

cations are distributed in alternating layers along the *b* axis, approximately *b*/2 apart.

Anions are located on inversion centers. Planes of the pyridine ligands form 86.7 and 87.7° angles with the basal planes, cut the Cl(11)—Cl(12) vector in half and the Cl(21)—Cl(22) vector in the proportion 0.48:0.52. Mo—Cl bond lengths range from 2.438 (2) to 2.443 (2) Å. Comparable values were found in the crystal structures of (PPh₄)MoCl₄(THF)₂ (Hill, Leigh, Hutchinson & Zubieta, 1985) and (PPh₄)MoCl₄(bipy) (Richards, Shortman, Povey & Smith, 1987). Mo—N(pyridine) distances of 2.186 (5) and 2.204 (5) Å fall in the range of Mo^{III}—N(pyridine) bonds in MoCl₃py₃ (Brenčič, 1974). Pyridine rings are planar to within 0.02 Å. Average C—C and C—N bonds are 1.38 and 1.35 Å. All *cis* octahedral angles are close to 90°.

All atoms of the cation, pyp⁺, are in general positions. The atoms N(31), C(34), N(41) and C(44) are approximately collinear. The two pyridine rings of the cation are bonded through a C(34)—N(41) bond of 1.446 (9) Å. The same bond in pypH²⁺ from the crystal structure of pypHMoCl₄·H₂O (Brenčič, Čeh & Leban, 1988) is significantly shorter, 1.36 (2) Å, reflecting the variability of C—N single bonds. The angle between the pyridine rings is 35°. The corresponding angle in pypH²⁺ is 38°. Average ring C—C,

C—N bonds in the cation are 1.37 and 1.34 Å. The shorter C—N values helped in the identification of the correct positions of the N atoms.

The closest contact between anion and cation is 3.29 (2) Å: C(14)(anion)···N(31) (1+x, y, z) (cation).

We are indebted to the University Edvard Kardelj of Ljubljana and Research Community of Slovenia for supporting this work.

References

- BRENČIČ, J. V. (1974). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **403**, 218–224.
 BRENČIČ, J. V., ČEH, B., GOLIČ, L. & LEBAN, I. (1988). *Z. Kristallogr.* **185**, 318.
 BRENČIČ, J. V., ČEH, B. & LEBAN, I. (1986). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **538**, 212–220.
 BRENČIČ, J. V., ČEH, B. & LEBAN, I. (1988). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **565**, 163–170.
 CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 HILL, A., LEIGH, G. J., HUTCHINSON, J. & ZUBIETA, J. A. (1985). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1069–1071.
 RICHARDS, R. L., SHORTMAN, C., POVEY, D. C. & SMITH, G. W. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 2091–2093.
 SHELDRICK, G. M. (1976). In *Computing in Crystallography*, edited by H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 34–42. Delft University Press.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1146–1149

Röntgenstrukturanalyse von Diaquadintratodioxouran(VI)– 1,4,7,10,13-Pentaoxacyclopentadecan

VON THOMAS GUTBERLET, WOLFGANG DREISSIG UND PETER LUGER

Institut für Kristallographie, Freie Universität Berlin, Takustr. 6, D-1000 Berlin 33, Bundesrepublik Deutschland

UND HANS-CHRISTOPH BECHTHOLD, RAQUHILD MAUNG UND ARNDT KNÖCHEL

Institut für Anorganische und Angewandte Chemie, Universität Hamburg, Martin-Luther-King-Platz 6, D-2000 Hamburg 13, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 23. April 1988; angenommen am 1. August 1988)

Abstract. [U(NO₃)₂O₂(C₁₀H₂₀O₅)(H₂O)₂], *M_r* = 668.21, triclinic, *P*1̄, *a* = 8.389 (4), *b* = 8.971 (4), *c* = 16.735 (6) Å, *α* = 115.20 (3), *β* = 91.99 (3), *γ* = 110.05 (3)°, *V* = 1046.1 Å³, *D_x* = 2.064 Mg m⁻³, λ(Mo Kα) = 0.71069 Å, *μ* = 7.42 mm⁻¹, *T* = 295 K, *R* = 6.0% (*wR* = 6.3%) for 3929 observed reflections. Two bidentate nitrate and two water ligands are arranged around the central U atom in a vertical plane to the uranyl group. Hydrogen bonds are formed between the 15-crown-5 macrocyclic molecules and the water ligands of the metal complex.

0108-2701/89/081146-04\$03.00

Einleitung. Komplexe mit U^{IV} bzw. der Uranylgruppe als Koordinationszentrum und Kronenethern als potentiellen Liganden lassen sich prinzipiell in zwei Kategorien einteilen, die sich in der Art der Wechselwirkung zwischen dem Zentralatom und dem Kronenetherliganden unterscheiden (elBasyouny, 1983). Unter günstigen Bedingungen kann es zur Einlagerung des Urankations in die Höhle des makrocyclischen Liganden kommen, so daß direkte Wechselwirkungen zwischen dem zentralen Kation und den Ethersauerstoffatomen resultieren. Beispielhaft für diesen Verbin-

© 1989 International Union of Crystallography

dungstyp sind die Komplexe $[U_{\infty}(18)\text{Krone-6}(\text{NCS})_2(\text{OMe})_2][U(\text{NCS})_6(\text{MeOH})_2]$ (Bechthold, Block, Knöchel & Dreissig, 1988) und $[UO_2 \cdot dch-(18)\text{Krone-6}-(\text{ClO}_4)_2]$ (Navaza, Villain & Charpin, 1984).

Strukturen von thiocyanathaltigen Uranyl-Kronenether-Komplexen interessieren dabei besonders im Hinblick auf Anreicherungsverfahren (elBasyouny, Bechthold, Knöchel & Vollmer, 1985; Ming & Pei-Ju, 1987), da solche Systeme Isotopieeffekte zeigen. Für das System $^{22}\text{Na}^+ / ^{24}\text{Na}^+ \cdot (2.2.1) / (2.2.2)$ Cryptat z.B. konnten solche Effekte schon früher nachgewiesen werden (Klimes, Knöchel & Rudolph, 1977).

Häufiger finden sich dagegen die Urankomplexe, in denen Anlagerungsverbindungen gebildet wurden. Dabei bestehen zwischen dem Uran und dem Polyether lediglich indirekte, in der Regel durch Wassermoleküle vermittelte Wasserstoffbrücken- bzw. Dipol-Wechselwirkungen. Von solchen Komplexen sind mit dem Liganden (18)Krone-6 Röntgenstrukturanalysen publiziert worden, $[UO_2(\text{NO}_3)_2(18)\text{Krone-6}(\text{H}_2\text{O})_4]$ bzw. $(\text{H}_2\text{O})_2]$ (Eller & Penneman, 1976; Bombieri, de Paoli, Cassol & Immirzi, 1976). Strukturdaten mit dem Kronenether (15)Krone-5 liegen soweit noch nicht vor und sollen hiermit erstmals an dem von uns untersuchten Dioxo-(di)nitratodiqua-uran(VI)-1,4,7,10,13-pentaoxa-cyclopentadecan diskutiert werden.

Auf die konformative Vielfalt der Uranyleinheit in Komplexen und die unterschiedlichen Koordinationsmöglichkeiten mit cyclischen Ethern wurde von uns an anderer Stelle schon hingewiesen (Gutberlet, Dreissig, Luger, Bechthold, Block & Knöchel, 1986).

Experimentelles. Kristallisation: Äquimolare (0.2 molare) methanolische Lösungen von umkristallisiertem $UO_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck) (2,08 g in 20 ml) und durch Vakuumdestillation gereinigtem (15)Krone-5 (Fluka) (0,88 g in 20 ml) wurden 24 h unter Rückfluß gekocht und anschließend vorsichtig eingengt. Die Kristallisation erfolgte bei 277 K.

Röntgenstrukturanalyse: Stoe-Diffraktometer, gesteuert von einer DEC PDP 11/23, Zr gefilterte $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung, Gitterkonstanten aus 65 Reflexen mit $30^\circ < 2\theta < 35^\circ$, Intensitätsmessung einer Halbkugel ($-9 \leq h \leq 9$, $-10 \leq k \leq 0$, $-18 \leq l \leq 19$), ω - 2θ -scan ($4^\circ \leq 2\theta \leq 50^\circ$), $[(\sin\theta)/\lambda]_{\max} = 0,596 \text{ \AA}^{-1}$, 3929 Reflexe, 528 Reflexe mit $I < 2\sigma(I)$. Absorption korrigiert mit Hilfe der Programmroutine von XTAL83 (Davenport & Stewart, 1984). Phasenbestimmung durch Schweratommethode. Verfeinerung mit isotropen, später anisotropen Temperaturfaktoren für alle Atome außer Wasserstoffatomen. 18 von 24 Wasserstoffatomen wurden über Differenzfouriersynthese lokalisiert und isotrop verfeinert. 6 Wasserstofflagen wurden berechnet und nicht weiter verfeinert. $\sum w(F_o - F_c)^2$ wurde minimiert, Gewichtsfunktion $w = 1$, für Uran Dispersion korrigiert (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1974).

Tabelle 1. *Fractionelle Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren ($U_{\text{äq}}$ und U in $\text{Å}^2 \times 100$) (Standardabweichungen in Klammern)*

$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}/U$
U(1)	0,01668 (7)	0,02353 (7)	0,24282 (3)	5,64 (3)
O(11)	0,889 (1)	0,040 (1)	0,3186 (8)	7,8 (7)
O(12)	0,030 (1)	0,304 (1)	0,2472 (9)	7,8 (9)
O(13)	0,267 (1)	0,300 (1)	0,3529 (7)	7,7 (6)
O(14)	0,481 (1)	0,302 (2)	0,4300 (9)	9,7 (9)
O(15)	0,261 (1)	0,058 (1)	0,3461 (9)	11,0 (9)
N(11)	0,343 (1)	0,224 (2)	0,3796 (9)	7,5 (9)
O(16)	0,002 (1)	0,747 (2)	0,2371 (7)	7,7 (7)
O(17)	0,759 (1)	0,753 (1)	0,1308 (7)	8,5 (7)
O(18)	0,567 (1)	0,760 (2)	0,0443 (9)	10,1 (9)
O(19)	0,781 (1)	0,000 (1)	0,1388 (9)	10,3 (9)
N(12)	0,696 (1)	0,835 (2)	0,1007 (9)	8,7 (9)
O(20)	0,144 (1)	1,002 (1)	0,1647 (8)	6,7 (6)
H(121)	0,96 (1)	0,29 (1)	0,276 (7)	2 (3)
H(122)	0,13 (2)	0,37 (2)	0,25 (1)	8 (6)
H(161)	0,89 (1)	0,69 (1)	0,257 (7)	5 (3)
H(162)	0,05 (1)	0,65 (1)	0,195 (7)	5 (3)
C(21)	0,838 (2)	0,322 (3)	0,056 (1)	8 (1)
C(22)	0,019 (3)	0,341 (2)	0,055 (1)	8 (1)
O(23)	0,134 (1)	0,510 (1)	0,1259 (7)	6,9 (7)
C(24)	0,303 (2)	0,524 (3)	0,148 (1)	6 (1)
C(25)	0,391 (2)	0,679 (3)	0,242 (1)	6 (1)
O(26)	0,301 (1)	0,629 (1)	0,3027 (8)	8,7 (8)
C(27)	0,358 (2)	0,769 (2)	0,394 (1)	7 (1)
C(28)	0,223 (3)	0,720 (3)	0,445 (1)	9 (1)
O(29)	0,073 (2)	0,726 (2)	0,4114 (9)	10 (1)
C(210)	0,921 (3)	0,637 (4)	0,437 (1)	9 (1)
C(211)	0,773 (3)	0,644 (5)	0,400 (1)	11 (1)
O(212)	0,744 (1)	0,577 (2)	0,3034 (8)	8,3 (8)
C(213)	0,639 (2)	0,389 (3)	0,254 (1)	6,1 (9)
C(214)	0,639 (2)	0,329 (3)	0,156 (1)	6 (1)
O(215)	0,808 (1)	0,344 (1)	0,1439 (7)	7,1 (6)
H(211)	0,74 (1)	0,20 (1)	0,006 (7)	5 (3)
H(212)	0,80 (2)	0,41 (3)	0,05 (1)	7 (7)
H(221)	0,04 (2)	0,24 (2)	0,06 (1)	9 (4)
H(222)	0,08 (3)	0,38 (3)	0,01 (2)	6 (8)
H(241)	0,37 (2)	0,55 (2)	0,100 (8)	8 (4)
H(242)	0,32 (2)	0,41 (2)	0,143 (8)	6 (3)
H(251)	0,39 (1)	0,82 (2)	0,253 (8)	4 (3)
H(252)	0,55 (2)	0,73 (2)	0,255 (8)	9 (4)
H(271)	0,48 (2)	0,81 (2)	0,41 (1)	11 (5)
H(2111)	0,84 (2)	0,80 (2)	0,43 (1)	9 (5)
H(2131)	0,51 (1)	0,38 (1)	0,269 (6)	3 (3)
H(2132)	0,69 (1)	0,29 (1)	0,272 (7)	8 (3)
H(2142)	0,62 (1)	0,41 (1)	0,139 (7)	4 (3)
H(2141)	0,54 (1)	0,19 (2)	0,116 (8)	4 (3)

Fractionelle Atomkoordinaten der berechneten Wasserstoffatomlagen

H(272)	0,355	0,637	0,397	3
H(281)	0,194	0,572	0,435	3
H(282)	0,274	0,825	0,524	3
H(2101)	1,059	0,761	0,471	3
H(2102)	0,937	0,501	0,423	3
H(2112)	0,954	0,742	0,436	3

Nach Konvergenz betrug $R = 6,0\%$, $wR = 6,3\%$ für die beobachteten Reflexe. $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,8$, $(\Delta\rho)_{\max} = 10,91 \text{ e \AA}^{-3}$. Alle Rechnungen wurden mit dem Programmpaket XTAL83 (Stewart & Hall, 1984) auf einem VAX/VMS 11/750 Rechner durchgeführt (Institut für Kristallographie, Berlin).*

* Listen der gemessenen und berechneten Strukturdaten und der anisotropen Temperaturfaktoren sind bei der British Library Document Supply Centre als Supplementary Publication No. SUP 51783 (33 pp.) hinterlegt. Kopien können bezogen werden durch The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CHI 2HU, England.

Diskussion. In Tabelle 1 sind die fraktionellen Atomkoordinaten aufgelistet, die gewählte Nummerierung zeigt Fig. 1. Die gefundenen Atomabstände und Winkel sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Von den Liganden der ersten Koordinationssphäre liegen die Sauerstoffatome der beiden Wassermoleküle annähernd im rechten Winkel zur Achse der Uranylgruppe. Die Winkel zwischen den Sauerstoffatomen der Nitratgruppen und der Uranylgruppe weichen dagegen von 90° ab (Tabelle 2). Die Ebene, in der sich diese Liganden um das Zentralatom anordnen, ist so gegenüber der zentralen Uranyleinheit geneigt.

Die Bindungslängen der N—O-Bindungen in Nitratliganden sind bei den zum Uran hin koordinierten Sauerstoffatomen im Vergleich zum freien Nitration verlängert (Tabelle 2). Die Anordnung der Sauerstoffatome der vier Liganden um das Zentralatom ergibt ein verzerrtes Sechseck, der Winkel O(13)—U(1)—O(15) beträgt nur 49,9 (3)° (Tabelle 2). Die gefundenen Abstände und Winkel entsprechen den Daten, die aus anderen Röntgenstrukturanalysen von Uranylнитrat bekannt sind (Bombieri, de Paoli, Cassol & Immirzi, 1976; Eller & Penneman, 1976).

In Tabelle 3 sind die Werte für die Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Wasserliganden des Metallkomplexes und den Sauerstoffatomen des cyclischen Ethers zusammengefaßt. Wie Fig. 2 zeigt, ergibt sich im Kristall ein alternierender Aufbau von (15)Krone-5-Makrocyclus und Uranylнитrat entlang der Uran—Wasser-Achse.

Die Wasserstoffbrücken sind zur Krone hin so ausgerichtet, daß die beiden Sauerstoffatome der Wassermoleküle und die vier, über die Wasserstoffbrücken koordinierten Sauerstoffatome des Polyethers einen verzerrten Oktaeder bilden.

Das System mit einem (15)Krone-5-Makrocyclus ergänzt die Reihe der bisher bekannten Addukte mit Aqualiganden und deren allgemeinen Merkmalen, wie sie von Colquhoun, Stoddart & Williams (1986) beschrieben werden.

In der Krone liegen die Sauerstoffatome O(26) und O(215) unterhalb, die anderen drei Sauerstoffatome oberhalb der mittleren Ringebene des Makrocyclus (Fig. 1).

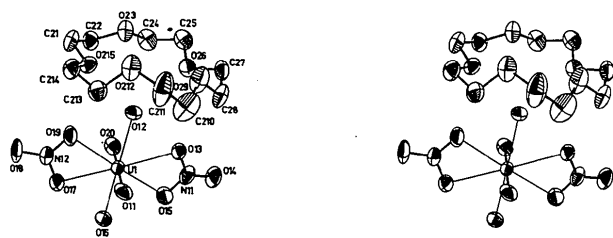


Fig. 1. ORTEP-Stereodarstellung (Johnson, 1970) des Komplexes mit gewählter Nummerierung der Atome. Thermische Ellipsoide mit 30% Aufenthaltswahrscheinlichkeit dargestellt.

Tabelle 2. Abstände (Å) und Winkel (°) (Standardabweichungen in Klammern)

U(1)—O(11)	1,67 (1)	O(11)—U(1)—O(20)	178,9 (6)
U(1)—O(20)	1,71 (1)	O(11)—U(1)—O(12)	91,4 (6)
U(1)—O(12)	2,45 (2)	O(11)—U(1)—O(13)	92,9 (4)
U(1)—O(16)	2,39 (1)	O(11)—U(1)—O(15)	93,2 (6)
U(1)—O(13)	2,497 (8)	O(11)—U(1)—O(16)	88,8 (5)
U(1)—O(15)	2,47 (2)	O(11)—U(1)—O(17)	86,7 (4)
U(1)—O(17)	2,512 (8)	O(11)—U(1)—O(19)	88,2 (6)
U(1)—O(19)	2,47 (2)		
N(11)—O(13)	1,26 (3)	O(12)—U(1)—O(13)	64,4 (5)
N(11)—O(14)	1,19 (2)	O(13)—U(1)—O(15)	49,9 (3)
N(11)—O(15)	1,25 (2)	O(15)—U(1)—O(16)	66,3 (4)
N(12)—O(17)	1,28 (2)	O(16)—U(1)—O(17)	66,4 (4)
N(12)—O(18)	1,18 (2)	O(17)—U(1)—O(19)	49,8 (5)
N(12)—O(19)	1,24 (2)	O(19)—U(1)—O(12)	69,4 (4)
C(21)—C(22)	1,47 (3)	N(11)—O(13)—U(1)	97,5 (8)
C(22)—O(23)	1,42 (3)	N(11)—O(15)—U(1)	99 (1)
O(23)—C(24)	1,41 (3)	O(13)—N(11)—O(14)	124 (2)
C(24)—C(25)	1,51 (3)	O(14)—N(11)—O(15)	123 (2)
C(25)—O(26)	1,42 (3)	O(15)—N(11)—O(13)	114 (1)
O(26)—C(27)	1,44 (2)	N(12)—O(17)—U(1)	97,3 (7)
C(27)—C(28)	1,49 (3)	N(12)—O(19)—U(1)	100 (1)
C(28)—O(29)	1,39 (3)	O(17)—N(12)—O(18)	123 (2)
O(29)—C(210)	1,45 (3)	O(18)—N(12)—O(19)	124 (2)
C(210)—C(211)	1,39 (5)	O(19)—N(12)—O(17)	113 (1)
C(211)—O(212)	1,45 (3)		
O(212)—C(213)	1,43 (2)	O(215)—C(21)—C(22)	109 (2)
C(213)—C(214)	1,49 (3)	C(21)—C(22)—O(23)	110 (2)
C(214)—O(215)	1,41 (2)	C(22)—O(23)—C(24)	115 (2)
O(215)—C(21)	1,43 (2)	O(23)—C(24)—C(25)	109 (2)
		C(24)—C(25)—O(26)	106 (2)
		C(25)—O(26)—C(27)	114 (1)
		O(26)—C(27)—C(28)	108 (1)
		C(27)—C(28)—O(29)	108 (2)
		C(28)—O(29)—C(210)	113 (2)
		O(29)—C(210)—C(211)	111 (3)
		C(210)—C(211)—O(212)	113 (3)
		C(211)—O(212)—C(213)	113 (2)
		O(212)—C(213)—C(214)	109 (2)
		C(214)—O(215)—C(21)	115 (2)
		C(213)—C(214)—O(215)	108 (2)
O(23)—C(24)—C(25)—O(26)	67 (3)		
O(26)—C(27)—C(28)—O(29)	-66 (2)		
O(29)—C(210)—C(211)—O(212)	57 (3)		
O(212)—C(213)—C(214)—O(215)	66 (3)		
O(215)—C(21)—C(22)—O(23)	-58 (3)		

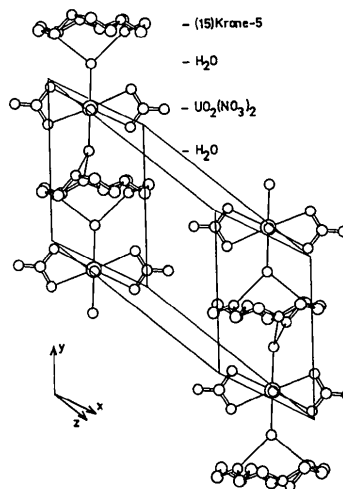


Fig. 2. SCHAKAL-Darstellung (Keller, 1980) des alternierenden Aufbaus des Komplexes im Kristall mit eingefügter Einheitszelle.

Tabelle 3. *Abstände (Å) und Winkel (°) in den Wasserstoffbrückenbindungen (Standardabweichungen in Klammern)*

	O...O	H...O	Symmetrieeoperation
O(12)–H(122)···O(26)	2,73 (3)	2,2 (3)	x, y, z
O(12)–H(121)···O(215)	2,77 (4)	2,3 (3)	x, y, z
O(16)–H(162)···O(23)	2,75 (2)	1,8 (2)	x, y, z
O(16)–H(161)···O(212)	2,75 (2)	1,9 (2)	x, y, z
	Winkel		
O(26)···O(12)···O(215)	96 (2)		x, y, z
O(23)···O(16)···O(212)	110 (1)		x, y, z

Aufgrund der fehlenden H-Brückenbindung vom koordinierten Wasser zum Atom O(29) zeigt dieser Teil des Kronenethers eine größere thermische Beweglichkeit mit entsprechend höheren Temperaturfaktoren, es treten dadurch erhöhte Standardabweichungen bei den Bindungslängen und Winkeln an den Atomen O(29), C(210) und C(211) auf.

Für die Durchführung der Diffraktometermessung danken wir Herrn Prof. Fuchs und Herrn Schuchardt (Institut für Anorganische Chemie, Freie Universität Berlin). Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministers für Forschung und Technologie unter dem Förderkennzeichen (O3-LU1-FUB-0-D1-58) gefördert. Ferner danken wir dem Fonds der Chemischen Industrie für die finanzielle Unterstützung.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1149–1152

Structure of *cis*-Dichlorobis(perhydro-6-methylallyl-2-phenyl-1,3,6,2-dioxazaphosphocine)palladium(II)

BY SÉNAMÉ AGBOSSOU, MICHEL C. BONNET,* FRANÇOISE DAHAN AND IGOR TKATCHENKO

Laboratoire de Chimie de Coordination du CNRS, Unité n° 8241 liée par convention à l'Université Paul Sabatier, 205 Route de Narbonne, 31077 Toulouse CEDEX, France

(Received 2 October 1988; accepted 12 January 1989)

Abstract. [PdCl₂(C₁₄H₂₀NO₂P)₂], *M_r* = 707.9, monoclinic, *C*2/*c*, *a* = 25.516 (3), *b* = 8.260 (1), *c* = 17.151 (2) Å, β = 113.70 (1)°, *V* = 3309.9 (9) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.420 Mg m⁻³, λ(Mo Kα) = 0.71073 Å, μ = 0.84 mm⁻¹, *F*(000) = 1456, *T* = 293 K. Full-matrix least-squares refinement based on 2994 observed reflections led to *R* and *wR* values of 0.018 and 0.022 respectively. The molecular structure of the title

compound proves, in accordance with the analytical and spectroscopic measurements, the *cis* arrangement of the two P,N ligands.

Introduction. The first synthesis of a transition-metal complex with the cyclic aminophosphonite (2a) derived from the bicyclic phosphorane (1a) by opening of the P–N bond was described ten years ago (scheme) and the structure of its carbonylchlororhodium complex determined by an X-ray diffraction study (Bondoux,

* To whom correspondence should be addressed.

Literatur

- ELBASYOUNY, A. (1983). Dissertation, Hamburg, Bundesrepublik Deutschland.
- ELBASYOUNY, A., BECHTHOLD, H.-CH., KNÖCHEL, A. & VOLLMER, H. J. (1985). *Zum gegenwärtigen Stand der Urananreicherung durch chemischen Austausch*. Abschlußbericht zum Fördervorhaben 600 001/1 des Bundesmin. f. Forschung u. Technologie, Hamburg, Bundesrepublik Deutschland.
- BECHTHOLD, H.-CH., BLOCK, D., KNÖCHEL, A. & DREISSIG, W. (1988). *Polyhedron*. Eingesandt.
- BOMBIERI, G., DE PAOLI, G., CASSOL, A. & IMMIRZI, A. (1976). *Inorg. Chim. Acta*, **18**, L23–L24.
- COLQUHOUN, H. M., STODDART, J. F. & WILLIAMS, D. J. (1986). *Angew. Chem.* **98**, 483–503.
- DAVENPORT, G. & STEWART, J. M. (1984). *ABSORB: The XTAL System of Crystallographic Programs. User's Manual*, 3. Aufl. Univ. of Maryland, College Park, Maryland, VStA.
- ELLER, P. G. & PENNEMAN, R. A. (1976). *Inorg. Chem.* **15**, 2439–2442.
- GUTBERLET, TH., DREISSIG, W., LUGER, P., BECHTHOLD, H.-CH., BLOCK, D. & KNÖCHEL, A. (1986). *Z. Kristallogr.* **174**, 69–70.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Bd. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Gegenwärtig Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1970). *ORTEP*. Ber. ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.
- KELLER, E. (1980). *Chem. Unserer Zeit*, **14**, 56–60.
- KLIMES, J., KNÖCHEL, A. & RUDOLPH, G. (1977). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **13**, 45–52.
- MING, W. & PEI-JU, Z. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 873–875.
- NAVAZA, A., VILLAIN, F. & CHARPIN, P. (1984). *Polyhedron*, **3**, 143–149.
- STEWART, J. M. & HALL, S. R. (1984). *The XTAL System of Crystallographic Programs. User's Manual*, 3. Aufl. Univ. of Maryland, College Park, Maryland, VStA.