

Le ligand neutre bis(*N,N,N',N'*-tétraméthylséléno-phosphoramidoyl)-méthylamine

Khaled Alouani,^a Abderrahmen Guesmi^{b*} et Ahmed Driss^b

^aLaboratoire de Synthèse Organique et Organométallique, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 El Manar II Tunis, Tunisie, et ^bLaboratoire de Matériaux et Cristallographie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 El Manar II Tunis, Tunisie

Correspondence e-mail: abderrahmen.guesmi@ipeim.rnu.tn

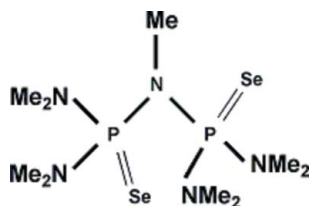
Reçu le 13 avril 2007; accepté le 10 mai 2007

Key indicators: single-crystal X-ray study; $T = 293$ K; mean $\sigma(\text{N}-\text{C}) = 0.012$ Å; R factor = 0.067; wR factor = 0.193; data-to-parameter ratio = 17.5.

The title compound, $\text{C}_9\text{H}_{27}\text{N}_5\text{P}_2\text{Se}_2$, is a member of a class of ligands with properties potentially useful for the extraction and complexation of various metals. In the molecular structure, each P atom is bonded to one Se and three N atoms, with a distorted tetrahedral arrangement around the P atoms. All N atoms are bonded to methyl groups. The terminal Se atoms are in *trans* positions with respect to each other, and their deviations from the mean plane defined by the central P_2NMe core are -1.339 (9) and 1.583 (4) Å.

Littérature associée

Les mêmes ligands avec O et S en place de Se ont été caractérisés respectivement par Bokolo *et al.* (1984) et Alouani *et al.* (2007). Le ligand étudié diffère de l'acide $(\text{SPMe}_2)_2\text{NH}$ et de son complexe au cobalt(II) par la coordinence du phosphore lié dans la structure de l'acide directement aux groupes méthyle (Silvestru *et al.*, 1995). Par ailleurs, la coordinence du phosphore est assurée dans le ligand *N,N'*-diméthyl-*N*-(thio-phosphodiamido)thiophosphotriamide par des groupements NH_2 et un groupement méthylamine (Ziegler & Weiss, 1968). D'autres travaux relatifs à ce groupe de ligands peuvent être cités: Riesel *et al.* (1974); Morley & Charlton (1998); Necas *et al.* (2001); Rudler *et al.* (1997).



Partie expérimentale

Données cristallines

$\text{C}_9\text{H}_{27}\text{N}_5\text{P}_2\text{Se}_2$
 $M_r = 425,22$
 Monoclinique, $P2_1/c$
 $a = 11,525$ (4) Å
 $b = 11,202$ (6) Å
 $c = 12,908$ (6) Å
 $\beta = 95,68$ (4)°
 $V = 1658,3$ (13) Å³
 $Z = 4$
 Mo $K\alpha$ radiation
 $\mu = 4,64$ mm⁻¹
 $T = 293$ (2) K
 $0,20 \times 0,20 \times 0,15$ mm

Collection de données

Diffractionmètre Enraf-Nonius
 CAD-4
 Correction d'absorption: ψ scan
 (North *et al.*, 1968)
 $T_{\min} = 0,381$, $T_{\max} = 0,498$
 3163 réflexions mesurées
 3007 réflexions indépendantes
 1584 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0,050$
 2 réflexions de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité: 3%

Affinement

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,067$
 $wR(F^2) = 0,193$
 $S = 0,99$
 3007 réflexions
 172 paramètres
 Paramètres des atomes H contraints
 $\Delta\rho_{\max} = 1,20$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -0,75$ e Å⁻³

Tableau 1

Géométrie des liaisons hydrogènes (Å, °).

| $D-H \cdots A$ | $D-H$ | $H \cdots A$ | $D \cdots A$ | $D-H \cdots A$ |
|--|-------|--------------|--------------|----------------|
| $\text{C1}-\text{H1} \cdots \text{Se2}^i$ | 0,96 | 2,94 | 3,714 (9) | 138 |
| $\text{C2}-\text{H4} \cdots \text{Se1}^{ii}$ | 0,96 | 2,84 | 3,788 (10) | 170 |

Codes de symétrie: (i) $x, -y + \frac{1}{2}, z - \frac{1}{2}$; (ii) $-x + 1, y - \frac{1}{2}, -z + \frac{1}{2}$.

Collection des données: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992); affinement des paramètres de la maille: *CAD-4 EXPRESS*; réduction des données: *XCAD4* (Harms & Wocadlo, 1995); programme(s) pour la solution de la structure: *SHELXS97* (Sheldrick, 1997); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); graphisme moléculaire: *DIAMOND* (Brandenburg, 1998); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL97*.

Des documents complémentaires et figures concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: BH2099).

Références

- Alouani, K., Raouafi, N. & Guesmi, A. (2007). *J. Struct. Chem.* Sous presse.
 Bokolo, K., Courtois, A., Delpuech, J. J., Elkaim, E., Protas, J., Rinaldi, D., Rodehueser, L. & Rubini, P. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 6333–6338.
 Brandenburg, K. (1998). *DIAMOND* Version 2.0. Université de Bonn, Allemagne.
 Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
 Harms, K. & Wocadlo, S. (1995). *XCAD4*. Université de Marburg, Allemagne.
 Morley, J. O. & Charlton, M. H. (1998). *J. Phys. Chem. A*, **102**, 6871–6876.
 Necas, M. St J., Foreman, M. R., Marek, J., Wollins, J. D. & Novosad, J. (2001). *New J. Chem.* pp. 1256–1263.
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 Riesel, L., Pätzmann, H. H. & Bartich, H.-P. (1974). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **404**, 219–224.
 Rudler, H., Denise, B., Gregorio, J. R. & Vaissermann, J. (1997). *Chem. Commun.* pp. 2299–2300.
 Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXS97* et *SHELXL97*. Université de Göttingen, Allemagne.
 Silvestru, C., Rösler, R., Haiduc, I., Cea-Olivares, R. & Espinosa-Pérez, G. (1995). *Inorg. Chem.* **34**, 3352–3354.
 Ziegler, M. L. & Weiss, J. Z. (1968). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **361**, 136–146.

supplementary materials

Acta Cryst. (2007). E63, o2972 [doi:10.1107/S1600536807022970]

Le ligand neutre bis(*N,N,N',N'*-tétraméthylsélénophosphoramidoyl)méthylamine

K. Alouani, A. Guesmi et A. Driss

Comment

Les composés phosphorylés sont d'excellents agents complexants des ions métalliques et sont fréquemment employés dans les procédés d'extraction liquide-liquide. Bien que de nombreux extractants aient été proposés, la recherche de nouvelles molécules reste à l'ordre du jour, afin d'améliorer les procédés existants. La classe des ligands $[R_2P(=X)NP(=X)R'_2]^-$ ($R, R' = \text{alkyl, aryl}; X = \text{O, S}$) présente un intérêt particulier du fait de leur flexibilité, conduisant à la formation de complexes stables. On peut citer comme exemple le système P(S)NP(S) (Silvestru *et al.*, 1995; Necas *et al.*, 2001). Ces ligands sont aussi utilisés pour l'extraction sélective de certains métaux, même à faible concentration (Morley & Charlton, 1998).

Les diphosphoramides du type $[(R_2N)_2PX]_2NR$ ($R = \text{alkyl}; X = \text{O, S}$) présentent des propriétés complexantes exceptionnelles lors de l'étude de la solvatation des cations mono-, di- et trivalents (Necas *et al.*, 2001). Par contre, leurs homologues sélénophosphorylés, qui présentent un pouvoir catalytique important, sont moins utilisés dans le domaine de la solvatation (Necas *et al.*, 2001; Rudler *et al.*, 1997).

Dans un but comparatif des caractères complexants des sites P=O, P=S et P=Se, nous avons entrepris la synthèse du ligand neutre bis(*N,N,N',N'*-tétraméthylsélénophosphoramidoyl)méthylamine, $C_9H_{27}N_5P_2Se_2$ (SeNIPA), l'homologue sélénié de $C_9H_{27}N_5P_2S_2$ (SNIPA). La structure, confirmée par RMN, est élucidée aussi par DRX dans le but d'avoir des informations détaillées sur la conformation de la molécule à l'état solide.

Les deux ligands neutres au soufre et au sélénium cristallisent dans le même groupe d'espace $P2_1/c$. L'unité asymétrique contient une molécule $C_9H_{27}N_5P_2Se_2$ (Fig. 1). Les deux atomes de phosphore sont coordonnés chacun par un atome de sélénium et trois atomes d'azote; ces derniers, à l'exception de N1, sont liés chacun à deux groupes méthyle.

Les distances P—N1 sont les plus longues parmi les liaisons P—N. Les distances P=Se sont légèrement différentes, la distance P2=Se2 étant la plus longue. En conséquence, en moyenne, les distances P2—N sont plus courtes que les distances P1—N. Les atomes de sélénium sont, comme pour le ligand soufré SNIPA, en position *trans*. Si on définit un plan moyen passant par les quatre atomes P1, P2, N1 et C1, les déviations des atomes Se1 et Se2 par rapport à ce plan sont respectivement de $-1,338$ et $1,583$ Å.

L'angle de torsion Se1—P1—N1—P2 de $-52,8^\circ$ diffère un peu de celui observé dans le composé soufré. Les positions des atomes d'hydrogène ont été calculées. Les deux atomes de sélénium sont engagés dans des liaisons hydrogène intermoléculaires faibles, renforçant ainsi la cohésion de la structure cristalline (Fig. 2).

Experimental

La méthode de synthèse des diphosphoramides de formule générale $R_2P(O)—NR'—P(O)R_2$ a été mise au point en s'inspirant des travaux cités, relatifs à la synthèse du NIPA de formule $(Me_2N)_2P(O)—NMe—P(O)(NMe)_2$ (Riesel *et al.*, 1974). Le but de la synthèse de leurs homologues soufrés ou séléniés était de garder la structure bidentée du NIPA et de remplacer

supplementary materials

l'atome d'oxygène du groupement phosphoryle P=O par un atome de soufre ou de sélénium. La pureté du composé étudié a été contrôlée par RMN ^1H et ^{31}P : RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz, p.p.m.): δ 2,75 (d, $\text{NCH}_3/\text{terminal}$, P) et 2,92 [t, $\text{N}(1)\text{CH}_3$, 2P]; RMN ^{31}P (CDCl_3 , 121,490 MHz, p.p.m.): δ 75,38 (s).

Refinement

Les positions des atomes d'hydrogène ont été calculées en considérant les groupements méthyle comme des groupes rigides libres pour la rotation autour des liaisons N—C. Une restriction sur les distances C—H a été appliquée (0,96 Å). Leurs coefficients d'agitation thermique isotropes ont été fixés au cours de l'affinement. Le pic résiduel le plus élevé observé, 1,20 e Å $^{-3}$, est situé à 0,92 Å de l'atome P1.

Figures

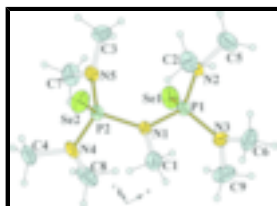


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule SeNIPA (probabilité des ellipsoïdes d'agitation thermique: 30%).

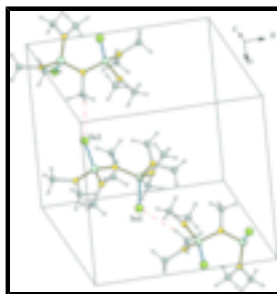


Fig. 2. Une partie de la structure cristalline montrant les ponts hydrogène représentés par des traits discontinus.

bis(*N,N,N',N'*-tetramethylselenophosphoramidoyl)methylamine

Crystal data

$\text{C}_9\text{H}_{27}\text{N}_5\text{P}_2\text{Se}_2$

$M_r = 425.22$

Monoclinic, $P2_1/c$

Hall symbol: -P 2ybc

$a = 11.525$ (4) Å

$b = 11.202$ (6) Å

$c = 12.908$ (6) Å

$\beta = 95.68$ (4)°

$V = 1658.3$ (13) Å 3

$Z = 4$

$F_{000} = 856$

$D_x = 1.703$ Mg m $^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation

$\lambda = 0.71073$ Å

Cell parameters from 25 reflections

$\theta = 11.4$ – 14.9 °

$\mu = 4.65$ mm $^{-1}$

$T = 293$ (2) K

Parallelepiped, white

$0.20 \times 0.20 \times 0.15$ mm

Data collection

| | |
|---|------------------------------------|
| Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer | $R_{\text{int}} = 0.050$ |
| Radiation source: fine-focus sealed tube | $\theta_{\text{max}} = 25.2^\circ$ |
| Monochromator: graphite | $\theta_{\text{min}} = 2.4^\circ$ |
| $T = 293(2)$ K | $h = 0 \rightarrow 13$ |
| $\omega/2\theta$ scans | $k = 0 \rightarrow 13$ |
| Absorption correction: ψ scan (North <i>et al.</i> , 1968) | $l = -15 \rightarrow 15$ |
| $T_{\text{min}} = 0.381$, $T_{\text{max}} = 0.498$ | 2 standard reflections |
| 3163 measured reflections | every 120 min |
| 3007 independent reflections | intensity decay: 3% |
| 1584 reflections with $I > 2\sigma(I)$ | |

Refinement

| | |
|--|--|
| Refinement on F^2 | Secondary atom site location: difference Fourier map |
| Least-squares matrix: full | Hydrogen site location: inferred from neighbouring sites |
| $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.067$ | H-atom parameters constrained |
| $wR(F^2) = 0.193$ | $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.1128P)^2]$ |
| $S = 0.99$ | where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$ |
| 3007 reflections | $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0.001$ |
| 172 parameters | $\Delta\rho_{\text{max}} = 1.20 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ |
| Primary atom site location: structure-invariant direct methods | $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.75 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ |
| | Extinction correction: none |

Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters (\AA^2)

| | <i>x</i> | <i>y</i> | <i>z</i> | $U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$ |
|-----|--------------|--------------|--------------|----------------------------------|
| P1 | 0.34331 (18) | 0.48657 (17) | 0.19364 (15) | 0.0375 (5) |
| P2 | 0.13366 (19) | 0.46216 (17) | 0.31991 (15) | 0.0381 (5) |
| Se1 | 0.31423 (10) | 0.65203 (8) | 0.15216 (9) | 0.0694 (4) |
| Se2 | 0.12448 (11) | 0.34297 (9) | 0.43767 (8) | 0.0694 (4) |
| N1 | 0.2247 (5) | 0.4206 (5) | 0.2309 (4) | 0.0356 (15) |
| N2 | 0.4459 (5) | 0.4667 (6) | 0.2909 (5) | 0.0448 (16) |
| N3 | 0.3857 (6) | 0.4187 (6) | 0.0935 (5) | 0.0490 (18) |
| N4 | 0.0090 (6) | 0.4783 (7) | 0.2482 (5) | 0.0516 (18) |
| N5 | 0.1756 (6) | 0.5829 (6) | 0.3662 (5) | 0.0443 (16) |
| C1 | 0.2007 (9) | 0.3098 (8) | 0.1906 (8) | 0.065 (3) |
| H1 | 0.1930 | 0.3140 | 0.1160 | 0.080* |
| H2 | 0.1292 | 0.2812 | 0.2139 | 0.080* |
| H3 | 0.2630 | 0.2563 | 0.2136 | 0.080* |
| C2 | 0.4459 (9) | 0.3796 (9) | 0.3679 (7) | 0.065 (3) |
| H4 | 0.5001 | 0.3177 | 0.3548 | 0.080* |

supplementary materials

| | | | | |
|-----|-------------|-------------|-------------|-----------|
| H5 | 0.3691 | 0.3463 | 0.3674 | 0.080* |
| H6 | 0.4684 | 0.4149 | 0.4347 | 0.080* |
| C3 | 0.2662 (9) | 0.5941 (9) | 0.4530 (7) | 0.071 (3) |
| H7 | 0.3285 | 0.6427 | 0.4323 | 0.080* |
| H8 | 0.2957 | 0.5164 | 0.4727 | 0.080* |
| H9 | 0.2340 | 0.6307 | 0.5110 | 0.080* |
| C4 | -0.1022 (8) | 0.4755 (10) | 0.2966 (9) | 0.076 (3) |
| H10 | -0.1348 | 0.5543 | 0.2962 | 0.080* |
| H11 | -0.0879 | 0.4477 | 0.3671 | 0.080* |
| H12 | -0.1558 | 0.4226 | 0.2579 | 0.080* |
| C5 | 0.5581 (9) | 0.5224 (11) | 0.2896 (9) | 0.081 (3) |
| H13 | 0.5840 | 0.5511 | 0.3581 | 0.080* |
| H14 | 0.5521 | 0.5881 | 0.2416 | 0.080* |
| H15 | 0.6130 | 0.4652 | 0.2683 | 0.080* |
| C6 | 0.4616 (10) | 0.3235 (8) | 0.1027 (9) | 0.076 (3) |
| H16 | 0.4182 | 0.2503 | 0.0979 | 0.080* |
| H17 | 0.5077 | 0.3273 | 0.1687 | 0.080* |
| H18 | 0.5119 | 0.3266 | 0.0477 | 0.080* |
| C7 | 0.1145 (9) | 0.6847 (8) | 0.3385 (8) | 0.068 (3) |
| H19 | 0.0667 | 0.7059 | 0.3924 | 0.080* |
| H20 | 0.0660 | 0.6712 | 0.2747 | 0.080* |
| H21 | 0.1681 | 0.7485 | 0.3288 | 0.080* |
| C8 | -0.0029 (9) | 0.5091 (11) | 0.1383 (8) | 0.080 (3) |
| H22 | -0.0530 | 0.4523 | 0.1004 | 0.080* |
| H23 | 0.0724 | 0.5079 | 0.1126 | 0.080* |
| H24 | -0.0360 | 0.5875 | 0.1293 | 0.080* |
| C9 | 0.3327 (11) | 0.4376 (10) | -0.0141 (7) | 0.081 (4) |
| H25 | 0.3929 | 0.4409 | -0.0604 | 0.080* |
| H26 | 0.2901 | 0.5114 | -0.0179 | 0.080* |
| H27 | 0.2806 | 0.3729 | -0.0341 | 0.080* |

Atomic displacement parameters (\AA^2)

| | U^{11} | U^{22} | U^{33} | U^{12} | U^{13} | U^{23} |
|-----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|-------------|
| P1 | 0.0319 (12) | 0.0365 (10) | 0.0450 (11) | -0.0016 (9) | 0.0087 (9) | -0.0008 (8) |
| P2 | 0.0343 (12) | 0.0375 (10) | 0.0436 (11) | -0.0012 (9) | 0.0097 (9) | 0.0017 (8) |
| Se1 | 0.0676 (8) | 0.0414 (5) | 0.1028 (8) | -0.0017 (5) | 0.0273 (6) | 0.0182 (5) |
| Se2 | 0.0947 (9) | 0.0548 (6) | 0.0632 (6) | 0.0019 (6) | 0.0298 (5) | 0.0186 (4) |
| N1 | 0.032 (4) | 0.033 (3) | 0.043 (3) | -0.008 (3) | 0.011 (3) | 0.000 (3) |
| N2 | 0.023 (4) | 0.059 (4) | 0.053 (4) | -0.006 (3) | 0.006 (3) | -0.004 (3) |
| N3 | 0.053 (5) | 0.049 (4) | 0.045 (4) | -0.010 (4) | 0.010 (3) | -0.011 (3) |
| N4 | 0.023 (4) | 0.068 (5) | 0.064 (4) | -0.002 (3) | 0.003 (3) | 0.000 (3) |
| N5 | 0.037 (4) | 0.039 (4) | 0.057 (4) | 0.007 (3) | 0.003 (3) | 0.001 (3) |
| C1 | 0.061 (7) | 0.044 (5) | 0.092 (7) | -0.024 (5) | 0.030 (5) | -0.021 (5) |
| C2 | 0.056 (7) | 0.068 (6) | 0.070 (6) | 0.015 (5) | 0.000 (5) | 0.021 (5) |
| C3 | 0.070 (8) | 0.066 (6) | 0.074 (7) | 0.001 (6) | -0.004 (6) | -0.027 (5) |
| C4 | 0.034 (6) | 0.087 (7) | 0.109 (8) | -0.001 (5) | 0.014 (5) | -0.027 (6) |
| C5 | 0.057 (7) | 0.107 (9) | 0.079 (7) | -0.021 (7) | 0.002 (6) | -0.003 (6) |

| | | | | | | |
|----|------------|-----------|-----------|------------|------------|------------|
| C6 | 0.083 (9) | 0.061 (7) | 0.089 (7) | 0.009 (6) | 0.035 (6) | -0.019 (5) |
| C7 | 0.067 (8) | 0.038 (5) | 0.101 (8) | 0.012 (5) | 0.017 (6) | 0.005 (5) |
| C8 | 0.047 (6) | 0.112 (9) | 0.077 (7) | -0.007 (6) | -0.014 (5) | 0.022 (6) |
| C9 | 0.110 (10) | 0.089 (8) | 0.046 (5) | -0.030 (7) | 0.014 (6) | -0.010 (5) |

Geometric parameters (Å, °)

| | | | |
|-----------|------------|------------|--------|
| P1—N3 | 1.617 (7) | C2—H6 | 0.9600 |
| P1—N2 | 1.652 (7) | C3—H7 | 0.9600 |
| P1—N1 | 1.665 (6) | C3—H8 | 0.9600 |
| P1—Se1 | 1.949 (2) | C3—H9 | 0.9600 |
| P2—N5 | 1.537 (7) | C4—H10 | 0.9600 |
| P2—N4 | 1.641 (7) | C4—H11 | 0.9600 |
| P2—N1 | 1.696 (6) | C4—H12 | 0.9600 |
| P2—Se2 | 2.034 (2) | C5—H13 | 0.9600 |
| N1—C1 | 1.364 (10) | C5—H14 | 0.9600 |
| N2—C2 | 1.394 (10) | C5—H15 | 0.9600 |
| N2—C5 | 1.436 (11) | C6—H16 | 0.9600 |
| N3—C6 | 1.377 (12) | C6—H17 | 0.9600 |
| N3—C9 | 1.476 (11) | C6—H18 | 0.9600 |
| N4—C8 | 1.453 (11) | C7—H19 | 0.9600 |
| N4—C4 | 1.480 (12) | C7—H20 | 0.9600 |
| N5—C7 | 1.369 (10) | C7—H21 | 0.9600 |
| N5—C3 | 1.459 (11) | C8—H22 | 0.9600 |
| C1—H1 | 0.9600 | C8—H23 | 0.9600 |
| C1—H2 | 0.9600 | C8—H24 | 0.9600 |
| C1—H3 | 0.9600 | C9—H25 | 0.9600 |
| C2—H4 | 0.9600 | C9—H26 | 0.9600 |
| C2—H5 | 0.9600 | C9—H27 | 0.9600 |
| N3—P1—N2 | 107.1 (4) | H7—C3—H8 | 109.5 |
| N3—P1—N1 | 110.1 (3) | N5—C3—H9 | 109.5 |
| N2—P1—N1 | 105.5 (3) | H7—C3—H9 | 109.5 |
| N3—P1—Se1 | 106.6 (3) | H8—C3—H9 | 109.5 |
| N2—P1—Se1 | 115.3 (3) | N4—C4—H10 | 109.5 |
| N1—P1—Se1 | 112.2 (2) | N4—C4—H11 | 109.5 |
| N5—P2—N4 | 110.2 (4) | H10—C4—H11 | 109.5 |
| N5—P2—N1 | 108.2 (3) | N4—C4—H12 | 109.5 |
| N4—P2—N1 | 102.4 (3) | H10—C4—H12 | 109.5 |
| N5—P2—Se2 | 109.0 (3) | H11—C4—H12 | 109.5 |
| N4—P2—Se2 | 112.7 (3) | N2—C5—H13 | 109.5 |
| N1—P2—Se2 | 114.1 (2) | N2—C5—H14 | 109.5 |
| C1—N1—P1 | 115.8 (5) | H13—C5—H14 | 109.5 |
| C1—N1—P2 | 113.1 (5) | N2—C5—H15 | 109.5 |
| P1—N1—P2 | 130.9 (4) | H13—C5—H15 | 109.5 |
| C2—N2—C5 | 112.1 (7) | H14—C5—H15 | 109.5 |
| C2—N2—P1 | 125.8 (6) | N3—C6—H16 | 109.5 |
| C5—N2—P1 | 120.7 (6) | N3—C6—H17 | 109.5 |
| C6—N3—C9 | 113.1 (8) | H16—C6—H17 | 109.5 |
| C6—N3—P1 | 122.4 (6) | N3—C6—H18 | 109.5 |

supplementary materials

| | | | |
|----------|-----------|------------|-------|
| C9—N3—P1 | 123.7 (7) | H16—C6—H18 | 109.5 |
| C8—N4—C4 | 114.6 (8) | H17—C6—H18 | 109.5 |
| C8—N4—P2 | 124.7 (6) | N5—C7—H19 | 109.5 |
| C4—N4—P2 | 120.4 (7) | N5—C7—H20 | 109.5 |
| C7—N5—C3 | 116.1 (7) | H19—C7—H20 | 109.5 |
| C7—N5—P2 | 119.9 (6) | N5—C7—H21 | 109.5 |
| C3—N5—P2 | 123.2 (6) | H19—C7—H21 | 109.5 |
| N1—C1—H1 | 109.5 | H20—C7—H21 | 109.5 |
| N1—C1—H2 | 109.5 | N4—C8—H22 | 109.5 |
| H1—C1—H2 | 109.5 | N4—C8—H23 | 109.5 |
| N1—C1—H3 | 109.5 | H22—C8—H23 | 109.5 |
| H1—C1—H3 | 109.5 | N4—C8—H24 | 109.5 |
| H2—C1—H3 | 109.5 | H22—C8—H24 | 109.5 |
| N2—C2—H4 | 109.5 | H23—C8—H24 | 109.5 |
| N2—C2—H5 | 109.5 | N3—C9—H25 | 109.5 |
| H4—C2—H5 | 109.5 | N3—C9—H26 | 109.5 |
| N2—C2—H6 | 109.5 | H25—C9—H26 | 109.5 |
| H4—C2—H6 | 109.5 | N3—C9—H27 | 109.5 |
| H5—C2—H6 | 109.5 | H25—C9—H27 | 109.5 |
| N5—C3—H7 | 109.5 | H26—C9—H27 | 109.5 |
| N5—C3—H8 | 109.5 | | |

Hydrogen-bond geometry (\AA , $^\circ$)

| $D-H\cdots A$ | $D-H$ | $H\cdots A$ | $D\cdots A$ | $D-H\cdots A$ |
|----------------------------------|-------|-------------|-------------|---------------|
| C1—H1 \cdots Se2 ⁱ | 0.96 | 2.94 | 3.714 (9) | 138 |
| C2—H4 \cdots Se1 ⁱⁱ | 0.96 | 2.84 | 3.788 (10) | 170 |

Symmetry codes: (i) $x, -y+1/2, z-1/2$; (ii) $-x+1, y-1/2, -z+1/2$.

Fig. 1

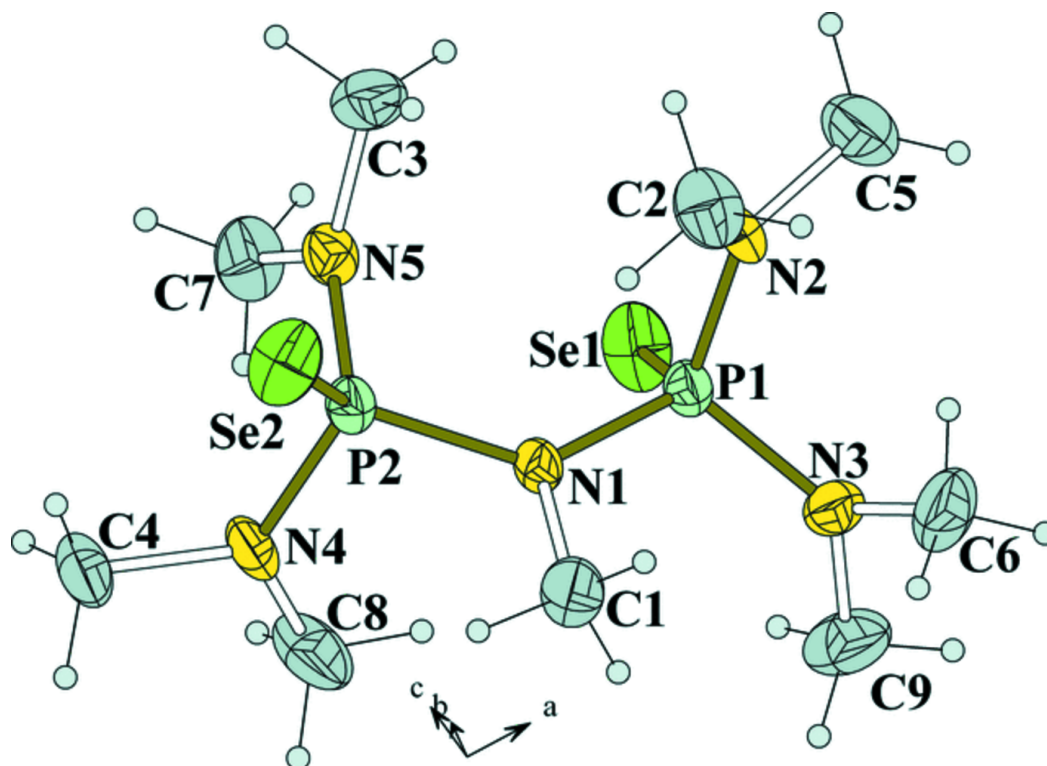


Fig. 2

