

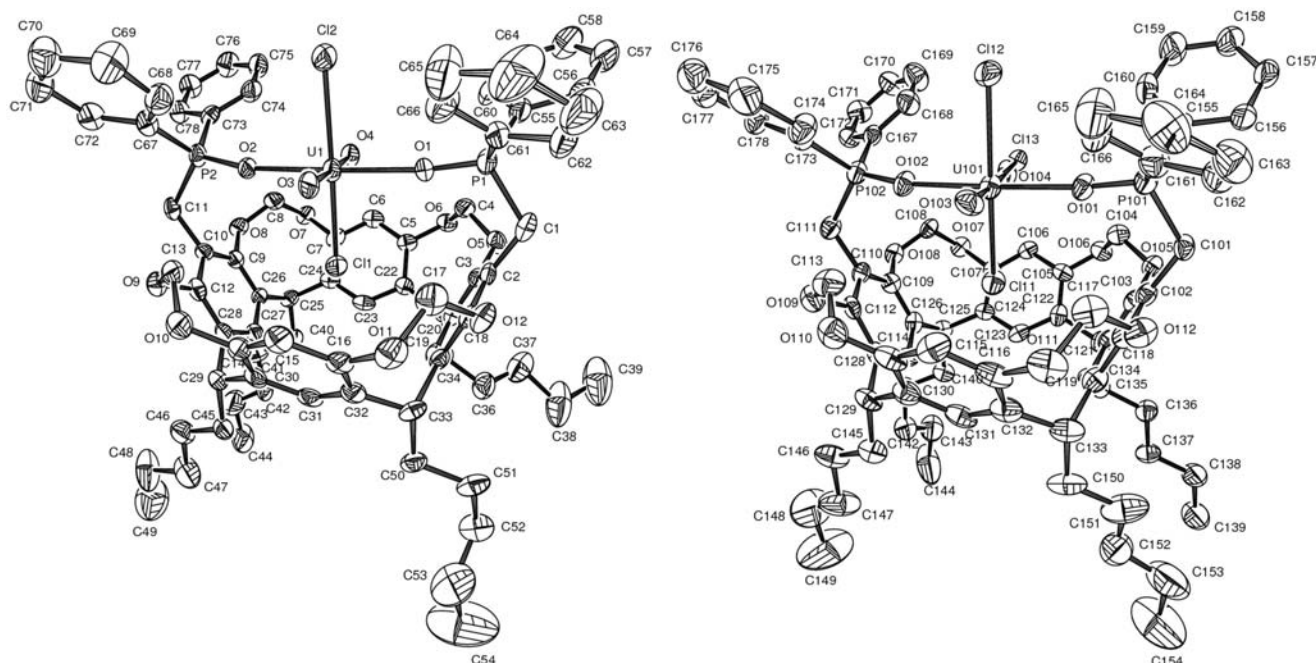
Crystal structure of trichlorooxo-17-bis[(diphenylphosphoryl)methyl]-4(24),6(10),12(16),18(22)-tetramethylenedioxy-2,8,14,20-tetrapentylresorcin[4]areneuranium(V) — dichlorodioxo-17-bis[(diphenylphosphoryl)methyl]-4(24),6(10),12(16),18(22)-tetramethylenedioxy-2,8,14,20-tetrapentylresorcin[4]areneuranium(VI) — hexane (1:3:3), $\text{UCl}_3\text{O}(\text{C}_{78}\text{H}_{86}\text{O}_{10}\text{P}_2) \cdot 3\text{UCl}_2\text{O}_2(\text{C}_{78}\text{H}_{86}\text{O}_{10}\text{P}_2) \cdot 3\text{C}_6\text{H}_{14}$

Hani El Moll^I, David Sémeril^{*,I}, Dominique Matt^{*,I} and Loïc Toupet^{II}

^I Université de Strasbourg, Laboratoire de Chimie Inorganique et Catalyse, UMR 7177 CNRS, 1 rue Blaise Pascal, 67008 Strasbourg Cedex, France

^{II} Institut de Physique, UMR 6251 CNRS, Université de Rennes 1, Campus de Beaulieu, 35042-Rennes Cedex, France

Received October 4, 2010, accepted and available on-line December 6, 2010; CCDC no. 1267/3226



Abstract

$\text{C}_{165}\text{H}_{193}\text{Cl}_{4.36}\text{O}_{23.64}\text{P}_4\text{U}_2$, triclinic, $P\bar{1}$ (no. 2), $a = 15.495(1)$ Å, $b = 18.855(2)$ Å, $c = 30.532(3)$ Å, $\alpha = 90.717(9)^\circ$, $\beta = 101.253(7)^\circ$, $\gamma = 109.575(9)^\circ$, $V = 8213.9$ Å³, $Z = 2$, $R_{\text{gt}}(F) = 0.055$, $wR_{\text{ref}}(F^2) = 0.152$, $T = 110$ K.

Source of material

$[\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (0.511 g, 1.204 mmol) was added to a solution of 5,17-bis[(diphenylphosphoryl)methyl]-4(24),6(10),12(16),18(22)-tetramethylenedioxy-2,8,14,20-tetrapentylresorcin[4]arene (0.150 g, 1.204 mmol) in CH_2Cl_2 (50 mL). The reaction mixture was stirred for 5 days under daylight. The solvent was removed in vacuo and the resulting yellow residue recrystallised in CH_2Cl_2 /hexane.

Discussion

The X-ray diffraction study revealed the presence in the solid state of two types of molecule distributed over two sites. One site is occupied by a U^{VI} complex of formula $[\text{U}^{\text{VI}}\text{O}_2\text{Cl}_2\text{L}]$ ($\text{L} = \text{resorcinarene(diphosphine oxide)} [1]$) (occupancy 100 %), while the other one is occupied either by the same U^{VI} complex or by a U^{V} complex of formula $[\text{U}^{\text{V}}\text{OCl}_3\text{L}]$ (occupancy 0.5:0.5). The chlorido atoms present in these molecules possibly originate from light-induced decomposition of dichloromethane molecules. During the complexation process partial reduction of U^{VI} to U^{V} was observed. The facile reduction of $[\text{UO}_2]^{2+}$ is well documented [2]. In both molecules, the uranium ion sits at the wider entrance of the conical receptor with one U–Cl vector placed inside the cavitand. In each case, the linear $\text{PO}=\text{U}=\text{OP}$ fragment is parallel to the plane defined by the eight oxygen atoms of the resorcinarene skeleton. All uranium metal ions lie in an octahedral environment with *trans* disposed phosphoryl oxygen atoms. The $\text{U} \cdots \text{OP}$ distances (2.312(5) Å and 2.322(5) Å in the U^{VI} com-

* Correspondence authors (e-mail: dsemeril@chimie.u-strasbg.fr, dmatt@chimie.u-strasbg.fr)

plex) lie in the range found in other uranyl-(phosphine oxide) complexes [3-7]. The *endo* oriented U—Cl bonds length are somewhat shorter than the *exo* ones. For example, in the U^{VI} complex the corresponding U—Cl bond lengths are 2.568(2) Å and 2.687(2) Å. The observed difference may be interpreted in terms of weak bonding interactions between the *exo* Cl atom and aromatic hydrogen atoms (PPh) of a neighbouring molecule. The two complexes described herein constitute the first examples of uranyl moieties entrapped in a molecular cavity.

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	colorless block, size 0.08 × 0.10 × 0.15 mm
Wavelength:	Mo K_{α} radiation (0.71073 Å)
μ :	21.45 cm ⁻¹
Diffractometer, scan mode:	CCD Sapphire 3 Xcalibur, ω
$2\theta_{\max}$:	54°
$N(hkl)_{\text{measured}}$, $N(hkl)_{\text{unique}}$:	10556, 32613
Criterion for I_{obs} , $N(hkl)_{\text{gt}}$:	$I_{\text{obs}} > 2 \sigma(I_{\text{obs}})$, 11905
$N(\text{param})_{\text{refined}}$:	1721
Programs:	SIR-97 [8], SHELXL-97 [9], PLATON [10]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	Occ.	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso}
H(1A)	2i		-0.0865	0.3588	0.0121	0.053
H(1B)	2i		-0.0075	0.4401	0.0158	0.053
H(4A)	2i		-0.0191	0.2073	0.0494	0.055
H(4B)	2i		-0.1308	0.1794	0.0424	0.055
H(6)	2i		0.0023	0.0548	0.0716	0.051
H(8A)	2i		0.2103	0.0375	0.1463	0.057
H(8B)	2i		0.2137	0.1109	0.1203	0.057
H(11A)	2i		0.5160	0.2241	0.1779	0.050
H(11B)	2i		0.4427	0.1402	0.1751	0.050
H(13A)	2i		0.5471	0.4037	0.1603	0.062
H(13B)	2i		0.4472	0.3640	0.1277	0.062
H(15)	2i		0.4413	0.5175	0.0859	0.053
H(17A)	2i		0.2152	0.5466	0.0544	0.064
H(17B)	2i		0.2226	0.4641	0.0566	0.064
H(19)	2i		0.1596	0.2802	-0.0734	0.045
H(21)	2i		-0.0606	0.1482	-0.0636	0.048
H(23)	2i		0.1634	0.1258	-0.0431	0.049
H(25)	2i		0.2544	0.0157	0.0336	0.050
H(27)	2i		0.3746	0.1895	-0.0070	0.046
H(29)	2i		0.5659	0.3484	0.0470	0.055
H(31)	2i		0.3701	0.3467	-0.0385	0.053
H(33)	2i		0.2531	0.4797	-0.0521	0.049
H(35A)	2i		-0.0001	0.0914	-0.1117	0.066
H(35B)	2i		0.0937	0.1631	-0.1033	0.066
H(36A)	2i		0.0104	0.2365	-0.1405	0.093
H(36B)	2i		0.0046	0.1665	-0.1724	0.093
H(37A)	2i		-0.1343	0.1823	-0.1325	0.132
H(37B)	2i		-0.1407	0.1025	-0.1542	0.132
H(38A)	2i		-0.1243	0.2351	-0.2068	0.197
H(38B)	2i		-0.1371	0.1531	-0.2281	0.197
H(39A)	2i		-0.2867	0.1714	-0.2419	0.300
H(39B)	2i		-0.2779	0.1849	-0.1891	0.300
H(39C)	2i		-0.2906	0.1033	-0.2107	0.300
H(40A)	2i		0.2818	0.0881	-0.0457	0.059
H(40B)	2i		0.2166	0.0024	-0.0449	0.059
H(41A)	2i		0.4162	0.0584	-0.0133	0.074
H(41B)	2i		0.3518	-0.0271	-0.0103	0.074
H(42A)	2i		0.3064	-0.0424	-0.0892	0.088
H(42B)	2i		0.3738	0.0421	-0.0914	0.088
H(43A)	2i		0.4317	-0.0771	-0.0607	0.132
H(43B)	2i		0.5010	0.0081	-0.0595	0.132
H(44A)	2i		0.5036	-0.0631	-0.1246	0.177
H(44B)	2i		0.4615	0.0014	-0.1404	0.177
H(44C)	2i		0.3929	-0.0840	-0.1415	0.177
H(45A)	2i		0.4637	0.2720	-0.0387	0.055

Table 2. Continued.

Atom	Site	Occ.	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso}
H(45B)	2i		0.5504	0.3498	-0.0327	0.055
H(46A)	2i		0.5644	0.2138	0.0036	0.081
H(46B)	2i		0.6506	0.2911	0.0075	0.081
H(47A)	2i		0.6386	0.2792	-0.0710	0.114
H(47B)	2i		0.5524	0.2014	-0.0747	0.114
H(48A)	2i		0.7429	0.2252	-0.0263	0.163
H(48B)	2i		0.6578	0.1493	-0.0247	0.163
H(49A)	2i		0.7445	0.1297	-0.0722	0.248
H(49B)	2i		0.7292	0.1967	-0.1008	0.248
H(49C)	2i		0.6423	0.1214	-0.1001	0.248
H(50A)	2i		0.2684	0.3546	-0.0988	0.054
H(50B)	2i		0.3340	0.4401	-0.1003	0.054
H(51A)	2i		0.1341	0.3893	-0.1309	0.073
H(51B)	2i		0.2037	0.4717	-0.1356	0.073
H(52A)	2i		0.1460	0.3979	-0.2042	0.093
H(52B)	2i		0.1947	0.3392	-0.1841	0.093
H(53A)	2i		0.3420	0.4312	-0.1753	0.145
H(53B)	2i		0.2957	0.4933	-0.1918	0.145
H(54A)	2i		0.3418	0.4452	-0.2527	0.373
H(54B)	2i		0.2304	0.4241	-0.2634	0.373
H(54C)	2i		0.2755	0.3616	-0.2469	0.373
H(56)	2i		-0.1599	0.4166	0.0765	0.069
H(57)	2i		-0.3034	0.3546	0.0981	0.090
H(58)	2i		-0.3277	0.2397	0.1295	0.093
H(59)	2i		-0.2102	0.1878	0.1447	0.083
H(60)	2i		-0.0651	0.2499	0.1260	0.063
H(62)	2i		-0.0213	0.5270	0.0665	0.066
H(63)	2i		0.0481	0.6485	0.0995	0.087
H(64)	2i		0.1701	0.6768	0.1621	0.102
H(65)	2i		0.2218	0.5820	0.1906	0.100
H(66)	2i		0.1514	0.4590	0.1585	0.078
H(68)	2i		0.3851	0.3710	0.2275	0.074
H(69)	2i		0.4805	0.4638	0.2844	0.089
H(70)	2i		0.6149	0.4505	0.3270	0.081
H(71)	2i		0.6475	0.3418	0.3179	0.069
H(72)	2i		0.5491	0.2464	0.2627	0.059
H(74)	2i		0.1927	0.1767	0.2119	0.063
H(75)	2i		0.1032	0.0744	0.2454	0.068
H(76)	2i		0.1692	-0.0109	0.2781	0.078
H(77)	2i		0.3239	0.0051	0.2780	0.069
H(78)	2i		0.4143	0.1047	0.2441	0.056
H(10A)	2i		1.0570	0.2133	0.2949	0.049
H(10B)	2i		1.0599	0.2983	0.2908	0.049
H(10C)	2i		0.9214	0.0912	0.3580	0.056
H(10D)	2i		0.9573	0.0430	0.3270	0.056
H(10E)	2i		0.8312	-0.0474	0.4123	0.046
H(10F)	2i		0.6812	0.0124	0.4364	0.055
H(10G)	2i		0.6132	-0.0664	0.4481	0.055
H(11C)	2i		0.5013	0.1331	0.4690	0.059
H(11D)	2i		0.5094	0.0512	0.4739	0.059
H(11E)	2i		0.6593	0.2680	0.4199	0.072
H(11F)	2i		0.5732	0.2957	0.4219	0.072
H(11G)	2i		0.7811	0.4181	0.3868	0.066
H(11H)	2i		0.8992	0.3478	0.3425	0.064
H(11I)	2i		0.9341	0.4132	0.3106	0.064
H(11J)	2i		1.1034	0.2910	0.4757	0.046
H(121)	2i		1.1262	0.1243	0.4348	0.045
H(123)	2i		1.0094	0.1503	0.5195	0.049
H(125)	2i		0.8001	0.0279	0.5479	0.050
H(127)	2i		0.8807	0.2269	0.5504	0.053
H(129)	2i		0.7559	0.3544	0.5270	0.058
H(131)	2i		0.9805	0.3718	0.5096	0.061
H(133)	2i		1.0939	0.4553	0.4230	0.063
H(13C)	2i		1.1795	0.1437	0.5147	0.048
H(13D)	2i		1.1611	0.2222	0.5129	0.048
H(13E)	2i		1.2903	0.1889	0.4680	0.064
H(13F)	2i		1.2741	0.2682	0.4690	0.064
H(13G)	2i		1.3517	0.2096	0.5462	0.068
H(13H)	2i		1.3393	0.2904	0.5457	0.068
H(13I)	2i		1.4478	0.3303	0.5000	0.098
H(13J)	2i		1.4591	0.2492	0.4992	0.098
H(13K)	2i		1.5862	0.3368	0.5502	0.141

Table 2. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	<i>U</i> _{iso}
H(13L)	2i		1.5288	0.2704	0.5765	0.141
H(13M)	2i		1.5153	0.3508	0.5782	0.141
H(14A)	2i		0.9526	0.0764	0.5935	0.058
H(14B)	2i		0.9558	0.1601	0.5836	0.058
H(14C)	2i		0.8325	0.0608	0.6315	0.066
H(14D)	2i		0.8271	0.1414	0.6190	0.066
H(14E)	2i		0.9040	0.1539	0.6928	0.089
H(14F)	2i		0.9792	0.2000	0.6649	0.089
H(14G)	2i		1.0422	0.1042	0.6653	0.127
H(14H)	2i		0.9591	0.0484	0.6853	0.127
H(14I)	2i		1.0979	0.0948	0.7434	0.377
H(14J)	2i		1.0200	0.1248	0.7562	0.377
H(14K)	2i		1.1037	0.1800	0.7361	0.377
H(14L)	2i		0.9061	0.4194	0.5720	0.069
H(14M)	2i		0.9292	0.3429	0.5712	0.069
H(14N)	2i		0.8026	0.2846	0.6086	0.095
H(14O)	2i		0.7835	0.3629	0.6107	0.095
H(14P)	2i		0.9607	0.3502	0.6527	0.134
H(14Q)	2i		0.9320	0.4228	0.6583	0.134
H(14R)	2i		0.8295	0.3608	0.7044	0.191
H(14S)	2i		0.8512	0.2849	0.6969	0.191
H(14T)	2i		0.9400	0.3493	0.7676	0.379
H(14U)	2i		0.9888	0.4224	0.7434	0.379
H(14V)	2i		1.0101	0.3462	0.7361	0.379
H(15A)	2i		1.1384	0.4829	0.5016	0.085
H(15B)	2i		1.1320	0.3971	0.5069	0.085
H(15C)	2i		1.2633	0.5007	0.4679	0.115
H(15D)	2i		1.2494	0.4189	0.4620	0.115
H(15E)	2i		1.2946	0.4974	0.5516	0.129
H(15F)	2i		1.2988	0.4149	0.5415	0.129
H(15G)	2i		1.4117	0.5460	0.5107	0.164
H(15H)	2i		1.4202	0.4637	0.5073	0.164
H(15I)	2i		1.5369	0.5392	0.5715	0.272
H(15J)	2i		1.4636	0.4698	0.5893	0.272
H(15K)	2i		1.4559	0.5522	0.5925	0.272
H(156)	2i		1.0098	0.1980	0.2080	0.051
H(157)	2i		0.9862	0.1044	0.1525	0.061
H(158)	2i		0.8575	−0.0067	0.1422	0.074
H(159)	2i		0.7469	−0.0204	0.1853	0.092
H(160)	2i		0.7668	0.0701	0.2422	0.072
H(162)	2i		1.0033	0.3429	0.2293	0.058
H(163)	2i		0.9684	0.4471	0.1998	0.068
H(164)	2i		0.8232	0.4563	0.1989	0.084
H(165)	2i		0.7101	0.3631	0.2265	0.090
H(166)	2i		0.7422	0.2580	0.2552	0.067
H(168)	2i		0.5156	−0.0077	0.3262	0.071
H(169)	2i		0.4513	−0.1356	0.3036	0.094
H(170)	2i		0.3694	−0.2192	0.3482	0.082
H(171)	2i		0.3455	−0.1773	0.4132	0.078
H(172)	2i		0.4100	−0.0508	0.4381	0.059
H(174)	2i		0.5037	0.2060	0.3478	0.068
H(175)	2i		0.3867	0.2602	0.3248	0.081
H(176)	2i		0.2383	0.2047	0.3404	0.083
H(177)	2i		0.2080	0.0986	0.3822	0.079
H(178)	2i		0.3229	0.0473	0.4075	0.061
C(301)	2i	0.50	0.1579	0.4011	0.6196	0.050
H(30A)	2i	0.50	0.1092	0.4154	0.6001	0.075
H(30B)	2i	0.50	0.2198	0.4345	0.6163	0.075

Table 2. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	<i>U</i> _{iso}
H(30C)	2i	0.50	0.1524	0.4058	0.6508	0.075
C(302)	2i	0.50	0.1466	0.3234	0.6070	0.050
H(30D)	2i	0.50	0.1512	0.3185	0.5753	0.060
H(30E)	2i	0.50	0.0837	0.2897	0.6099	0.060
C(303)	2i	0.50	0.2250	0.2982	0.6381	0.050
H(30F)	2i	0.50	0.2869	0.3330	0.6347	0.060
H(30G)	2i	0.50	0.2208	0.3062	0.6696	0.060
C(304)	2i	0.50	0.2241	0.2250	0.6315	0.050
H(30H)	2i	0.50	0.2422	0.2202	0.6025	0.060
H(30I)	2i	0.50	0.1588	0.1903	0.6285	0.060
C(305)	2i	0.50	0.2889	0.1967	0.6685	0.050
H(30J)	2i	0.50	0.3524	0.2241	0.6633	0.060
H(30K)	2i	0.50	0.2860	0.2219	0.6965	0.060
C(306)	2i	0.50	0.2946	0.1404	0.6797	0.050
H(30L)	2i	0.50	0.3477	0.1500	0.7052	0.075
H(30M)	2i	0.50	0.3043	0.1126	0.6548	0.075
H(30N)	2i	0.50	0.2367	0.1104	0.6887	0.075
C(307)	2i	0.50	0.3730	0.6644	0.2737	0.050
H(30O)	2i	0.50	0.4377	0.6981	0.2758	0.075
H(30P)	2i	0.50	0.3392	0.6905	0.2879	0.075
H(30Q)	2i	0.50	0.3420	0.6500	0.2421	0.075
C(308)	2i	0.50	0.3730	0.6119	0.2914	0.050
H(30R)	2i	0.50	0.4123	0.6351	0.3211	0.060
H(30S)	2i	0.50	0.4151	0.5955	0.2764	0.060
C(309)	2i	0.50	0.3163	0.5404	0.3037	0.050
H(30T)	2i	0.50	0.2571	0.5492	0.3044	0.060
H(30U)	2i	0.50	0.3021	0.5072	0.2759	0.060
C(310)	2i	0.50	0.3186	0.4931	0.3348	0.050
H(31A)	2i	0.50	0.2935	0.5138	0.3574	0.060
H(31B)	2i	0.50	0.3868	0.5093	0.3474	0.060
C(311)	2i	0.50	0.2836	0.3973	0.3453	0.050
H(31C)	2i	0.50	0.2153	0.3784	0.3328	0.060
H(31D)	2i	0.50	0.3108	0.3747	0.3245	0.060
C(312)	2i	0.50	0.2887	0.3755	0.3667	0.050
H(31E)	2i	0.50	0.2591	0.3211	0.3585	0.075
H(31F)	2i	0.50	0.2581	0.3909	0.3885	0.075
H(31G)	2i	0.50	0.3553	0.3872	0.3800	0.075
C(313)	2i	0.50	0.6362	0.4742	0.8145	0.050
H(31H)	2i	0.50	0.6390	0.5268	0.8175	0.075
H(31I)	2i	0.50	0.6515	0.4641	0.7859	0.075
H(31J)	2i	0.50	0.6814	0.4656	0.8392	0.075
C(314)	2i	0.50	0.5467	0.4263	0.8157	0.050
H(31K)	2i	0.50	0.5052	0.4413	0.7916	0.060
H(31L)	2i	0.50	0.5347	0.4428	0.8441	0.060
C(315)	2i	0.50	0.4979	0.3263	0.8120	0.050
H(31M)	2i	0.50	0.4664	0.3080	0.7805	0.060
H(31N)	2i	0.50	0.5496	0.3060	0.8200	0.060
C(316)	2i	0.50	0.4174	0.2894	0.8460	0.050
H(31O)	2i	0.50	0.4554	0.2951	0.8768	0.060
H(31P)	2i	0.50	0.3823	0.3247	0.8459	0.060
C(317)	2i	0.50	0.3450	0.2117	0.8407	0.050
H(31Q)	2i	0.50	0.3033	0.2043	0.8107	0.060
H(31R)	2i	0.50	0.3772	0.1742	0.8416	0.060
C(318)	2i	0.50	0.2969	0.1988	0.8688	0.050
H(31S)	2i	0.50	0.2519	0.1471	0.8627	0.075
H(31T)	2i	0.50	0.2630	0.2345	0.8676	0.075
H(31U)	2i	0.50	0.3371	0.2044	0.8986	0.075

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	Occ.	x	y	z	<i>U</i> ₁₁	<i>U</i> ₂₂	<i>U</i> ₃₃	<i>U</i> ₁₂	<i>U</i> ₁₃	<i>U</i> ₂₃
U(1)	2i		0.19753(2)	0.30178(2)	0.13122(1)	0.0317(2)	0.0455(2)	0.0438(3)	0.0141(2)	0.0060(2)	0.0162(2)
P(1)	2i		0.0102(2)	0.3851(1)	0.08322(9)	0.036(1)	0.051(2)	0.043(2)	0.022(1)	0.006(1)	0.014(1)
P(2)	2i		0.3791(2)	0.2270(1)	0.19753(8)	0.032(1)	0.043(1)	0.043(2)	0.017(1)	0.002(1)	0.015(1)
Cl(1)	2i		0.2307(2)	0.2758(1)	0.05453(8)	0.043(1)	0.050(1)	0.045(2)	0.014(1)	0.012(1)	0.016(1)
Cl(2)	2i		0.1675(2)	0.3302(1)	0.21233(8)	0.048(2)	0.065(2)	0.044(2)	0.021(1)	0.010(1)	0.013(1)
O(1)	2i		0.0773(3)	0.3431(3)	0.0972(2)	0.031(3)	0.049(4)	0.039(4)	0.020(3)	0.005(3)	0.005(3)
O(2)	2i		0.3147(3)	0.2593(3)	0.1668(2)	0.034(3)	0.043(3)	0.035(4)	0.016(3)	0.006(3)	0.012(3)

Table 3. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
O(3)	2i		0.2829(4)	0.3986(4)	0.1366(2)	0.055(4)	0.097(5)	0.050(5)	0.058(4)	0.016(3)	0.037(4)
O(4)	2i		0.1142(4)	0.2107(3)	0.1284(2)	0.036(3)	0.043(3)	0.049(4)	0.013(3)	0.005(3)	0.012(3)
O(5)	2i		−0.0823(4)	0.2341(3)	−0.0083(2)	0.026(3)	0.050(4)	0.059(5)	0.008(3)	0.007(3)	0.008(3)
O(6)	2i		−0.0845(4)	0.1133(3)	0.0114(2)	0.037(4)	0.042(4)	0.050(4)	0.004(3)	0.016(3)	0.006(3)
O(7)	2i		0.1483(4)	0.0162(3)	0.0834(2)	0.044(4)	0.031(3)	0.044(4)	−0.002(3)	0.005(3)	0.013(3)
O(8)	2i		0.3116(4)	0.0700(3)	0.1132(2)	0.055(4)	0.037(3)	0.043(4)	0.020(3)	0.010(3)	0.019(3)
O(9)	2i		0.5390(4)	0.3148(3)	0.1233(2)	0.031(3)	0.041(4)	0.047(4)	0.006(3)	0.002(3)	0.000(3)
O(10)	2i		0.5407(4)	0.4346(3)	0.0984(2)	0.038(4)	0.046(4)	0.054(5)	−0.005(3)	0.005(3)	0.009(3)
O(11)	2i		0.3095(4)	0.5323(3)	0.0248(2)	0.054(4)	0.030(3)	0.055(5)	0.006(3)	0.009(3)	0.013(3)
O(12)	2i		0.1467(4)	0.4785(3)	0.0001(2)	0.054(4)	0.035(4)	0.043(4)	0.019(3)	−0.001(3)	0.010(3)
C(1)	2i		−0.0188(6)	0.3871(5)	0.0228(3)	0.042(6)	0.041(5)	0.045(7)	0.016(5)	−0.006(5)	0.012(5)
C(2)	2i		0.0348(6)	0.3547(5)	−0.0029(3)	0.031(5)	0.042(5)	0.036(6)	0.020(4)	0.001(4)	0.012(4)
C(3)	2i		0.0010(6)	0.2782(5)	−0.0186(3)	0.029(5)	0.044(6)	0.032(6)	0.011(4)	0.003(4)	0.011(4)
C(4)	2i		−0.0785(6)	0.1845(5)	0.0271(3)	0.035(5)	0.055(6)	0.044(7)	0.009(5)	0.012(5)	0.012(5)
C(5)	2i		0.0008(6)	0.1028(4)	0.0121(3)	0.034(5)	0.028(5)	0.042(6)	−0.006(4)	0.010(5)	0.002(4)
C(6)	2i		0.0350(6)	0.0686(4)	0.0480(3)	0.040(6)	0.024(5)	0.049(7)	−0.009(4)	0.014(5)	−0.003(4)
C(7)	2i		0.1180(7)	0.0550(4)	0.0489(3)	0.049(6)	0.025(5)	0.043(7)	0.001(4)	0.002(5)	0.005(4)
C(8)	2i		0.2196(6)	0.0604(5)	0.1178(3)	0.053(6)	0.046(6)	0.049(7)	0.016(5)	0.021(5)	0.023(5)
C(9)	2i		0.3570(6)	0.1311(4)	0.0907(3)	0.033(5)	0.033(5)	0.044(6)	0.014(4)	0.010(4)	0.013(5)
C(10)	2i		0.4226(6)	0.1926(5)	0.1177(3)	0.034(5)	0.039(5)	0.037(6)	0.017(4)	0.013(4)	0.015(5)
C(11)	2i		0.4492(6)	0.1924(5)	0.1676(3)	0.030(5)	0.046(5)	0.052(7)	0.021(4)	0.003(5)	0.009(5)
C(12)	2i		0.4697(6)	0.2539(5)	0.0960(3)	0.028(5)	0.043(6)	0.052(7)	0.016(4)	0.007(5)	−0.001(5)
C(13)	2i		0.5156(6)	0.3797(5)	0.1297(3)	0.031(5)	0.064(7)	0.042(7)	−0.004(5)	0.002(5)	0.009(5)
C(14)	2i		0.4715(6)	0.4313(5)	0.0600(3)	0.028(5)	0.037(5)	0.043(7)	−0.005(5)	0.006(5)	0.013(5)
C(15)	2i		0.4259(6)	0.4821(5)	0.0607(3)	0.036(6)	0.030(5)	0.049(7)	−0.011(4)	0.007(5)	0.006(5)
C(16)	2i		0.3570(6)	0.4806(5)	0.0240(3)	0.032(5)	0.032(5)	0.043(7)	−0.005(4)	0.013(5)	0.013(5)
C(17)	2i		0.2232(6)	0.5054(5)	0.0369(3)	0.052(7)	0.040(6)	0.064(8)	0.009(5)	0.013(6)	0.015(5)
C(18)	2i		0.1174(6)	0.4023(5)	−0.0137(3)	0.042(6)	0.038(5)	0.028(6)	0.023(5)	0.000(4)	0.011(4)
C(19)	2i		0.1274(5)	0.2994(5)	−0.0554(3)	0.032(5)	0.042(5)	0.038(6)	0.015(4)	0.001(4)	0.016(5)
C(20)	2i		0.0458(6)	0.2495(4)	−0.0453(3)	0.037(5)	0.033(5)	0.036(6)	0.015(4)	−0.001(4)	0.005(4)
C(21)	2i		0.0089(6)	0.1656(4)	−0.0607(3)	0.034(5)	0.040(5)	0.040(6)	0.007(4)	0.008(4)	0.009(5)
C(22)	2i		0.0464(6)	0.1249(4)	−0.0228(3)	0.033(5)	0.027(5)	0.045(6)	0.001(4)	0.009(4)	0.005(4)
C(23)	2i		0.1300(6)	0.1102(4)	−0.0199(3)	0.046(6)	0.020(4)	0.049(7)	−0.007(4)	0.025(5)	0.005(4)
C(24)	2i		0.1676(6)	0.0748(4)	0.0140(3)	0.040(6)	0.025(5)	0.042(6)	−0.004(4)	0.013(5)	−0.003(4)
C(25)	2i		0.2585(6)	0.0613(4)	0.0165(3)	0.052(6)	0.032(5)	0.038(6)	0.012(4)	0.008(5)	0.013(4)
C(26)	2i		0.3362(6)	0.1268(5)	0.0445(3)	0.035(5)	0.041(5)	0.037(6)	0.017(4)	0.007(4)	0.014(5)
C(27)	2i		0.3865(5)	0.1905(4)	0.0248(3)	0.033(5)	0.044(5)	0.041(6)	0.016(4)	0.011(4)	0.013(5)
C(28)	2i		0.4525(5)	0.2545(5)	0.0494(3)	0.027(5)	0.042(5)	0.050(7)	0.014(4)	0.015(5)	0.014(5)
C(29)	2i		0.5033(6)	0.3233(5)	0.0266(3)	0.026(5)	0.058(6)	0.044(7)	0.001(5)	0.007(4)	0.014(5)
C(30)	2i		0.4535(6)	0.3797(5)	0.0239(3)	0.027(5)	0.041(6)	0.054(7)	0.002(4)	0.017(5)	0.019(5)
C(31)	2i		0.3837(6)	0.3810(5)	−0.0130(3)	0.034(5)	0.041(5)	0.047(7)	−0.006(5)	0.019(5)	0.012(5)
C(32)	2i		0.3339(6)	0.4301(5)	−0.0140(3)	0.031(5)	0.042(6)	0.045(7)	−0.003(5)	0.012(5)	0.013(5)
C(33)	2i		0.2563(6)	0.4276(4)	−0.0516(3)	0.057(6)	0.030(5)	0.033(6)	0.010(4)	0.012(5)	0.014(4)
C(34)	2i		0.1642(5)	0.3759(4)	−0.0406(3)	0.031(5)	0.033(5)	0.035(6)	0.006(4)	0.002(4)	0.015(4)
C(35)	2i		0.0252(6)	0.1470(5)	−0.1056(3)	0.047(6)	0.047(6)	0.058(8)	0.008(5)	−0.003(5)	0.004(5)
C(36)	2i		−0.0156(8)	0.1807(6)	−0.1458(4)	0.066(8)	0.087(9)	0.070(9)	0.025(7)	−0.006(7)	0.008(7)
C(37)	2i		−0.114(1)	0.1579(8)	−0.1554(5)	0.14(1)	0.10(1)	0.10(1)	0.06(1)	0.01(1)	0.030(9)
C(38)	2i		−0.153(1)	0.180(1)	−0.2048(6)	0.19(2)	0.21(2)	0.12(2)	0.14(2)	−0.05(1)	−0.04(1)
C(39)	2i		−0.262(1)	0.158(1)	−0.2123(6)	0.22(2)	0.26(2)	0.14(2)	0.17(2)	−0.06(2)	−0.06(2)
C(40)	2i		0.2738(6)	0.0428(5)	−0.0286(3)	0.050(6)	0.041(5)	0.052(7)	0.012(5)	0.008(5)	0.010(5)
C(41)	2i		0.3581(7)	0.0172(6)	−0.0281(3)	0.089(8)	0.064(7)	0.038(7)	0.030(6)	0.021(6)	0.004(5)
C(42)	2i		0.3659(7)	−0.0030(6)	−0.0742(4)	0.060(7)	0.095(9)	0.08(1)	0.053(7)	0.008(7)	0.006(7)
C(43)	2i		0.442(1)	−0.0298(8)	−0.0760(5)	0.11(1)	0.15(1)	0.09(1)	0.07(1)	0.018(9)	0.01(1)
C(44)	2i		0.4508(9)	−0.0454(8)	−0.1253(5)	0.11(1)	0.16(1)	0.13(2)	0.09(1)	0.02(1)	0.00(1)
C(45)	2i		0.5233(6)	0.3029(5)	−0.0185(3)	0.032(5)	0.049(6)	0.055(7)	0.010(5)	0.010(5)	0.015(5)
C(46)	2i		0.5909(7)	0.2592(6)	−0.0121(4)	0.049(7)	0.091(8)	0.059(8)	0.014(6)	0.020(6)	−0.002(7)
C(47)	2i		0.6114(8)	0.2344(7)	−0.0550(4)	0.060(8)	0.11(1)	0.10(1)	0.017(8)	0.019(8)	−0.019(9)
C(48)	2i		0.6827(9)	0.190(1)	−0.0439(5)	0.065(9)	0.26(2)	0.10(1)	0.08(1)	0.006(8)	−0.08(1)
C(49)	2i		0.701(1)	0.157(1)	−0.0823(6)	0.15(2)	0.19(2)	0.17(2)	0.08(1)	0.02(1)	−0.01(2)
C(50)	2i		0.2709(6)	0.4077(5)	−0.0971(3)	0.046(6)	0.042(5)	0.039(7)	0.002(4)	0.010(5)	0.016(5)
C(51)	2i		0.1970(7)	0.4176(5)	−0.1364(3)	0.078(8)	0.045(6)	0.050(8)	0.006(5)	0.020(6)	0.021(5)
C(52)	2i		0.1999(8)	0.3930(6)	−0.1827(4)	0.090(9)	0.074(8)	0.066(9)	0.018(7)	0.026(7)	0.014(7)
C(53)	2i		0.288(1)	0.4391(8)	−0.1951(4)	0.17(2)	0.14(1)	0.05(1)	0.05(1)	0.007(9)	−0.003(9)
C(54)	2i		0.284(2)	0.415(1)	−0.2439(6)	0.31(3)	0.29(3)	0.07(2)	−0.01(2)	0.08(2)	−0.01(2)
C(55)	2i		−0.0982(6)	0.3391(5)	0.0997(3)	0.035(5)	0.064(6)	0.041(6)	0.020(5)	0.009(5)	0.017(5)
C(56)	2i		−0.1695(7)	0.3708(6)	0.0907(3)	0.049(6)	0.080(7)	0.050(7)	0.029(6)	0.009(5)	0.023(6)
C(57)	2i		−0.2550(7)	0.3333(7)	0.1030(4)	0.034(6)	0.13(1)	0.065(9)	0.036(7)	0.010(6)	0.025(8)
C(58)	2i		−0.2688(8)	0.2653(7)	0.1222(4)	0.042(7)	0.11(1)	0.070(9)	0.013(7)	0.017(6)	0.034(8)
C(59)	2i		−0.1995(7)	0.2341(6)	0.1311(3)	0.056(7)	0.092(8)	0.050(8)	0.011(7)	0.014(6)	0.027(6)

Table 3. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(60)	2i		−0.1135(6)	0.2710(5)	0.1199(3)	0.042(6)	0.070(7)	0.045(7)	0.020(5)	0.002(5)	0.023(5)
C(61)	2i		0.0597(6)	0.4796(5)	0.1080(3)	0.037(6)	0.061(6)	0.041(7)	0.026(5)	0.012(5)	0.014(5)
C(62)	2i		0.0291(7)	0.5378(6)	0.0918(3)	0.072(7)	0.056(7)	0.044(7)	0.041(6)	−0.003(5)	0.006(6)
C(63)	2i		0.0698(8)	0.6098(6)	0.1115(4)	0.12(1)	0.060(8)	0.051(8)	0.053(7)	0.001(7)	0.005(6)
C(64)	2i		0.1417(9)	0.6266(7)	0.1484(4)	0.11(1)	0.064(8)	0.060(9)	0.020(7)	−0.020(7)	−0.016(7)
C(65)	2i		0.1717(8)	0.5707(7)	0.1651(4)	0.081(9)	0.077(9)	0.09(1)	0.040(7)	−0.019(7)	−0.010(8)
C(66)	2i		0.1305(8)	0.4975(6)	0.1457(4)	0.086(8)	0.061(7)	0.052(8)	0.040(6)	−0.003(6)	0.000(6)
C(67)	2i		0.4555(6)	0.2986(4)	0.2392(3)	0.037(5)	0.033(5)	0.047(6)	0.020(4)	0.007(5)	0.015(4)
C(68)	2i		0.4378(7)	0.3638(6)	0.2460(3)	0.063(7)	0.074(8)	0.052(8)	0.035(6)	−0.001(6)	0.001(6)
C(69)	2i		0.4955(8)	0.4199(6)	0.2794(4)	0.094(9)	0.056(7)	0.08(1)	0.052(7)	−0.011(8)	−0.015(7)
C(70)	2i		0.5741(7)	0.4113(6)	0.3051(4)	0.060(8)	0.055(7)	0.078(9)	0.019(6)	−0.003(6)	−0.008(6)
C(71)	2i		0.5938(7)	0.3479(6)	0.2996(3)	0.053(7)	0.055(7)	0.060(8)	0.022(6)	−0.007(6)	0.003(6)
C(72)	2i		0.5349(6)	0.2911(5)	0.2666(3)	0.054(6)	0.044(6)	0.052(7)	0.020(5)	0.011(5)	0.016(5)
C(73)	2i		0.3116(6)	0.1509(4)	0.2247(3)	0.044(6)	0.031(5)	0.029(6)	0.010(4)	0.001(4)	0.005(4)
C(74)	2i		0.2198(7)	0.1416(5)	0.2252(3)	0.051(6)	0.065(7)	0.040(7)	0.017(5)	0.010(5)	0.024(5)
C(75)	2i		0.1666(7)	0.0808(5)	0.2452(3)	0.045(6)	0.067(7)	0.054(7)	0.016(5)	0.008(5)	0.018(6)
C(76)	2i		0.2055(8)	0.0305(6)	0.2645(3)	0.069(8)	0.059(7)	0.063(8)	0.015(6)	0.013(6)	0.027(6)
C(77)	2i		0.2971(7)	0.0400(5)	0.2642(3)	0.061(7)	0.050(6)	0.062(8)	0.020(5)	0.015(6)	0.022(5)
C(78)	2i		0.3512(6)	0.0991(5)	0.2444(3)	0.051(6)	0.042(5)	0.052(7)	0.023(5)	0.008(5)	0.012(5)
U(101)	2i		0.72177(2)	0.15413(2)	0.34430(1)	0.0398(2)	0.0493(2)	0.0440(3)	0.0202(2)	0.0113(2)	0.0159(2)
P(101)	2i		0.9047(2)	0.2155(1)	0.27307(8)	0.037(1)	0.047(1)	0.041(2)	0.016(1)	0.010(1)	0.018(1)
P(102)	2i		0.5140(2)	0.0843(1)	0.40081(9)	0.037(1)	0.060(2)	0.040(2)	0.022(1)	0.012(1)	0.017(1)
Cl(11)	2i		0.8414(2)	0.1926(1)	0.41954(8)	0.047(1)	0.065(2)	0.043(2)	0.024(1)	0.007(1)	0.016(1)
Cl(12)	2i		0.5990(2)	0.1122(1)	0.26590(8)	0.046(1)	0.066(2)	0.046(2)	0.021(1)	0.003(1)	0.010(1)
Cl(13)	2i	0.359(6)	0.7214(8)	0.0179(4)	0.3403(4)	0.038(4)	0.031(5)	0.047(5)	0.020(4)	0.009(3)	0.010(4)
O(104)	2i	0.641	0.723(1)	0.0550(8)	0.3478(5)	0.052(8)	0.08(1)	0.034(8)	0.04(1)	0.019(6)	0.027(9)
O(101)	2i		0.8400(4)	0.1838(3)	0.3045(2)	0.037(3)	0.055(4)	0.044(4)	0.015(3)	0.012(3)	0.023(3)
O(102)	2i		0.5995(4)	0.1218(3)	0.3821(2)	0.037(4)	0.060(4)	0.046(4)	0.021(3)	0.012(3)	0.021(3)
O(103)	2i		0.7178(4)	0.2460(3)	0.3412(2)	0.058(4)	0.052(4)	0.034(4)	0.013(3)	0.010(3)	0.005(3)
O(105)	2i		1.0560(4)	0.1385(3)	0.3561(2)	0.033(3)	0.042(4)	0.048(4)	0.016(3)	0.006(3)	0.011(3)
O(106)	2i		0.9860(4)	0.0283(3)	0.3911(2)	0.059(4)	0.044(4)	0.038(4)	0.025(3)	0.005(3)	0.011(3)
O(107)	2i		0.7486(4)	−0.0457(3)	0.4751(2)	0.051(4)	0.039(3)	0.049(4)	0.016(3)	0.012(3)	0.023(3)
O(108)	2i		0.6493(4)	0.0156(3)	0.4947(2)	0.045(4)	0.051(4)	0.047(5)	0.019(3)	0.015(3)	0.018(3)
O(109)	2i		0.6197(4)	0.2564(3)	0.4778(2)	0.060(4)	0.060(4)	0.045(5)	0.036(4)	0.010(3)	0.010(4)
O(110)	2i		0.6956(5)	0.3695(4)	0.4488(2)	0.069(5)	0.052(4)	0.060(5)	0.038(4)	0.008(4)	0.006(4)
O(111)	2i		0.9485(4)	0.4508(3)	0.3734(2)	0.077(5)	0.038(4)	0.054(5)	0.022(3)	0.005(4)	0.013(4)
O(112)	2i		1.0353(4)	0.3838(3)	0.3460(2)	0.053(4)	0.043(4)	0.049(5)	0.009(3)	0.005(3)	0.019(3)
C(101)	2i		1.0277(5)	0.2499(5)	0.3023(3)	0.035(5)	0.053(6)	0.036(6)	0.016(4)	0.013(4)	0.018(5)
C(102)	2i		1.0441(5)	0.2615(5)	0.3513(3)	0.026(5)	0.047(6)	0.040(6)	0.011(4)	0.005(4)	0.013(5)
C(103)	2i		1.0603(6)	0.2052(5)	0.3783(4)	0.028(5)	0.044(6)	0.055(8)	0.012(4)	0.009(5)	0.004(5)
C(104)	2i		0.9742(6)	0.0739(5)	0.3559(3)	0.047(6)	0.047(6)	0.046(7)	0.021(5)	0.003(5)	0.008(5)
C(105)	2i		0.9560(6)	0.0419(5)	0.4289(3)	0.054(6)	0.037(5)	0.033(6)	0.027(5)	0.001(5)	0.006(5)
C(106)	2i		0.8684(6)	−0.0068(4)	0.4341(3)	0.038(6)	0.030(5)	0.049(7)	0.016(4)	0.002(5)	0.008(5)
C(107)	2i		0.8388(6)	0.0063(5)	0.4712(3)	0.047(6)	0.041(6)	0.043(7)	0.024(5)	0.010(5)	0.017(5)
C(108)	2i		0.6689(6)	−0.0215(5)	0.4606(3)	0.031(5)	0.046(6)	0.055(7)	0.006(5)	0.012(5)	0.013(5)
C(109)	2i		0.6909(6)	0.0940(5)	0.5008(3)	0.047(6)	0.037(5)	0.039(6)	0.013(5)	0.015(5)	0.013(5)
C(110)	2i		0.6380(6)	0.1363(5)	0.4845(3)	0.034(5)	0.042(6)	0.045(7)	0.020(5)	0.007(5)	0.009(5)
C(111)	2i		0.5356(6)	0.1003(5)	0.4615(3)	0.041(6)	0.066(6)	0.045(7)	0.023(5)	0.012(5)	0.016(5)
C(112)	2i		0.6757(6)	0.2138(6)	0.4928(3)	0.049(6)	0.067(7)	0.025(6)	0.038(6)	0.010(5)	0.004(5)
C(113)	2i		0.6342(7)	0.2955(6)	0.4391(3)	0.064(7)	0.059(7)	0.057(8)	0.035(6)	−0.009(6)	0.009(6)
C(114)	2i		0.7869(8)	0.3804(5)	0.4490(3)	0.076(8)	0.033(5)	0.036(7)	0.020(5)	0.006(6)	−0.002(5)
C(115)	2i		0.8213(7)	0.4081(5)	0.4118(4)	0.047(7)	0.035(5)	0.082(9)	0.022(5)	−0.003(6)	0.003(5)
C(116)	2i		0.9134(8)	0.4211(5)	0.4110(3)	0.084(8)	0.024(5)	0.041(7)	0.023(5)	0.002(6)	−0.001(5)
C(117)	2i		0.9491(7)	0.3963(5)	0.3408(3)	0.060(7)	0.044(6)	0.054(8)	0.021(5)	0.004(5)	0.014(5)
C(118)	2i		1.0494(6)	0.3273(5)	0.3736(3)	0.041(6)	0.040(6)	0.040(7)	0.010(4)	0.004(5)	0.015(5)
C(119)	2i		1.0885(5)	0.2834(5)	0.4439(3)	0.035(5)	0.041(6)	0.031(6)	0.008(4)	−0.004(4)	0.000(5)
C(120)	2i		1.0845(5)	0.2160(5)	0.4245(3)	0.026(5)	0.039(5)	0.046(7)	0.011(4)	0.004(4)	0.011(5)
C(121)	2i		1.1019(5)	0.1544(5)	0.4533(3)	0.030(5)	0.044(5)	0.046(6)	0.020(4)	0.010(4)	0.012(5)
C(122)	2i		1.0084(6)	0.1001(5)	0.4610(3)	0.035(5)	0.048(6)	0.049(7)	0.030(5)	0.009(5)	0.021(5)
C(123)	2i		0.9726(6)	0.1096(5)	0.4977(3)	0.036(5)	0.033(5)	0.049(7)	0.012(4)	−0.003(5)	0.013(5)
C(124)	2i		0.8875(6)	0.0645(5)	0.5049(3)	0.048(6)	0.031(5)	0.038(6)	0.021(5)	0.000(5)	0.004(5)
C(125)	2i		0.8439(6)	0.0782(5)	0.5427(3)	0.049(6)	0.037(5)	0.039(6)	0.014(4)	0.007(5)	0.014(5)
C(126)	2i		0.7829(6)	0.1254(5)	0.5256(3)	0.045(6)	0.046(6)	0.040(6)	0.023(5)	0.017(5)	0.019(5)
C(127)	2i		0.8185(6)	0.2039(5)	0.5335(3)	0.049(6)	0.051(6)	0.030(6)	0.019(5)	−0.003(4)	0.002(5)
C(128)	2i		0.7684(7)	0.2496(5)	0.5183(3)	0.064(7)	0.051(6)	0.036(6)	0.031(5)	0.016(5)	0.007(5)
C(129)	2i		0.8095(7)	0.3367(5)	0.5258(3)	0.071(7)	0.041(6)	0.037(7)	0.032(5)	0.000(5)	−0.005(5)
C(130)	2i		0.8462(7)	0.3669(5)	0.4862(3)	0.060(7)	0.041(6)	0.045(7)	0.026(5)	0.001(5)	−0.002(5)
C(131)	2i		0.9399(8)	0.3807(5)	0.4844(3)	0.081(8)	0.035(5)	0.035(7)	0.029(5)	−0.003(6)	−0.002(5)
C(132)	2i		0.9762(7)	0.4072(5)	0.4469(4)	0.062(7)	0.029(5)	0.061(8)	0.024(5)	−0.002(6)	−0.004(5)

Table 3. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(133)	2i		1.0741(7)	0.4145(5)	0.4434(3)	0.066(7)	0.034(5)	0.048(7)	0.017(5)	−0.008(5)	0.002(5)
C(134)	2i		1.0720(6)	0.3411(5)	0.4197(3)	0.038(6)	0.048(6)	0.048(7)	0.015(5)	0.003(5)	0.012(5)
C(135)	2i		1.1779(5)	0.1857(5)	0.4958(3)	0.038(5)	0.040(5)	0.049(7)	0.023(4)	0.008(5)	0.013(5)
C(136)	2i		1.2753(6)	0.2247(5)	0.4867(3)	0.040(6)	0.068(7)	0.050(7)	0.021(5)	0.000(5)	0.007(5)
C(137)	2i		1.3522(6)	0.2524(5)	0.5278(3)	0.052(7)	0.054(6)	0.056(8)	0.017(5)	−0.007(5)	−0.002(5)
C(138)	2i		1.4470(7)	0.2868(7)	0.5179(4)	0.045(7)	0.11(1)	0.07(1)	0.018(7)	0.001(6)	−0.026(7)
C(139)	2i		1.5264(8)	0.3136(7)	0.5594(4)	0.068(8)	0.12(1)	0.09(1)	0.035(8)	0.004(7)	−0.016(8)
C(140)	2i		0.9136(6)	0.1088(5)	0.5870(3)	0.063(6)	0.048(6)	0.034(6)	0.024(5)	0.002(5)	0.014(5)
C(141)	2i		0.8704(7)	0.1127(5)	0.6265(3)	0.064(7)	0.067(7)	0.033(7)	0.025(6)	0.004(5)	0.014(5)
C(142)	2i		0.9389(8)	0.1488(6)	0.6697(4)	0.083(9)	0.083(8)	0.062(9)	0.035(7)	0.017(7)	0.015(7)
C(143)	2i		1.0000(9)	0.1018(8)	0.6862(4)	0.10(1)	0.17(1)	0.06(1)	0.06(1)	0.006(8)	0.007(9)
C(144)	2i		1.061(1)	0.128(1)	0.7351(6)	0.16(2)	0.54(4)	0.10(2)	0.21(2)	−0.04(1)	−0.10(2)
C(145)	2i		0.8780(7)	0.3637(5)	0.5700(3)	0.072(7)	0.049(6)	0.048(7)	0.021(5)	0.005(6)	0.000(5)
C(146)	2i		0.8327(8)	0.3402(6)	0.6108(4)	0.108(9)	0.068(8)	0.047(8)	0.018(7)	0.005(7)	−0.013(6)
C(147)	2i		0.908(1)	0.3669(7)	0.6555(4)	0.15(1)	0.089(9)	0.051(9)	−0.013(9)	0.025(9)	−0.012(7)
C(148)	2i		0.879(1)	0.341(1)	0.6994(6)	0.17(2)	0.18(2)	0.10(2)	0.02(1)	0.05(1)	0.02(1)
C(149)	2i		0.962(2)	0.367(1)	0.7404(6)	0.23(2)	0.34(3)	0.07(2)	−0.02(2)	−0.03(2)	−0.05(2)
C(150)	2i		1.1453(7)	0.4386(5)	0.4869(4)	0.072(8)	0.042(6)	0.078(9)	0.015(6)	−0.023(6)	−0.017(6)
C(151)	2i		1.2438(8)	0.4585(7)	0.4817(4)	0.075(9)	0.071(8)	0.11(1)	0.022(7)	−0.042(8)	−0.005(8)
C(152)	2i		1.3092(9)	0.4655(7)	0.5302(5)	0.08(1)	0.070(9)	0.18(2)	0.022(8)	0.05(1)	−0.017(9)
C(153)	2i		1.404(1)	0.4988(9)	0.5258(6)	0.11(1)	0.15(1)	0.15(2)	0.05(1)	0.01(1)	−0.06(1)
C(154)	2i		1.472(1)	0.517(1)	0.5745(6)	0.14(2)	0.26(2)	0.13(2)	0.12(2)	−0.07(1)	−0.07(2)
C(155)	2i		0.8902(6)	0.1447(5)	0.2313(3)	0.033(5)	0.049(6)	0.041(6)	0.017(5)	0.003(4)	0.016(5)
C(156)	2i		0.9560(6)	0.1535(5)	0.2039(3)	0.040(6)	0.047(6)	0.043(7)	0.017(5)	0.009(5)	0.011(5)
C(157)	2i		0.9419(6)	0.0975(5)	0.1710(3)	0.044(6)	0.057(6)	0.051(7)	0.014(5)	0.015(5)	0.017(6)
C(158)	2i		0.8654(7)	0.0320(5)	0.1644(4)	0.057(7)	0.055(7)	0.063(8)	0.006(6)	0.016(6)	−0.004(6)
C(159)	2i		0.8011(8)	0.0239(6)	0.1905(4)	0.070(8)	0.060(7)	0.08(1)	−0.011(6)	0.029(7)	−0.007(7)
C(160)	2i		0.8121(7)	0.0781(6)	0.2241(4)	0.052(7)	0.066(7)	0.064(8)	0.013(6)	0.030(6)	0.015(6)
C(161)	2i		0.8778(7)	0.2912(5)	0.2466(3)	0.057(7)	0.046(6)	0.042(7)	0.014(5)	0.014(5)	0.015(5)
C(162)	2i		0.9437(6)	0.3469(5)	0.2292(3)	0.049(6)	0.051(6)	0.046(7)	0.019(5)	0.011(5)	0.012(5)
C(163)	2i		0.9229(8)	0.4090(5)	0.2114(3)	0.075(8)	0.053(6)	0.045(7)	0.021(6)	0.021(6)	0.024(5)
C(164)	2i		0.8371(9)	0.4141(6)	0.2108(3)	0.11(1)	0.067(7)	0.052(8)	0.044(7)	0.027(7)	0.028(6)
C(165)	2i		0.7696(8)	0.3586(7)	0.2272(4)	0.064(8)	0.107(9)	0.074(9)	0.047(7)	0.024(6)	0.048(8)
C(166)	2i		0.7889(7)	0.2966(5)	0.2447(3)	0.047(6)	0.071(7)	0.063(8)	0.031(5)	0.020(5)	0.035(6)
C(167)	2i		0.4693(6)	−0.0146(5)	0.3847(3)	0.037(5)	0.063(6)	0.037(7)	0.027(5)	0.008(5)	0.015(5)
C(168)	2i		0.4812(7)	−0.0417(6)	0.3445(4)	0.064(7)	0.071(8)	0.049(8)	0.025(6)	0.022(6)	0.021(6)
C(169)	2i		0.4434(8)	−0.1174(7)	0.3312(4)	0.086(9)	0.078(9)	0.073(9)	0.022(7)	0.030(7)	0.008(7)
C(170)	2i		0.3943(7)	−0.1668(6)	0.3574(4)	0.078(8)	0.061(7)	0.059(9)	0.015(6)	0.019(7)	0.001(7)
C(171)	2i		0.3811(7)	−0.1424(6)	0.3958(4)	0.067(7)	0.063(8)	0.059(9)	0.015(6)	0.013(6)	0.016(6)
C(172)	2i		0.4186(6)	−0.0673(6)	0.4102(3)	0.052(6)	0.061(7)	0.035(7)	0.020(5)	0.011(5)	0.006(5)
C(173)	2i		0.4251(6)	0.1218(5)	0.3798(3)	0.036(5)	0.066(6)	0.033(6)	0.024(5)	0.009(4)	0.013(5)
C(174)	2i		0.4439(7)	0.1847(5)	0.3551(3)	0.048(6)	0.070(7)	0.058(8)	0.030(6)	0.009(5)	0.020(6)
C(175)	2i		0.3737(8)	0.2164(6)	0.3410(3)	0.093(9)	0.080(8)	0.054(8)	0.056(7)	0.021(7)	0.025(6)
C(176)	2i		0.2862(8)	0.1841(7)	0.3506(4)	0.077(9)	0.100(9)	0.053(8)	0.058(7)	0.013(6)	0.018(7)
C(177)	2i		0.2682(7)	0.1205(6)	0.3755(4)	0.056(7)	0.092(8)	0.061(8)	0.034(7)	0.025(6)	0.012(7)
C(178)	2i		0.3358(6)	0.0898(5)	0.3903(3)	0.046(6)	0.071(7)	0.047(7)	0.031(5)	0.014(5)	0.020(5)

Acknowledgment. The French Agence Nationale de la Recherche is gratefully acknowledged (ANR MATMALCAT).

References

- El Moll, H.; Sémeril, D.; Matt, D.; Toupet, L.: Regioselective Grafting of Two −CH₂P(X)Ph₂ Units (X = O, Lone Pair) onto a Resorcin[4]arene-Derived Cavitand. *Eur. J. Org. Chem.* (2010) 1158–1168.
- Nelson, F.; Kraus, K. A.: Chemistry of Aqueous Uranium(V) Solutions. III. The Uranium(IV)-(V)-(VI) Equilibrium in Perchlorate and Chloride Solutions. *J. Am. Chem. Soc.* **73** (1951) 2157–2161.
- Russell, J. C.; du Plessis, M. P.; Nassimbeni, L. R.; du Preez, J. G. H.; Gellatly, B. J.: The crystal and molecular structure of dichlorobis(hexamethylphosphoramide)dioxouranium(VI): UO₂Cl₂ · 2(HMPA). *Acta Crystallogr. B* **33** (1977) 2062–2065.
- du Preez, J. G. H.; Gellatly, B. J.; Jackson, G.; Nassimbeni, L. R.; Rodgers, A. L.: The chemistry of uranium. Part 23. Isomorphous tetrachlorobis(hexamethylphosphoramide)uranium(IV) and tetrabromobis(hexamethylphosphoramide)uranium(IV). *Inorg. Chim. Acta* **27** (1978) 181–184.
- Bombieri, G.; Forsellini, E.; Day, J. P.; Azeez, W. I.: Crystal and molecular structure of dichlorodioxobis(triphenylphosphine oxide)uranium(VI). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* (1978) 677–680.
- de Wet, J. F.; Cairns, M. R.: Structure and bonding in octahedral uranium(IV) complexes of the type UX₄ · 2L (X = halogen, L = unidentate, neutral oxygen donor). Part 2. The crystal structures of tetrachlorobis[tris(pyrrolidiny)phosphine oxide]-, tetrachlorobis(di-isobutyl sulphoxide)-, and tetrabromobis(triphenylarsine oxide)uranium(IV). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* (1986) 2043–2048.
- Akoma, S. B.; Fawcett, J.; Holloway, J. H.; Russell, D. R.; Leban, I.: Structures of *cis*- and *trans*-dichlorodioxobis(triphenylphosphine oxide)uranium(VI). *Acta Crystallogr. C* **47** (1991) 45–48.
- Altomare, A.; Burla, M. C.; Camalli, M.; Cascarano, G. L.; Giacovazzo, C.; Guagliardi, A.; Moliterni, A. G. G.; Polidori, G.; Spagna, R.: SIR97: a new tool for crystal structure determination and refinement. *J. Appl. Crystallogr.* **32** (1999) 115–119.
- Sheldrick, G. M.: A short history of SHELX. *Acta Crystallogr. A* **64** (2008) 112–122.
- Spek, A. L.: Single-crystal structure validation with the program PLATON. *J. Appl. Crystallogr.* **36** (2003) 7–13.