

We thank Mrs Cynthia E. Lesh de S. for technical assistance.

## References

ALTONA, C., GEISE, H. J. & ROMERS, C. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 13–32.

*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, p. 71. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)

MATA, R., ROJAS, A., SORIANO, M., VILLENA, R., BYE, R. & LINARES, E. (1990). *Heterocycles*. Submitted.

Molecular Structure Corporation (1988). *TEXSAN. Structure Analysis Package*. Version 2.1. MSC, 3200A Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1968–1969

## Chloracetimin–Tetraphenylphosphoniumchlorid (1/1)

VON KARIN RUHLANDT-SENGE UND ULRICH MÜLLER

Fachbereich Chemie der Universität Marburg, Hans-Meerwein-Strasse, D-3550 Marburg, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 15. März 1990; angenommen am 18. April 1990)

**Abstract.** 1-Chloroacetimine–tetraphenylphosphonium chloride (1/1),  $C_2H_4ClN \cdot C_{24}H_{20}P^+ \cdot Cl^-$ ,  $M_r = 452.4$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 10.439$  (2),  $b = 10.574$  (2),  $c = 11.583$  (2) Å,  $\alpha = 74.81$  (2),  $\beta = 82.38$  (1),  $\gamma = 70.72$  (2)°,  $V = 1163.3$  (3) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.29$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 3.16$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 472$ ,  $T = 292$  K,  $R = 0.051$  for 3578 unique observed reflexions.  $P(C_6H_5)_4^+$  ions are arranged in zigzag chains along [001] and form layers parallel to (100).  $Cl^-$  ions and chloroacetimine molecules are situated between the layers,  $Cl^- \cdots H-N$  bridges being only weak.

**Experimentelles.** Die Verbindung entstand unbeabsichtigt in geringer Menge beim (vergeblichen) Versuch,  $IrCl_3$  mit  $S(SiMe_3)_2$  in einem Gemisch aus  $CH_2Cl_2$  und  $CH_3CN$  zur Reaktion zu bringen. Einer Suspension von 0,67 g  $IrCl_3$  in  $CH_2Cl_2/CH_3CN$  (1/1) wurden zuerst 22,52 g  $PPh_4Cl$ , dann 0,47 ml  $S(SiMe_3)_2$  zugegeben. Das Gemisch wurde eine Woche lang mit Ultraschall behandelt. Nach Abfiltrieren des unverändert erscheinenden  $IrCl_3$  und Einengen der Lösung wurden bei 278 K Kristalle der Titelverbindung erhalten. Elementaranalyse: Cl 69,42 (berechnet 69,10), H 5,90 (5,35), N 2,89% (3,10%). Im IR-Spektrum findet sich  $\nu NH$  bei 3236 cm<sup>-1</sup> und  $\nu C=N$  bei 1651 cm<sup>-1</sup>; nach diesem Wert ist die NH-Gruppe allenfalls an schwachen Wasserstoffbrücken beteiligt.

Kristallgröße 0,19 × 0,31 × 0,38 mm; Vierkreisdiffraktometer Enraf–Nonius CAD-4,  $\omega$ -scan,  $\Delta\omega = 1,2^\circ + 0,35^\circ \tan\theta$ . Gitterparameter aus 23 Reflexen,  $11 < \theta < 23^\circ$ .  $\sin\theta_{max}/\lambda = 0,595$  Å<sup>-1</sup>,  $-11 \leq h \leq 11$ ,  $-11 \leq k \leq 11$ ,  $0 \leq l \leq 13$ . Kontrollreflexe 302 und 442 zeigten Intensitätsschwankungen < 2%. 4239

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor (Å<sup>2</sup>) (Hamilton, 1959)

	x	y	z	$U_{eq}$
Cl(1)	0,6425 (1)	0,6461 (1)	0,06337 (8)	0,0557 (4)
Cl(2)	0,4585 (1)	0,3917 (1)	0,3877 (1)	0,0747 (4)
N	0,4884 (3)	0,3997 (3)	0,1544 (3)	0,057 (1)
C(1)	0,4438 (3)	0,3483 (4)	0,2617 (3)	0,049 (1)
C(2)	0,3728 (4)	0,2440 (4)	0,2642 (4)	0,074 (2)
P(1)	0,96836 (8)	0,13730 (8)	0,20960 (7)	0,0302 (3)
C(11)	0,8260 (3)	0,3697 (3)	0,2893 (3)	0,039 (1)
C(12)	0,7943 (3)	0,4550 (3)	0,3680 (3)	0,045 (1)
C(13)	0,8787 (4)	0,4283 (4)	0,4584 (3)	0,051 (1)
C(14)	0,9968 (4)	0,3183 (4)	0,4710 (3)	0,052 (1)
C(15)	1,0289 (3)	0,2304 (3)	0,3937 (3)	0,040 (1)
C(16)	0,9431 (3)	0,2555 (3)	0,3031 (3)	0,030 (1)
C(21)	1,0126 (3)	0,3189 (3)	0,0006 (3)	0,044 (1)
C(22)	0,9832 (4)	0,3974 (3)	-0,1132 (3)	0,055 (1)
C(23)	0,8739 (5)	0,3966 (4)	-0,1688 (3)	0,064 (2)
C(24)	0,7917 (4)	0,3182 (4)	-0,1099 (3)	0,057 (2)
C(25)	0,8208 (3)	0,2372 (3)	0,0034 (3)	0,043 (1)
C(26)	0,9325 (3)	0,2346 (3)	0,0598 (3)	0,033 (1)
C(31)	0,7625 (3)	0,0644 (3)	0,3609 (3)	0,040 (1)
C(32)	0,6773 (3)	-0,0171 (4)	0,4058 (3)	0,050 (1)
C(33)	0,6816 (3)	-0,1211 (4)	0,3532 (3)	0,052 (1)
C(34)	0,7686 (4)	-0,1462 (3)	0,2555 (3)	0,052 (1)
C(35)	0,8566 (3)	-0,0681 (3)	0,2119 (3)	0,044 (1)
C(36)	0,8525 (3)	0,0385 (3)	0,2649 (3)	0,031 (1)
C(41)	1,1656 (3)	-0,0869 (3)	0,3246 (3)	0,043 (1)
C(42)	1,2934 (4)	-0,1812 (3)	0,3394 (3)	0,051 (1)
C(43)	1,3932 (3)	-0,1745 (4)	0,2515 (4)	0,056 (2)
C(44)	1,3682 (3)	-0,0707 (4)	0,1477 (4)	0,060 (2)
C(45)	1,2399 (3)	0,0267 (3)	0,1322 (3)	0,047 (1)
C(46)	1,1378 (3)	0,0182 (3)	0,2208 (3)	0,032 (1)

Tabelle 2. Interatomare Abstände (Å) und Winkel (°)

C(1)–N	1,309 (5)	P–C(16)	1,796 (3)
C(1)–C(2)	1,511 (6)	P–C(26)	1,786 (3)
C(1)–Cl(2)	1,679 (4)	P–C(36)	1,800 (3)
N–H(1)	0,72 (3)	P–C(46)	1,798 (3)
N $\cdots$ Cl(1)	3,371 (4)	C–C	1,373–1,405 (5)
Cl(1) $\cdots$ H(1)	2,66 (3)		
C(2)–C(1)–N	113,7 (3)	C(16)–P–C(26)	108,3 (2)
C(2)–C(1)–Cl(2)	121,0 (3)	C(16)–P–C(36)	107,8 (1)
Cl(2)–C(1)–N	125,3 (3)	C(16)–P–C(46)	110,5 (2)
		C(26)–P–C(36)	110,4 (2)
C–C–C	118,7–121,5 (4)	C(26)–P–C(46)	112,6 (2)
		C(36)–P–C(46)	107,2 (1)

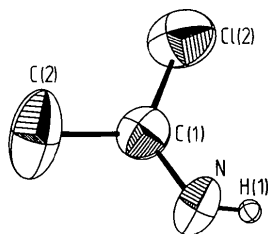


Fig. 1. Das Chloracetimin-Molekül mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit).

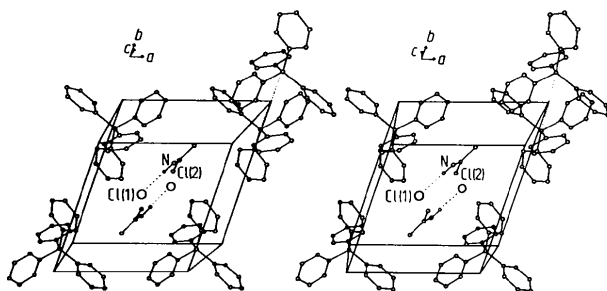


Fig. 2. Stereoskopische Ansicht der Elementarzelle. Punktiert: zwei über ein Inversionszentrum einander gegenüberstehende PPh<sub>4</sub><sup>+</sup>-Ionen aus einer Zickzacklinie, die längs [001] verläuft.

Reflexe gemessen, davon 3852 unabhängig,  $R_{\text{int}} = 0,006$ , 274 mit  $F < 3\sigma(F)$  als unbeobachtet gewertet. 'Empirische' Absorptionskorrektur nach  $\psi$ -scans, relative Transmissionsfaktoren 0,96 bis 1,00. Strukturbestimmung durch 'direkte Methode'. Verfeinerung durch Minimieren von  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ . Phenyl- und Methyl-H-Atome aus modellmäßig berechneten Positionen angenommen, Imin-H-Atom aus Differenz-Fourier Synthese. Alle H-Atomlagen verfeinert mit individuellen isotropen Temperaturfaktoren, dabei Methylgruppe als starre Gruppe angenommen.  $\Delta/\sigma_{\text{max}} < 0,03$ , Rest-

elektronendichte  $-0,4 < \Delta\rho < 0,6 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ . Keine Extinktionskorrektur. Atomformfaktoren: Cromer & Mann (1968).  $f'$ ,  $f''$ : Cromer & Liberman (1970). Rechenprogramme: Sheldrick (1976, 1986), Johnson (1965).  $R = 0,051$ ,  $wR = 0,048$ . Die Atomparameter sind in Tabelle 1, die wichtigsten Atomabstände und -winkel in Tabelle 2 aufgeführt.\* Fig. 1 zeigt das Chloracetimin-Molekül mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung und Fig. 2 eine stereoskopische Ansicht der Elementarzelle.

**Verwandte Literatur.** CH<sub>3</sub>CCINH<sub>2</sub><sup>+</sup>.Cl<sup>-</sup>: Williams, Peterson & Brown (1968). Ähnliche Packung der PPh<sub>4</sub><sup>+</sup>-Ionen zu Zickzacklinien im  $\beta$ -(AsPh<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-[UCl<sub>6</sub>].2CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>: Müller, Klingelhöfer, Eicher & Bohrer (1984) und Conradi, Bohrer & Müller (1987).

\* Die H-Atomkoordinaten, die Parameter für den anisotropen Temperaturfaktor und die Liste der beobachteten und berechneten Strukturformfaktoren sind beim British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53014: 16 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

#### Literatur

- CONRADI, E., BOHRER, R. & MÜLLER, U. (1987). *Z. Kristallogr.* **181**, 187-198.  
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891-1897.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321-324.  
 HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609-610.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.  
 MÜLLER, U., KLINGELHÖFER, P., EICHER, J. & BOHRER, R. (1984). *Z. Kristallogr.* **168**, 121-131.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programm für die Kristallstrukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.  
 SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*, Program für die Kristallstrukturlösung. Univ. Göttingen, Bundesrepublik Deutschland.  
 WILLIAMS, J. M., PETERSON, S. W. & BROWN, G. M. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 2577-2581.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1969-1971

## 4',5-Dihydroxy-7-methoxyflavanone

BY M. SHOJA

Chemistry Department, Fordham University, Bronx, NY 10458, USA

(Received 30 October 1989; accepted 10 April 1990)

**Abstract.** 5-Hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-methoxy-4-chromanone, C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>,  $M_r = 286,28$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 13,172(1)$ ,  $b = 5,660(1)$ ,  $c = 18,101(2)$  Å,  $\beta = 97,28(2)^\circ$ ,  $V = 1338,6(4)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,

$D_x = 1,421 \text{ g cm}^{-3}$ , Cu  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 1,5418$  Å,  $\mu = 9,0 \text{ cm}^{-1}$ ,  $F(000) = 600$ ,  $T = 293 \text{ K}$ . Final  $R = 0,045$  for 1422 observed reflections. The hydroxy group at C(5) forms an intramolecular hydrogen