

C3	0.2843 (6)	-0.3075 (5)	0.1963 (4)	0.0589 (12)
C4	0.1314 (7)	-0.3855 (4)	0.1778 (4)	0.0653 (13)
C5	0.0189 (6)	-0.3328 (4)	0.1741 (4)	0.0609 (12)
C6	0.0619 (5)	-0.2000 (4)	0.1928 (4)	0.0478 (10)
C7	0.2502 (4)	0.1557 (4)	0.3547 (3)	0.0378 (9)
C8	0.2274 (5)	0.1217 (4)	0.4554 (4)	0.0488 (10)
C9	0.2326 (5)	0.2123 (5)	0.5605 (4)	0.0590 (12)
C10	0.2644 (5)	0.3409 (5)	0.5680 (5)	0.0647 (13)
C11	0.2894 (5)	0.3802 (4)	0.4720 (5)	0.0547 (11)
C12	0.2783 (4)	0.2872 (4)	0.3661 (4)	0.0451 (10)
C13	0.4469 (4)	0.1384 (4)	0.2335 (4)	0.0368 (9)
C14	0.5888 (5)	0.1722 (4)	0.3569 (4)	0.0428 (9)
C15	0.7501 (5)	0.2492 (4)	0.3896 (4)	0.0482 (10)
C16	0.7747 (5)	0.2993 (4)	0.2986 (5)	0.0505 (11)
C17	0.6391 (5)	0.2696 (4)	0.1760 (4)	0.0484 (10)
C18	0.4768 (5)	0.1912 (4)	0.1440 (4)	0.0437 (10)

Table 2. Selected geometric parameters (Å, °)

Pd—Cl	2.2907 (10)	P—C7	1.827 (4)
Pd—P	2.3051 (12)	P—C13	1.819 (4)
P—Cl	1.821 (4)		
Cl—Pd—P	95.23 (4)	C2—C1—P	127.8 (3)
C1—P—C13	107.4 (2)	C6—C1—P	115.9 (3)
C1—P—C7	109.4 (2)	C8—C7—P	128.4 (3)
C13—P—C7	99.2 (2)	C12—C7—P	115.7 (3)
C1—P—Pd	106.01 (12)	C18—C13—P	122.9 (3)
C13—P—Pd	119.98 (12)	C14—C13—P	120.6 (3)
C7—P—Pd	114.43 (11)		
Cl—Pd—P—C1	123.42 (13)	Pd—P—C1—C2	116.0 (3)
Cl—Pd—P—C13	-114.93 (14)	Pd—P—C7—C8	109.1 (3)
Cl—Pd—P—C7	2.75 (14)	Pd—P—C13—C14	177.4 (2)

Scattering factors, dispersion corrections and absorption coefficients were taken from *International Tables for Crystallography*, (1992), Vol. C, Tables 6.1.1.4, 4.2.6.8 and 4.2.4.2).

Data collection: *DIF4* (Stoe & Cie, 1988a). Cell refinement: *DIF4*. Data reduction: *EMPIR*, *REDU4* (Stoe & Cie, 1988b,c). Program(s) used to solve structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Program(s) used to refine structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Molecular graphics: *SHELXL-Plus* (Sheldrick, 1991). Software used to prepare material for publication: *SHELXL93*.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: JZ1069). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

- Bondi, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
Dyer, P. N. & Moseley, F. (1981). Eur. Patent 38700 (*Chem. Abstr.* **96**, 106643j).
Ferguson, G., McCrindle, R., McAlees, A. J. & Masood, P. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2679–2681.
Kemmitt, R. D. W., Nichols, D. I. & Peacock, R. D. (1968). *J. Chem. Soc. A*, pp. 2149–2152.
Kitano, Y., Kinoshita, Y., Nakamura, R. & Ashida, T. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1015–1017.
Schaefer, W. P., Lyon, D. K., Labinger, J. A. & Bercaw, J. E. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 1582–1584.
Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
Sheldrick, G. M. (1991). *SHELXL-Plus*. Release 4.1. Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA.
Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
Stoe & Cie (1988a). *DIF4. Diffractometer Control Program*. Version 6.2. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.

- Stoe & Cie (1988b). *EMPIR. Empirical Absorption Correction Program*. Version 1.03. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.
Stoe & Cie (1988c). *REDU4. Data Reduction Program*. Version 6.2. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 330–333

Tetraphenylphosphonium Pentachlorostannat, PPh₄[SnCl₅], und Tetraphenylphosphonium Pentachlorostannat Monohydrat, PPh₄[SnCl₅·H₂O]

ULRICH MÜLLER, JÜRGEN SIEKMANN UND GERLINDE FRENZEN

Fachbereich Biologie/Chemie, Universität Gh Kassel, 34109 Kassel, Deutschland

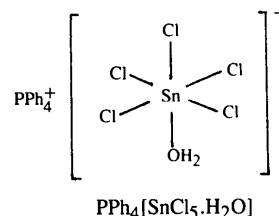
(Eingegangen am 4. Mai 1995; angenommen am 10. August 1995)

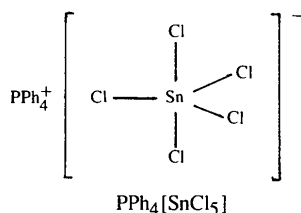
Abstract

Tetraphenylphosphonium pentachlorostannate contains trigonal-bipyramidal [SnCl₅][−] ions. It is isotypic with PPh₄[Sn(CH₃)Cl₄]; however, the published space group of the latter is corrected from *P2* to *P2₁/n*. In the hydrate the [SnCl₅(H₂O)][−] ions have a distorted octahedral configuration. The packing principle is the same for both compounds and corresponds to the known arrangement in tetraphenylphosphonium compounds with PPh₄⁺ ions stacked in columns in the *c* direction.

Kommentar

Bei Hauptgruppenelementen ist die trigonale Bipyramide das normale Koordinationspolyeder für die Koordinationszahl fünf. Dies gilt auch für das SnCl₅[−]-Ion in den wenigen bekannten Strukturen von Pentachlorostannaten (Freedman & Young, 1964; Ginzburg *et al.*, 1977; Shamir, Lusti, Bino, Cohen & Gibson, 1985). Auch das InCl₅^{2−}-Ion im (PPh₄)₂[InCl₅]·CH₃CN hat trigonal-bipyramidale Struktur (Bubenheim, Frenzen & Müller, 1995), während das quadratisch-pyramidale InCl₅^{2−}-Ion im (NEt₄)₂[InCl₅] eine der wenigen Ausnahmen ist (Brown, Einstein & Tuck, 1969). Für Tetraphenylphosphonium-Ionen





scheinen quadratisch-pyramidale Anionen eine besonders günstige Packung in der Raumgruppe $P4/n$ zu ermöglichen, wenn das Kationen-zu-Anionen-Verhältnis 1 zu 1 ist (Müller, 1980); zahlreiche Beispiele mit Anionen MEX_4^- sind bekannt (M = Übergangsmetall; $E = \text{O}, \text{S}, \text{N}$; $X = \text{Halogen}$). Die PPh_4^+ -Ionen sind dabei zu Säulen in Richtung c gestapelt und nehmen Punktlagen der Symmetrie 4 an, während sich die Anionen auf vierzähligen Drehachsen zwischen den Säulen befinden. Wir sind der Frage nachgegangen, ob diese Packung im $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5]$ quadratisch-pyramidale SnCl_5^- -Ionen erzwingen kann. Wie die Kristallstrukturbestimmung jetzt gezeigt hat, ist das nicht der Fall. Trigonal-bipyramidale SnCl_5^- -Ionen passen sich offenbar genauso gut in die Lücken zwischen den Säulen von PPh_4^+ -Ionen ein (Fig. 1). Es kommt lediglich zu einer leichten Verzerrung der Packung, wobei aus der tetragonalen Zelle der Raumgruppe $P4/n$ eine monokline Zelle in der maximalen Untergruppe $P2/n$ wird. Die Punktlagensymmetrie der Kationen und Anionen verringert sich von 4 bzw. von 4 auf 2.

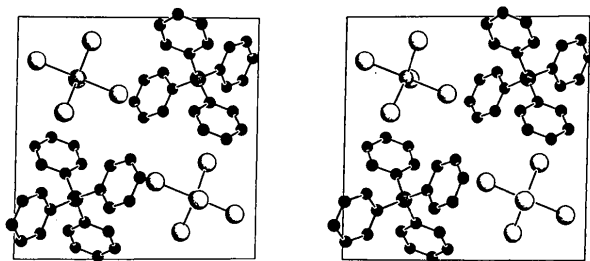


Fig. 1. Die Elementarzelle von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5]$ in Projektion längs der monoklinen c -Achse. Die PPh_4^+ -Ionen sind in Blickrichtung auf zweizähligen Drehachsen zu Säulen in Richtung c gestapelt, die Anionen befinden sich ebenfalls auf zweizähligen Drehachsen (Stereobild).

$\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5]$ kristallisiert isotyp zu $\text{PPh}_4[\text{SnCH}_3\text{Cl}_4]$ (Webster, Mudd & Taylor, 1976). Dessen Struktur wurde allerdings in der Raumgruppe $P2$ beschrieben. Eine Überprüfung der Atomkoordinaten zeigt jedoch, daß auch hier $P2/n$ die zutreffende Raumgruppe ist; den publizierten Koordinaten müssen die Werte (0,25, -0,1007, 0,25) addiert werden, um auf Koordinaten zu kommen, welche die konventionelle Aufstellung der Raumgruppe $P2/n$ erfüllen (b als monokline Achse). Wir haben die Aufstellung mit c als monoklinen Achse gewählt, um den besseren Vergleich mit der tetragonalen Struktur von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ zu ermöglichen.

Die Struktur des SnCl_5^- -Ions (Fig. 2) entspricht weitgehend derjenigen in den oben zitierten drei Penta-chlorostannaten; dies gilt auch für die Abweichungen der Bindungswinkel in der Äquatorialebene vom Idealwert von 120° ($2 \times 118,4^\circ$, $1 \times 123,1^\circ$; Tabelle 2).

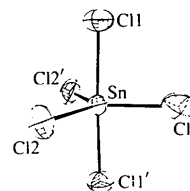


Fig. 2. Das SnCl_5^- -Ion mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (40% Aufenthaltswahrscheinlichkeit).

Das Anion im Hydrat $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ hat verzerrt oktaedrische Struktur (Fig. 3), die nicht nennenswert von derjenigen in anderen Verbindungen mit dem gleichen Anion abweicht (Einstein & Field, 1975; Ginzburg, Alaksandrov, Struchkov, Setkina & Kursanov, 1980). Die Packung im Kristall entspricht der obengenannten Packung in der Raumgruppe $P4/n$ (Fig. 4). Da sich das $[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]^-$ -Ion auf einer vierzähligen Drehachse befindet, muß das Wassermolekül in zwei Orientierungen fehlgeordnet sein. Das relativ große und sehr anisotrope Schwingungsellipsoid des O-Atoms (Fig. 3) ist eine wohlbekannte Erscheinung bei diesem Strukturtyp und beruht darauf, daß das $[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]^-$ -Ion etwas gegen die vierzählige Achse verkippt ist (Müller & El-Kholi, 1989). Wir haben die

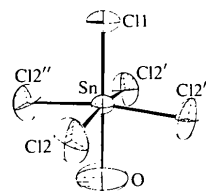


Fig. 3. Das $[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]^-$ -Ion mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (40% Aufenthaltswahrscheinlichkeit).

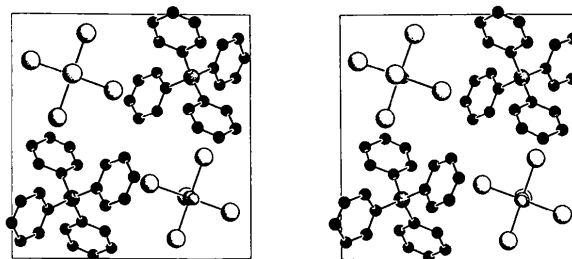


Fig. 4. Die Elementarzelle von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ in Projektion längs der tetragonalen c -Achse. Vergleiche die gleichartige Packung wie in Fig. 1. Die PPh_4^+ -Ionen nehmen 4-Lagen ein, die Anionen befinden sich auf vierzähligen Drehachsen (Stereobild).

Lagen der H-Atome nicht ermittelt. PPh₄[SnCl₅·H₂O] kristallisiert isotyp zu Hydraten der Zusammensetzung EPh₄[MOX₄·H₂O] (*E* = P, As; *M* = Metall; *X* = Halogen; Müller, 1980, 1984). Die enge Verwandtschaft der Strukturen in den Raumgruppen *P4/n* und *P2/n* ist durch Vergleich von Fig. 1 und 4 offensichtlich.

Experimentelles

Zur Herstellung von PPh₄[SnCl₅] wurde eine Lösung von 0,82 g (3,15 mmol) frisch destilliertem SnCl₄ in 20 ml Thionylchlorid zu einer Lösung von 1,18 g (3,15 mmol) wasserfreiem PPh₄Cl in 18 ml Thionylchlorid getropft. Die Lösung wurde auf 8 ml eingeeengt, dann wurde trockenes CCl₄ langsam bis zur beginnenden Trübung zugesetzt. Beim Stehen bei 253 K kristallisierten 1,1 g des Produkts, das unter Feuchtigkeitsausschluß abfiltriert wurde (Ausbeute 67%). PPh₄[SnCl₅·H₂O] entstand auf die gleiche Art wie PPh₄[SnCl₅], jedoch bei Verwendung von Dichlormethan als Lösungsmittel und indem nach dem Vermischen der Reaktionslösungen das Gefäß an (feuchter) Luft stehen gelassen wurde.

Verbindung PPh₄[SnCl₅]

Kristalldaten

(C₂₄H₂₀P)[SnCl₅]

M_r = 635,37

Monoklin

P2/n (*c* als Symmetrieachse)

a = 13,113 (3) Å

b = 13,315 (3) Å

c = 7,405 (2) Å

γ = 91,39 (3)°

V = 1292,5 (5) Å³

Z = 2

D_x = 1,632 Mg m⁻³

Mo Kα Strahlung

λ = 0,71073 Å

Gitterparameter aus 25

Reflexen

θ = 17–21°

μ = 1,578 mm⁻¹

T = 299 (2) K

Quader

0,35 × 0,20 × 0,15 mm

Farblos

Datensammlung

Vierkreisdiffraktometer
Enraf-Nonius CAD-4

ω-Abtastung

Absorptionskorrektur:

empirisch nach ψ-scans

T_{min} = 0,74, *T_{max}* = 0,81

4551 gemessene Reflexe

2434 unabhängige Reflexe

1804 beobachtete Reflexe

[*I* > 2σ(*I*)]

R_{int} = 0,0455

θ_{max} = 25,9°

h = -16 → 16

k = -16 → 16

l = 0 → 9

2 Kontrollreflexe

Häufigkeit: 60 min

Intensitätsschwankung:

< 4,7%

Verfeinerung

Verfeinerung auf *F*²

R[*F*² > 2σ(*F*²)] = 0,0496

w*R*(*F*²) = 0,1437

S = 0,123

2434 Reflexe

142 Parameter

U(*H*) = 1,3 × *U*(*C*)

w = 1/[σ²(*F*_o²) + (0,438*P*)² + 1052,2*P*]

mit *P* = (*F*_o² + 2*F*_c²)/3

(Δ/σ)_{max} = 0,014

Δρ_{max} = 0,485 e Å⁻³

Δρ_{min} = -0,483 e Å⁻³

Extinktionskorrektur: keine

Atomformfaktoren aus

International Tables for

Crystallography (1992,

Bd. C, Tabellen 4.2.6.8

und 6.1.1.4)

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor (*A*²) von PPh₄[SnCl₅]

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

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{äq}
Sn	1/4	1/4	0,08392 (12)	0,0439 (3)
Cl1	0,1820 (3)	0,0819 (2)	0,0953 (5)	0,0804 (9)
Cl2	0,1041 (3)	0,3033 (3)	0,2343 (6)	0,0946 (12)
Cl3	1/4	1/4	-0,2258 (5)	0,0790 (12)
P	3/4	1/4	0,0577 (4)	0,0403 (7)
C1	0,6490 (6)	0,2071 (6)	-0,0887 (12)	0,042 (2)
C2	0,6123 (7)	0,1088 (7)	-0,0849 (14)	0,050 (2)
C3	0,5366 (8)	0,0788 (7)	-0,2034 (15)	0,058 (2)
C4	0,4983 (8)	0,1472 (8)	-0,3226 (15)	0,061 (3)
C5	0,5350 (8)	0,2424 (8)	-0,3298 (15)	0,063 (3)
C6	0,6110 (8)	0,2743 (7)	-0,2138 (14)	0,056 (2)
C7	0,7092 (7)	0,3498 (6)	0,2015 (12)	0,042 (2)
C8	0,7792 (8)	0,3860 (8)	0,3306 (13)	0,054 (2)
C9	0,7501 (9)	0,4631 (8)	0,4459 (13)	0,060 (3)
C10	0,6561 (9)	0,5032 (8)	0,4310 (16)	0,066 (3)
C11	0,5863 (9)	0,4663 (8)	0,3061 (16)	0,064 (3)
C12	0,6128 (7)	0,3886 (7)	0,1906 (13)	0,049 (2)

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å) und -winkel (°) im PPh₄[SnCl₅]

Sn—Cl1	2,391 (3)	P—C1	1,795 (9)
Sn—Cl2	2,339 (3)	P—C7	1,794 (8)
Sn—Cl3	2,293 (4)		
Cl1 ⁱ —Sn—Cl1	175,9 (2)	Cl2—Sn—Cl2 ⁱ	123,1 (2)
Cl1—Sn—Cl2	88,73 (13)	Cl1—P—C1 ⁱⁱ	105,6 (6)
Cl1—Sn—Cl2 ⁱ	89,34 (13)	Cl1—P—C7	111,3 (4)
Cl1—Sn—Cl3	92,03 (9)	Cl1 ⁱⁱ —P—C7	110,8 (4)
Cl2—Sn—Cl3	118,43 (12)	C7—P—C7 ⁱⁱ	107,2 (6)

Symmetriebezeichnungen: (i) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} - y, z$; (ii) $\frac{3}{2} - x, \frac{1}{2} - y, z$.

Verbindung PPh₄[SnCl₅·H₂O]

Kristalldaten

(C₂₄H₂₀P)[SnCl₅·H₂O]

M_r = 653,39

Tetragonal

P4/n

a = 13,173 (1) Å

c = 7,590 (1) Å

V = 1317,3 (2) Å³

Z = 2

D_x = 1,647 Mg m⁻³

Mo Kα Strahlung

λ = 0,71073 Å

Gitterparameter aus 25

Reflexen

θ = 18,7–22,2°

μ = 1,553 mm⁻¹

T = 299 (2) K

Begrenzungsflächen {100}

und {111}

0,155 × 0,150 × 0,080 mm

Farblos

Datensammlung

Vierkreisdiffraktometer

Enraf-Nonius CAD-4

ω-Abtastung

Absorptionskorrektur:

gaussische Integration nach

ausgemessenem Kristall

T_{min} = 0,76, *T_{max}* = 0,92

1461 gemessene Reflexe

1343 unabhängige Reflexe

901 beobachtete Reflexe

[*I* > 2σ(*I*)]

R_{int} = 0,0328

θ_{max} = 26,3°

h = 0 → 16

k = 0 → 16

l = 0 → 9

2 Kontrollreflexe

Häufigkeit: 60 min

Intensitätsschwankung:

< 3,4%

Verfeinerung

Verfeinerung auf F^2
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,0405$
 $wR(F^2) = 0,1201$
 $S = 0,980$
 1343 Reflexe
 76 Parameter
 Ein gemeinsamer Wert für
 $U(H)$
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,1000P)^2]$
 mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = -0,023$
 $\Delta\rho_{\max} = 0,717 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0,769 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
 Extinktionskorrektur: keine
 Atomformfaktoren aus
International Tables for
Crystallography (1992,
 Bd. C, Tabellen 4.2.6.8
 und 6.1.1.4)

Tabelle 3. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor ($\text{\AA}^2$) von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$

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

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{äq}}$
Sn	1/4	1/4	0,17383 (9)	0,0403 (3)
Cl1	1/4	1/4	0,4841 (4)	0,0692 (10)
Cl2	0,1905 (2)	0,07952 (15)	0,1495 (3)	0,0900 (8)
O	1/4	1/4	-0,1216 (18)	0,181 (9)
P	3/4	1/4	0	0,0369 (6)
C1	0,7072 (4)	0,3506 (4)	0,1422 (7)	0,0391 (12)
C2	0,6104 (4)	0,3891 (4)	0,1334 (8)	0,0447 (13)
C3	0,5811 (5)	0,4636 (5)	0,2519 (10)	0,059 (2)
C4	0,6475 (6)	0,4984 (5)	0,3755 (9)	0,062 (2)
C5	0,7442 (6)	0,4600 (6)	0,3863 (9)	0,063 (2)
C6	0,7747 (5)	0,3847 (5)	0,2717 (8)	0,0506 (15)

Tabelle 4. Bindungsabstände ($\text{\AA}$) und -winkel ($^\circ$) im $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$

Sn—Cl1	2,355 (3)	Sn—O	2,24 (1)
Sn—Cl2	2,386 (2)	P—Cl	1,800 (5)
Cl1—Sn—Cl2	94,44 (6)	O—Sn—Cl2	85,56 (6)
Cl2 ⁱ —Sn—Cl2	171,12 (13)	Cl—P—Cl ⁱⁱⁱ	106,3 (3)
Cl2 ⁱⁱ —Sn—Cl2	89,656 (10)	Cl—P—Cl ^{iv}	111,1 (2)
O—Sn—Cl1	180,0		

Symmetriebezeichnungen: (i) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} - y, z$; (ii) $\frac{1}{2} - y, x, z$; (iii) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} - y, z$; (iv) $\frac{1}{2} + y, 1 + x, -z$.

Für beide Verbindungen gilt, Datensammlung und Zellverfeinerung: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1989). Datenreduktion: *XCAD4* (Harms, 1987). Programm zur Strukturlösung von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5]$: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Strukturlösung von $\text{PPh}_4[\text{SnCl}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}]$: Isotypie zu $\text{AsPh}_4[\text{ReOCl}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ (Müller, 1984). Strukturverfeinerung beider Verbindungen: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Graphik: *ORTEP* (McArdle, 1994), *ATOMS* (Dowty, 1993). Programm zur Aufbereitung des Datenmaterials: *SHELXL93*.

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für gewährte Unterstützung.

Die Listen der Strukturfaktoren, anisotropen Verschiebungsparameter, H-Atom Koordinaten, und vollständigen geometrischen Daten sind bei der IUCr (Aktenzeichen: JZ1063) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Literatur

Brown, D. S., Einstein, F. W. B. & Tuck, D. G. (1969). *Inorg. Chem.* **8**, 14–18.

- Bubenheim, W., Frenzen, G. & Müller, U. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 1120–1124.
 Dowty, E. (1993). *ATOMS. Program for Displaying Atomic Structures*. Kingsport, Tennessee, VStA.
 Einstein, F. W. B. & Field, J. S. (1975). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1628–1633.
 Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software. Version 5.0*. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
 Freedman, H. H. & Young, A. E. (1964). *J. Am. Chem. Soc.* **86**, 733–735.
 Ginzburg, A. G., Boky, N. G., Yanovsky, A. I., Struchkov, Yu. T., Setkina, V. N. & Kursanov, D. N. (1977). *J. Organomet. Chem.* **136**, 45–55.
 Ginzburg, A. G., Alaksandrov, G. G., Struchkov, Yu. T., Setkina, V. N. & Kursanov, D. N. (1980). *J. Organomet. Chem.* **199**, 229–242.
 Harms, K. (1987). *XCAD4. Programm zur Datenreduktion von CAD-4-Meßdaten*. Universität Marburg, Deutschland.
 McArdle, P. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 438–439.
 Müller, U. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1075–1081. Dort weitere Literatur.
 Müller, U. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 571–572.
 Müller, U. & El-Kholi, A. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1727–1730.
 Shamir, J., Lusti, S., Bino, A., Cohen, S. & Gibson, D. (1985). *Inorg. Chem.* **24**, 2301–2309.
 Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Programm zur Lösung von Kristallstrukturen*. Universität Göttingen, Deutschland.
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Programm zur Verfeinerung von Kristallstrukturen*. Universität Göttingen, Deutschland.
 Webster, M., Mudd, K. R. & Taylor, D. J. (1976). *Inorg. Chim. Acta*, **20**, 231–235.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 333–336

(±)-cis-Dichloro[P-(isopropylamino)-dinaphtho[2,1-d:1',2'-f][1,3,2]dioxaphosph-epine](triethylphosphine)platinum(II) Dichloromethane Solvate

MASOOD PARVEZ,^a RUPPA P. KAMALESH BABU^b AND SETHARAMPATTU S. KRISHNAMURTHY^b

^aDepartment of Chemistry, University of Calgary, 2500 University Drive, NW, Calgary, Alberta, Canada T2N 1N4, and ^bDepartment of Inorganic and Physical Chemistry, Indian Institute of Science, Bangalore 560 012, India

(Received 13 February 1995; accepted 6 July 1995)

Abstract

In the racemic title compound, $[\text{PtCl}_2(\text{C}_{23}\text{H}_{20}\text{NO}_2\text{P})-(\text{C}_6\text{H}_{15}\text{P})] \cdot \text{CH}_2\text{Cl}_2$, the platinum(II) ion, which has approximately square-planar coordination geometry, is coordinated to two different monophosphorus ligands in a *cis* arrangement along with two chloride ions. A significant shortening of the P—N bond [1.604 (7) Å] relative to that in phosphinoamines and their complexes was observed.