

solve structure: *SHELXTL/PC* (Sheldrick, 1990). Program(s) used to refine structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Molecular graphics: *SHELXTL/PC*. Software used to prepare material for publication: *SHELXL93* and local programs.

We thank EPSRC for financial support, NATO and the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada for a postdoctoral award (MASA), and the Chinese Academy of Sciences for a Fellowship (Q-TL).

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: MU1139). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

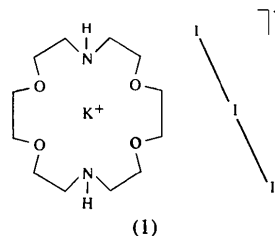
## References

- Beattie, J. K., Best, S. P., Skelton, B. W. & White, A. H. (1981). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2105–2111.
- Bernhard, P., Bürgi, H.-B., Hauser, J., Lehmann, H. & Ludi, A. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 3936–3941.
- Clegg, W. (1981). *Acta Cryst.* **A37**, 22–28.
- Cotton, F. A., Fair, C. K., Lewis, G. E., Mott, G. N., Ross, F. K., Schultz, A. J. & Williams, J. M. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 5319–5323.
- Cotton, F. A. & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*, 5th ed., p. 1388. New York: Wiley.
- Couldwell, C., Prout, K., Robey, D., Taylor, R. & Rossotti, F. J. C. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1491–1499.
- Hargreaves, A. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 191–195.
- Sheldrick, G. M. (1990). *SHELXTL/PC User's Manual*. Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. of Göttingen, Germany.
- Stoe & Cie (1988). *DIF4. Diffractometer Control Program*. Version 7.04. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.
- Syngusch, J. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 662–665.

I<sub>2</sub> to one formula unit of [K(diaza-18-crown-6)]I. The structure can be described as the packing of linear centrosymmetric triiodide anions, I<sub>3</sub><sup>-</sup>, with I—I = 2.9131(8) Å, and centrosymmetric complex cations, [K(diaza-18-crown-6)]<sup>+</sup>.

## Kommentar

Komplexe Kationen sind geeignet, den Einfluß von Form, Größe, und Ladung des Kations auf Polyiodidionen und -verbände zu untersuchen, da sich diese Merkmale durch die Wahl der Zentralatome und Liganden in kleinen Schritten verändern lassen (Tebbe, 1977). Einen besonderen Einfluß auf das Iodgerüst haben koordinativ ungesättigte Komplexe, da diese eine strukturelle Auftrennung in zusätzlich koordinativ gebundene Iodidionen und vernetzende Iodmoleküle erzeugen können (Tebbe & Plewa, 1982). Alkalicryptate erscheinen als große niedriggeladene und weitgehend abgeschirmte Kationen zum Einbau von Polyhalogenidionen in stabilen Festkörpern besonders geeignet, wie wir durch die erstmalige Darstellung eines Dodecaoids [K(2,2,2-Crypt)]<sub>2</sub>I<sub>12</sub> bereits zeigen konnten (Tebbe & Kavoosian, 1993). Man darf nun erwarten, daß insbesondere die großen Alkalimetallionen in Komplexen mit kleineren Kronenethern einen schwachen koordinativen Einfluß auf die Polyiodidverbände behalten. Um diese Vermutung zu überprüfen, haben wir die bisher unbekannt Verbindung [K(2,2-Crypt)]I<sub>3</sub> dargestellt und strukturell untersucht. Der Ligand 2,2-Crypt wird auch als Diaza-18-Krone-6 oder 1,4,10,13-Tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecan bezeichnet.



*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 562–565

## Kalium-2,2-Crypt-triiodid†

KARL-FRIEDRICH TEBBE UND ARISTA KAVOOSIAN

*Institut für Anorganische Chemie, Universität zu Köln,  
Greinstraße 6, D-50939 Köln, Deutschland*

(Eingegangen am 6. Juni 1994; angenommen am 1. September 1994)

### Abstract

The title compound, (1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane)potassium triiodide, [K(C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]I<sub>3</sub>, has been prepared in ethanol in the presence of dichloromethane by the addition of one molecule of

† Untersuchungen an Polyhalogeniden. 14. Teil 13: Tebbe & Nafepour (1994).

Die salzartige Kristallstruktur enthält das komplexe Kation [K(2,2-Crypt)]<sup>+</sup> und das Triiodid-Anion I<sub>3</sub><sup>-</sup> jeweils auf Lagen der Symmetrie *i*. Der Ligand und das komplexe Kation zeigen im Vergleich mit anderen strukturell untersuchten Verbindungen wie 2,2-Crypt (Herceg & Weiss, 1972), 2,2-Crypt.4CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S (Weber, 1982), 2,2-Crypt.C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (Watson, Nagl & Kashyap, 1991) und [K(2,2-Crypt)].SCN (Moras, Metz, Herceg & Weiss, 1972) keine Besonderheiten. Die hier vorliegenden mittleren geometrischen Größen  $d(\text{N—C}) = 1,413(7)$ ,  $d(\text{C—C}) = 1,481(9)$  und  $d(\text{C—O}) = 1,432(8)$  Å,  $\varphi(\text{C—N—C}) = 113,8(5)$ ,  $\varphi(\text{C—C—N}) = 109,7(5)$ ,  $\varphi(\text{C—O—C}) = 113,0(6)$  und  $\varphi(\text{O—C—C}) = 110,5(5)^\circ$ ,  $\tau(\text{C—C—O—C}) = -177,1(6)$ ,  $\tau(\text{O—C—C—O}) = 65,0(6)$ ,  $\tau(\text{N—C—C—O}) = -64,8(6)$

und  $\tau(\text{C—C—N—C}) = 177,2(6)^\circ$  entsprechen weitgehend den erwarteten Werten (Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor, 1987) und stimmen auch weitgehend mit den gemittelten Werten  $d(\text{N—C}) = 1,461(12)$ ,  $d(\text{C—C}) = 1,486(13)$  und  $d(\text{C—O}) = 1,413(10)$  Å,  $\varphi(\text{C—N—C}) = 112,5(11)$ ,  $\varphi(\text{C—C—N}) = 111,6(5)$ ,  $\varphi(\text{C—O—C}) = 112,7(8)$  und  $\varphi(\text{O—C—C}) = 109,8(10)^\circ$ ,  $\tau(\text{C—C—O—C}) = -174,9(8)$ ,  $\tau(\text{O—C—C—O}) = 64,9(16)$ ,  $\tau(\text{N—C—C—O}) = -63,2(14)$  und  $\tau(\text{C—C—N—C}) = 175,8(8)^\circ$  der bisher strukturell charakterisierten Verbindungen des 2,2-Crypt überein (14 Eintragungen in CSD; Allen, Kennard & Taylor, 1983).

Die Koordination des Kaliumions durch den Liganden 2,2-Crypt ist trigonal antiprismatisch. Die an  $\text{K}^+$  gebundenen Atome O und N liegen im Wechsel um  $\pm 0,299(2)$  Å oberhalb und unterhalb der durch das

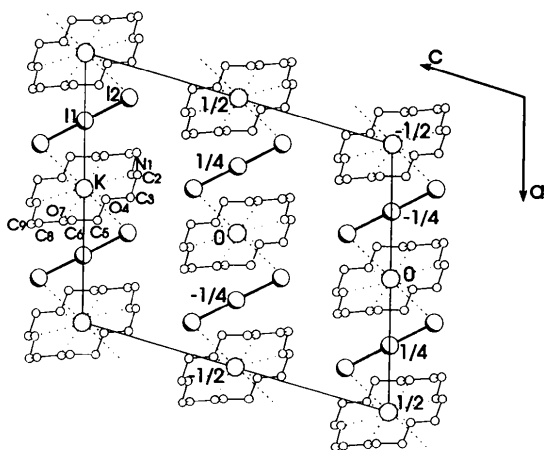


Fig. 1. Projektion der Kristallstruktur nach [010] mit dem Bezeichnungsschema für die Atome und der Höhe der zentralen Atome über der Projektionsebene.

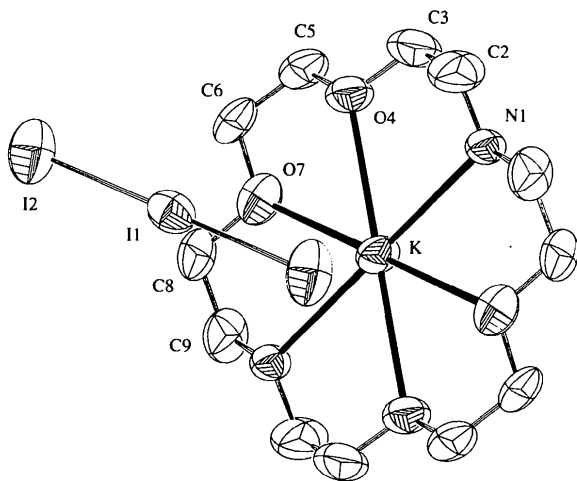


Fig. 2. Molekülstruktur von (I). Wahrscheinlichkeitsniveau der Elipsoidenzeichnungen 50%.

Kaliumatom besetzten ausgleichenden Ebene. Zusätzlich werden zwei gegenüberliegende Dreiecksflächen durch die Endatome der Triiodidgruppen mit den Abständen  $d(\text{I—K}) = 3,8633(7)$  Å schief überdacht, wobei das die Koordination des Kaliumions ergänzende Iodatom über der Verbindungslinie zwischen K und N liegt. Dadurch entstehen Zickzack-Ketten  $[\text{K}^+ \cdots \text{I}_3^-]$ , die sich nach [001] wechselnd längs  $[\bar{1}10]$  und  $[110]$  durch die Kristallstruktur ziehen. Trotz dieser Verkettung bleibt das Triiodidion  $\text{I}_3^-$  gestreckt symmetrisch mit einem der Erwartung entsprechenden Abstand  $d(\text{I—I}) = 2,9131(8)$  Å (Tebbe & Lindenthal, 1993). Die Kristallstruktur (Fig. 1) gliedert sich in dicke kationische und schwach gewellte anionische Schichten, die parallel (101) im Wechsel aufeinander folgen.

Die Kationen reihen sich parallel zueinander entlang [010] auf. Durch ihre symmetriebedingte Verkipfung in den um  $(00\frac{1}{2})$  verschobenen Reihen liegt eine effektive Molekülpackung innerhalb der kationischen Schichten vor (Kitaigorodskii, 1979). Ähnliches gilt für die symmetrieerzeugten Triiodidionen, die ebenfalls parallel in auf Lücke gepackten Bändern angeordnet sind, ohne daß bemerkenswerte interionische Kontakte innerhalb oder zwischen den Schichten geknüpft werden. Diese beginnen bei  $d(\text{I} \cdots \text{I}) = 4,530(2)$ ,  $d(\text{I} \cdots \text{N}) = 4,555(4)$ ,  $d(\text{I} \cdots \text{H}) = 3,214(8)$  und  $d(\text{H} \cdots \text{H}) = 2,307(8)$  Å. Die thermischen Parameter der Atome erscheinen normal. Insbesondere bleiben die Auslenkungsparameter des komplexen Kations mit dem Schwingungsmodell eines starren Körpers verträglich (Trueblood, 1978) und weisen hier nicht auf Reste einer für Kronenether und ihre Komplexe häufig typischen Fehlordnung hin (Böttcher & Buchkremer-Hermanns, 1987).

## Experimentelles

Zur Darstellung werden zunächst 2,2-Crypt (0,66 g oder 2,5 mmol) und KI (0,39 g oder 2,5 mmol) ohne Schutzgas mit 5 ml siedendem Ethanol unter schwachem Rückfluß solange verrührt, bis eine klare Lösung entsteht. Nach dem Abkühlen auf RT fällt  $[\text{K}(2,2\text{-Crypt})]\text{I}$  innerhalb eines Tages in farblosen, bei 484 K schmelzenden Kristallen aus. Die bisher nicht beschriebene Verbindung  $[\text{K}(2,2\text{-Crypt})]\text{I}_3$  kristallisiert bei Raumtemperatur durch Eindunsten der Lösung eines äquimolaren Gemisches aus  $\text{I}_2$  (0,06 g oder 0,23 mmol) und  $[\text{K}(2,2\text{-Crypt})]\text{I}$  (0,10 g oder 0,23 mmol) in Ethanol und Dichlormethan (je 10 ml). Innerhalb von vier Wochen fallen die Kristalle als hell- oder dunkelbraune dichroitische Prismen aus, deren Schmelzpunkt 410 K beträgt. Die Verbindung ist an der freien Luft stabil. Sie löst sich in Aceton, Methanol und Ethanol und läßt sich aus diesen Lösungsmitteln unzersetzt umkristallisieren. Die Elementaranalyse bestätigt im Rahmen der Meßgenauigkeit die angenommene Formel  $[\text{K}: 5,70(2)$  (AAS),  $\text{N}: 4,03(5)$ ,  $\text{C}: 21,07(5)$ ,  $\text{H}: 3,74(7)$  (CHN-Analyse),  $\text{O}: 9,46(8)$  (als Differenz),  $\text{I}: 56,0(10)\%$  (Fällungstitration nach Reduktion mit Zn); theor. Werte:  $\text{K}: 5,732$ ,  $\text{N}: 4,107$ ,  $\text{C}: 21,132$ ,  $\text{H}: 3,842$ ,  $\text{O}: 9,383$ ,  $\text{I}: 55,820\%$ ]. Die Pulveraufnahme der reinen Substanz läßt sich widerspruchsfrei indizieren und stimmt mit dem aus den Strukturdaten berechneten Diagramm

überein (Yvon, Jeitschko & Parthé, 1977). Die Zellbesetzung ist über Volumeninkremente abschätzbar (Biltz, 1934). Der Meßkristall wurde mit Kanadabalsam in einer Glaskapillare festgeklebt.

#### Kristalldaten

[K(C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]I<sub>3</sub>

$M_r = 682,16$

Monoklin

$C2/c$

$a = 15,121 (2) \text{ \AA}$

$b = 8,475 (2) \text{ \AA}$

$c = 18,357 (2) \text{ \AA}$

$\beta = 105,60 (2)^\circ$

$V = 2265,8 (7) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 2,00 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo  $K\alpha$  Strahlung

$\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$

Gitterparameter aus 24

Reflexen

$\theta = 10,63\text{--}22,30^\circ$

$\mu = 4,336 \text{ mm}^{-1}$

$T = 293 (2) \text{ K}$

Schiefes Prisma

$0,10 \times 0,08 \times 0,06 \text{ mm}$

Braun

#### Datensammlung

Enraf-Nonius CAD-4

Diffraktometer

$\omega/\theta$  Abtastung

Absorptionskorrektur:

empirisch (North, Phillips & Mathews, 1968)

$T_{\min} = 0,847$ ,  $T_{\max} = 1,000$

6031 gemessene Reflexe

1987 unabhängige Reflexe

1726 beobachtete Reflexe

$[F_o > 4\sigma(F_o)]$

$R_{\text{int}} = 0,0234$

$\theta_{\max} = 25^\circ$

$h = -17 \rightarrow 16$

$k = -4 \rightarrow 10$

$l = -21 \rightarrow 21$

3 Kontrollreflexe

Häufigkeit: 120 min

Intensitätsabfall:  $-12,7\%$

#### Verfeinerung

Verfeinerung auf  $F^2$

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,0332$

$wR(F^2) = 0,1003$

$S = 1,534$

1987 Reflexe

105 Parameter

Nur H-Atom-Verschiebungsparameter verfeinert

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2)$

$+ (0,0507P)^2]$

mit  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,0005$

$\Delta\rho_{\max} = 0,581 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -0,746 \text{ e \AA}^{-3}$

Extinktionskorrektur:

SHELXL93 (Sheldrick, 1993)

Extinktionskoeffizient:

$0,00019 (13)$

Atomformfaktoren aus

*International Tables for*

*Crystallography* (1992,

Bd. C, Tabellen 4.2.6.8

und 6.1.1.4)

Tabelle 1. Atomkoordinaten und isotrope äquivalente Verschiebungsparameter ( $\text{\AA}^2$ )

$$U_{\text{äq}} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
I1	3/4	1/4	1/2	0,0599 (2)
I2	0,88174 (3)	0,32356 (7)	0,64366 (2)	0,0920 (2)
K	1/2	0	0	0,0595 (4)
N1	0,4832 (3)	-0,2890 (5)	0,0717 (2)	0,0505 (9)
C2	0,3965 (5)	-0,3621 (9)	0,0451 (4)	0,110 (3)
C3	0,3692 (6)	-0,3603 (8)	-0,0378 (4)	0,106 (3)
O4	0,3559 (2)	-0,2050 (5)	-0,0653 (2)	0,0669 (9)
C5	0,3213 (4)	-0,1990 (8)	-0,1458 (3)	0,0703 (14)
C6	0,3092 (3)	-0,0306 (7)	-0,1708 (2)	0,0650 (14)
O7	0,3974 (2)	0,0494 (5)	-0,1545 (2)	0,0738 (11)
C8	0,3906 (3)	0,2142 (7)	-0,1740 (2)	0,0624 (14)
C9	0,4821 (4)	0,2914 (8)	-0,1513 (3)	0,074 (2)

Die Lösung des Phasenproblems mit Hilfe der Direkten Methoden und die Verfeinerung der Struktur wurden zuerst für die primitive Aufstellung in der Untergruppe  $P\bar{1}$  versucht.

Die Lagen der Schweratome wurden später nach Transformation in die C-zentrierte Aufstellung für die monokline Raumgruppe  $C2/c$  übernommen. Nach Festlegung der Kalium- und Iodlagen konnten den Differenzelektronendichten die Lagen der Sauerstoff-, Stickstoff- und Kohlenstoffatome entnommen werden. Die Wasserstofflagen wurden für starre Methylengruppen berechnet.

Datensammlung: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1977) Gitterverfeinerung: *CAD-4 Software*. Datenreduktion: *SDP-Plus* (Frenz, 1978). Lösung der Struktur mit Programm: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Verfeinerung der Struktur mit Programm: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Zeichenprogramm: *SCHAKAL88* (Keller, 1988), *PLATON* (Spek, 1990). Programme zur Berechnung der geometrischen Daten und zur Erstellung der Tabellen: *ORFFE4* (Busing, Martin, Levy, Brown, Johnson & Thiessen, 1977), *PARST* (Nardelli, 1983) und *KRISTALL-ST* (Tebbe, 1992).

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Förderung dieser Arbeit, der Redaktion der *Acta Crystallographica* für den Hinweis auf einen Symmetriefehler in der ursprünglichen Strukturbestimmung.

Die Listen der Strukturparameter, anisotropen Verschiebungsparameter, H-Atom-Koordinaten und vollständigen geometrischen Daten sind bei der IUCr (Aktenzeichen: SE1068) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

#### Literatur

- Allen, F. H., Kennard, O. & Taylor, R. (1983). *Acc. Chem. Res.* **16**, 146–153.
- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, S1–S19.
- Biltz, W. (1934). *Raumchemie der festen Stoffe*. Leipzig: Leopold Voss.
- Böttcher, P. & Buchkremer-Hermanns, H. (1987). *Z. Naturforsch. Teil B*, **42**, 272–278.
- Busing, W. R., Martin, K. O., Levy, H. A., Brown, G. M., Johnson, C. K. & Thiessen, W. E. (1977). *ORFFE4*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.
- Enraf-Nonius (1977). *CAD-4 Software*. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
- Frenz, B. A. (1978). *Enraf-Nonius SDP-Plus Structure Determination Package*. Version 1,1B. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
- Herceg, M. & Weiss, R. (1972). *Bull. Soc. Chim. Fr.* S. 549–551.
- Keller, E. (1988). *SCHAKAL88. Fortran Program for the Graphic Representation of Molecular and Crystallographic Models*. Univ. Freiburg, Deutschland.
- Kitaigorodskii, A. I. (1979). *Molekülkristalle*. Leipzig: Akademie-Verlag.
- Moras, D., Metz, B., Herceg, M. & Weiss, R. (1972). *Bull. Soc. Chim. Fr.* S. 551–555.
- Nardelli, M. (1983). *Comput. Chem.* **7**, 95–98.
- North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Univ. Göttingen, Deutschland.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. Göttingen, Deutschland.
- Spek, A. L. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, C-34.
- Tebbe, K.-F. (1977). *Homoatomic Rings, Chains and Macromolecules of Main-Group Elements*, herausgegeben von A. L. Rheingold, S. 551–606. Amsterdam: Elsevier.

- Tebbe, K.-F. (1992). *KRISTALL-ST. Ein Programmsystem zur Erstellung von Eingabefiles, Tabellen und Pulverdiagrammen*. Univ. Köln, Deutschland. Unveröffentlicht.
- Tebbe, K.-F. & Plewa, M. (1982). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **489**, 111–125.
- Tebbe, K.-F. & Kavosian, A. (1993). *Z. Naturforsch. Teil B*, **48**, 438–442.
- Tebbe, K.-F. & Lindenthal, W. (1993). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **619**, 1483–1487.
- Tebbe, K.-F. & Nafepour, S. (1994). *Acta Cryst.* **C50**, 171–173.
- Trueblood, K. N. (1978). *Acta Cryst.* **A34**, 950–954.
- Watson, W. H., Nagl, A. & Kashyap, R. P. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 800–803.
- Weber, G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2712–2715.
- Yvon, K., Jeitschko, W. & Parthé, E. (1977). *J. Appl. Cryst.* **10**, 73–74.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 565–567

## Zirconocene Dichloride

JOYCE Y. COREY, XIAO-HONG ZHU, LEE BRAMMER AND NIGAM P. RATH

Department of Chemistry, University of Missouri – St Louis, St Louis, MO 63121, USA

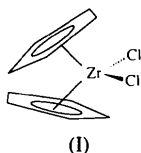
(Received 4 February 1994; accepted 11 October 1994)

### Abstract

The  $\alpha$  form of dichlorobis( $\eta^5$ -cyclopentadienyl)zircononium,  $[\text{ZrCl}_2(\text{C}_5\text{H}_5)_2]$ , crystallizes in space group  $P\bar{1}$  and is isomorphous with  $\alpha\text{-Cp}_2\text{TiCl}_2$  and  $\alpha\text{-Cp}_2\text{HfCl}_2$ . The two Cl ligands and the centroids of the Cp rings adopt an irregular tetrahedral arrangement about the Zr center. The angle between the Cl–Zr–Cl plane and the  $\text{Cp}_{\text{centroid}}\text{-Zr-Cp}_{\text{centroid}}$  plane is  $89.4^\circ$  for molecule (1) and  $89.7^\circ$  for molecule (2) of the asymmetric unit. The average bond distances are C–C = 1.384 (5) and Zr–Cl = 2.447 (3) Å in molecule (1), and C–C = 1.359 (7) and Zr–Cl = 2.447 (1) Å in molecule (2).

### Comment

A commercial sample of the title compound, (I), was recrystallized from chloroform over a two month period at 278 K to provide the  $\alpha$  crystalline form. A  $\beta$  form of zirconocene dichloride (space group  $P2_1/a$ ,  $Z = 8$ ) has been obtained by recrystallization from tetrahydrofuran and the structural parameters have been described briefly (Soloveichik, Arkhireeva, Bel'skii & Bulychev, 1988).



The structure determination of the  $\alpha$  form, which was first reported in 1974 (Prout, Cameron, Forder, Critchley, Denton & Rees, 1974), indicated that the atoms of the cyclopentadienyl rings exhibited large displacement parameters in the ring planes, consistent with either static or dynamic disorder. This disorder was modeled using rigid bodies with isotropic atomic displacement parameters to describe two orientations of partial occupancy for the rings associated with one molecule and large anisotropic atomic displacement parameters to describe a single-ring orientation for the other independent molecule. The model converged at  $R = 0.095$ . A later attempt to refine the structure of  $\alpha\text{-Cp}_2\text{ZrCl}_2$  was abandoned when the same disorder was observed (Clearfield, Warner, Saldarriaga-Molina, Ropal & Bernal, 1975). In the present redetermination, Mo  $K\alpha$  radiation rather than Cu  $K\alpha$  radiation has been used, thus reducing the effects of absorption considerably. Furthermore, refinement of each of the cyclopentadienyl rings using unconstrained single orientations with anisotropic atomic displacement parameters has led to convergence at  $R = 0.032$  and  $S = 1.08$ , and also permitted the direct location and refinement of the cyclopentadienyl H atoms. Large anisotropic displacement parameters of the ring C atoms are again indicative of either static or dynamic disorder. The short mean C–C distances, 1.384 (5) Å in molecule (1) and 1.359 (7) Å in molecule (2) (*cf.* typical C–C distance of 1.397 Å; Orpen, Brammer, Allen, Kennard, Watson & Taylor, 1989), are also consistent with this assertion. The structures of  $\alpha\text{-Cp}_2\text{TiCl}_2$  (recrystallized from  $\text{C}_6\text{H}_6$ ) (Clearfield, Warner, Saldarriaga-Molina, Ropal & Bernal, 1975) and  $\alpha\text{-Cp}_2\text{HfCl}_2$  (recrystallized from  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) (Soloveichik, Arkhireeva, Bel'skii & Bulychev, 1988) are isomorphous with the  $\text{Cp}_2\text{ZrCl}_2$  structure reported here. All three metallocene dihalides exhibit a similar disorder problem in the Cp rings. A comparison of selected parameters for the three metallocene dihalides is given in Table 3.

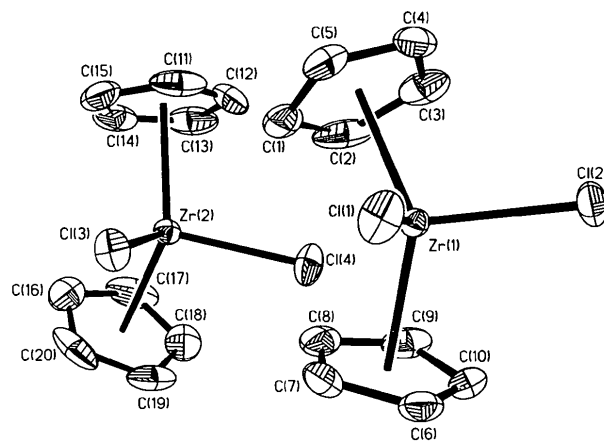


Fig. 1. Displacement ellipsoid drawing (*SHELXTL-Plus*; Sheldrick, 1991) of the title compound. Ellipsoids are scaled to enclose 50% probability and H atoms are omitted for clarity.