bonding interactions by such oligofunctional donor ligands, we extended our investigations on organometal compounds with biologically relevant ligands to study appropriate bismuth compounds. As a first result we report here the structure of Ph₂BiO₂CCH₂NHCOC₆H₅.

Experimental. From Ph₂BiOEt and *N*-benzoylglycine in diethyl ether at room temperature. Single crystals from methanol. Crystal size ~0.4 × 0.3 × 0.2 mm. $\omega/2\theta$ scan, scan speed 4.0° min⁻¹ in θ , Nonius CAD-4 diffractometer, graphite-monochromated Mo $K\alpha$; lattice parameters from least-squares fit with 25 reflections up to $2\theta = 27.0^\circ$; three standard reflections recorded every 2.0 h, only random deviations; 2936 reflections measured, $1.0 \leq \theta \leq 23.0^\circ$, $-12 \leq h \leq 12$, $0 \leq k \leq 10$, $0 \leq l \leq 19$; after averaging ($R_{\text{int}} = 0.014$): 2786 unique reflections, 2142 with $F \geq 4.0\sigma(F)$; Lorentz–polarization correction and absorption correction *via* ψ scans; max./min. transmission 1.00/0.73; systematic absences ($h0l$) $l = 2n + 1$, ($0k0$) $k = 2n + 1$ conform to space group $P2_1/c$; structure solution *via*