

Structure Cristalline du Dichlorobis-(*N,N*-diméthylacétamide)zinc(II)

PAR MARIJA HERCEG

Institut 'Rudjer Bošković', 41001 Zagreb, Croatie, Yougoslavie

ET JEAN FISCHER

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Chimie, Université Louis Pasteur, B.P. 296/R8, 67008-Strasbourg Cedex, France

(Reçu le 3 décembre 1973, accepté le 15 janvier 1974)

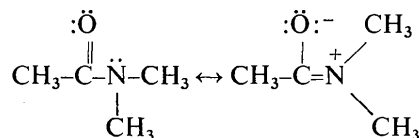
The crystals of dichlorobis-(*N,N*-dimethylacetamide)zinc(II),  $ZnCl_2(C_4H_9ON)_2$ , are orthorhombic,  $P2_12_12_1$ , with the lattice parameters  $a=9.922$  (2),  $b=17.797$  (3),  $c=8.005$  (2) Å,  $Z=4$ . Intensity data have been measured on a Picker FACS-1 diffractometer with Mo  $K\alpha$  radiation (graphite monochromator). The structure has been solved by the heavy-atom method and refined by the full-matrix least-squares procedure to the discrepancy index  $R=0.052$  ( $R_w=0.067$ ). Two oxygen atoms from *N,N*-dimethylacetamide molecules and two chlorines coordinate to zinc in a tetrahedral arrangement,  $Zn-O=1.964$  (7) and  $1.975$  (8) Å,  $Zn-Cl=2.209$  (4) and  $2.220$  (3) Å. The dimethylacetamide ligands are roughly planar. The dichlorobis-(*N,N*-dimethylacetamide)zinc(II) molecules are connected in a three-dimensional network by van der Waals contacts.

## Introduction

La *N,N*-diméthylacétamide (DMA), molécule simple

contenant le fragment  $-C(=O)-N-$ , dont la structure peut

être représentée par les formules limites suivantes:



possède deux centres potentiels de coordination: l'oxygène et l'azote. L'aptitude du DMA pour former des composés de coordination avec  $ZnCl_2$  et différents autres sels métalliques a été décrit par Bull, Madan & Willis (1963) et Carty (1966).

Les données cristallographiques de  $ZnCl_2(DMA)_2$  ont été publiées par Šljukić, Ribar, Gabela, Ribar, Glavaš & Matković (1970). La résolution de la structure cristalline de ce composé, sur la base des données photographiques (Herceg, Matković, Šljukić & Gabela, 1971) n'a pas permis de déterminer des distances interatomiques précises, aussi avons-nous redéterminé cette structure à partir de données mesurées au moyen d'un diffractomètre automatique.

## Partie expérimentale

Les monocristaux transparents, et incolores du dichlorobis-(*N,N*-diméthylacétamide)zinc ont été préparés d'après Bull *et al.* (1963).

L'étude radiocristallographique préliminaire effectuée au moyen d'une chambre de précession montre que les cristaux de  $ZnCl_2(DMA)_2$  appartiennent au système orthorhombique et les extinctions systématiques relevées dans l'espace réciproque ( $h00$ ,  $0k0$ , et  $00l$  pour les valeurs impaires de  $h$ ,  $k$  et  $l$ , respectivement) conduisent au groupe spatial  $P2_12_12_1$  ( $N^\circ 19$ ).

Les paramètres de la maille élémentaire ont été affinés par une procédure de moindres carrés au moyen des angles  $2\theta$ ,  $\omega$  et  $\chi$  de 12 plans réflecteurs, mesurés sur un diffractomètre Picker FACS-1 dans l'intervalle  $2\theta$  de  $36,88^\circ$  à  $44,67^\circ$ . Ils valent:

$$\begin{array}{ll} a = 9,922 \text{ (2) \AA} & V = 1413,5 \text{ \AA}^3 \\ b = 17,797 \text{ (3)} & M = 310,52 \\ c = 8,005 \text{ (2)} & \end{array}$$

ce qui avec une densité observée de  $1,45$  (8)  $\text{gcm}^{-3}$ , conduit à quatre molécules de  $ZnCl_2(DMA)_2$  par maille,  $D_c = 1,459 \text{ gcm}^{-3}$ . La densité a été mesurée expérimentalement par pycnométrie dans la décaline.

Le cristal utilisé pour mesurer les intensités diffractées était un cube d'arête  $0,3 \text{ mm}$ . Les intensités ont été mesurées avec la radiation du molybdène au moyen d'un diffractomètre automatique Picker équipé d'un compteur à scintillation, d'un discriminateur d'énergie et d'un monochromateur au graphite (rendement 75%). L'intensité intégrée pour chaque réflexion a été obtenue par un balayage  $\theta-2\theta$  à la vitesse de  $2^\circ \text{ min}^{-1}$ , dont l'angle de base valait  $1,6^\circ$ . Le fond continu a été mesuré pendant 20 s de part et d'autre de chaque réflexion. Toutes les réflexions indépendantes dont l'angle  $2\theta$  est compris entre  $7^\circ$  et  $65^\circ$  ont été mesurées. L'enregistrement a été contrôlé par la mesure périodique (toutes les 80 mesures) de trois réflexions de référence: 600, 11,0,0, 114; durant le temps de l'enregistrement

l'intensité de ces réflexions a été constante dans l'intervalle  $\pm 2,5\%$ .

3053 mesures ont été effectuées dont 1388 répondent au critère  $\sigma(I)/I \leq 0,4$ . Ces 1388 réflexions ont servi à déterminer la structure après que leurs intensités aient été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation. Le coefficient linéaire d'absorption  $\mu$  pour la radiation Mo  $K\alpha$  est de  $21,2 \text{ cm}^{-1}$ ; le coefficient d'absorption varie de 2,00 à 2,50 et les effets de l'absorption ont été négligés.

### Résolution et affinement de la structure

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd.

L'affinement des positions atomiques et des facteurs d'agitation thermique isotrope individuels par la méthode des moindres carrés en matrice totale a été effectué à l'aide d'une modification du programme *ORFLS* de Busing, Martin & Levy (1962) sur un ordinateur CAE 90-40. Les facteurs de diffusion atomique ont été calculés d'après Cromer & Mann (1968). Les corrections de dispersion anormale ont été appliquées aux atomes de zinc et de chlore d'après les valeurs données dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1962).

Tableau 1. *Coordonnées relatives des atomes lourds*

	x	y	z
Zn	0,40544 (9)	0,12604 (5)	-0,06837 (13)
Cl(1)	0,4308 (3)	0,1829 (2)	-0,3116 (4)
Cl(2)	0,5470 (2)	0,0321 (1)	-0,0178 (3)
O(1)	0,2157 (6)	0,0998 (3)	-0,0298 (9)
O(2)	0,3975 (7)	0,2015 (3)	0,1121 (9)
N(1)	0,0149 (7)	0,0451 (4)	0,0095 (10)
N(2)	0,4510 (8)	0,2907 (4)	0,2971 (10)
C(11)	0,1409 (8)	0,0437 (5)	-0,0493 (11)
C(12)	0,1905 (10)	-0,0254 (6)	-0,1415 (14)
C(13)	-0,0317 (11)	0,1094 (6)	0,1053 (15)
C(14)	-0,0819 (10)	-0,0159 (7)	-0,0194 (18)
C(21)	0,4858 (10)	0,2356 (4)	0,1957 (12)
C(22)	0,6324 (10)	0,2122 (5)	0,1818 (20)
C(23)	0,3055 (12)	0,3097 (8)	0,3143 (18)
C(24)	0,5465 (12)	0,3316 (5)	0,4029 (13)

Tableau 2. *Facteurs d'agitation thermique anisotrope ( $\times 10^5$ ) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents ( $B_{eq}$ )*

Les facteurs d'agitation thermique anisotrope sont de la forme  $\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$ .

	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
Zn	773 (8)	286 (3)	1779 (16)	9 (5)	17 (11)	-23 (7)	3,7
Cl(1)	1341 (31)	487 (10)	2348 (50)	147 (15)	420 (33)	345 (19)	5,8
Cl(2)	1041 (24)	330 (7)	2687 (55)	145 (11)	-73 (30)	-3 (16)	5,1
O(1)	869 (57)	328 (18)	2262 (128)	-21 (29)	134 (76)	-2 (41)	4,5
O(2)	965 (64)	402 (22)	2343 (131)	30 (35)	-41 (84)	-296 (44)	5,0
N(1)	791 (70)	471 (30)	1751 (136)	-3 (39)	134 (80)	149 (57)	4,5
N(2)	1362 (95)	344 (24)	1444 (121)	20 (40)	318 (95)	-134 (48)	4,5
C(11)	864 (74)	364 (28)	1215 (128)	59 (38)	-154 (87)	88 (53)	3,7
C(12)	1260 (120)	493 (38)	2548 (215)	-39 (58)	138 (134)	-513 (83)	5,9
C(13)	1276 (111)	463 (37)	2778 (232)	266 (57)	648 (137)	-12 (76)	6,0
C(14)	834 (94)	544 (43)	3964 (309)	-143 (55)	-33 (152)	249 (102)	6,8
C(21)	1189 (102)	288 (25)	1629 (144)	-61 (45)	17 (112)	101 (59)	4,2
C(22)	1116 (116)	332 (32)	4209 (351)	16 (48)	-115 (166)	-447 (90)	6,5
C(23)	1451 (142)	745 (59)	3106 (301)	206 (85)	690 (182)	-430 (119)	7,7
C(24)	1811 (145)	411 (34)	1926 (191)	-261 (60)	-3 (142)	-206 (69)	5,8

A la fin de l'affinement des positions atomiques et des facteurs d'agitation thermique isotrope individuels, le facteur  $R$  avait la valeur

$$R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} = 0,096.$$

L'affinement de la structure a été poursuivi en introduisant des facteurs d'agitation thermique anisotrope à l'aide d'une version du programme *SFLS* de Prewitt (1966). Les facteurs de diffusion atomique ont été calculés par le développement de Vand, Eiland & Pepinsky (1957) amélioré par Forsyth & Wells (1959). Les constantes  $A, B, C, a, b$ , sont celles données par Moore (1963). L'expression minimisée est  $\sum w(\Delta F)^2$  avec  $w = 1/\sigma^2$ ,  $\sigma$  étant défini d'après Stout & Jensen (1968). Le facteur  $p$  intervenant dans  $\sigma$  a été ajusté à 0,09 afin que la pondération réponde aux critères de Cruickshank (Rollett, 1965). Les réflexions telles que  $|\Delta F| > 5\sigma$  ont été exclues de l'affinement (6 sur 1388). Les facteurs  $R$  et  $R_w$ ,  $R_w = [\sum w(\Delta F)^2 / \sum w F_o^2]^{1/2}$  valent respectivement 0,052 et 0,067 pour les mesures prises en considération dans l'affinement et 0,053, 0,076 pour l'ensemble des mesures. Dans le dernier cycle d'affinement, les déplacements sur les paramètres atomiques sont de  $0,02 \sigma$  en moyenne; les plus importants concernent les groupements méthyle et restent inférieurs à  $0,05 \sigma$ .

Les valeurs finales des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique sont données dans les Tableaux 1 et 2.\*

### Description de la structure

La structure de dichlorobis-(*N,N*-diméthylacétamide)-zinc(II) est du type moléculaire; le zinc est entouré tétraédriquement par les deux atomes d'oxygène des deux molécules de DMA et par les deux atomes de

\* La liste des facteurs de structure a été déposée à la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30345, 6pp.). Des copies peuvent être obtenues en s'adressant à: The Executive Secretary, IUCr, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

chlore. Une molécule est représentée sur la Fig. 1; le tracé a été effectué au moyen du programme *ORTEP* II (Johnson, 1965).

Les distances intramoléculaires et les angles de valence dans le dichlorobis-(*N,N*-diméthylacétamide)zinc(II) sont rassemblés dans les Tableaux 3 et 4. Les liaisons zinc-chlore sont de 2,209 (4) et 2,220 (3) Å. Dans les composés de coordination présentant un tétraèdre autour du zinc, ces liaisons varient de 2,198 à 2,35 Å (Tableau 5). La distance de 2,198 Å est proche de la somme des rayons covalents du zinc (1,25 Å) et du chlore (0,99 Å). La somme des rayons ioniques du zinc (0,74 Å) et du chlore (1,81 Å) est de 2,55 Å. Dans le dichlorobis-(*N,N*-diméthylacétamide)zinc(II), les liaisons zinc-oxygène valent 1,964 (7) et 1,975 (8) Å ce qui est en accord avec les distances zinc-oxygène trouvées dans d'autres composés de coordination tétraédriques du zinc (Tableau 5). La somme des rayons covalents du zinc (1,25 Å) et de l'oxygène (0,73 Å)

est de 1,98 Å. Les liaisons zinc-chlore et zinc-oxygène sont donc covalentes.

Les valeurs des distances et des angles trouvées dans  $ZnCl_2(DMA)_2$  pour les molécules de *N,N*-diméthylacétamide sont comparables aux valeurs trouvées pour les structures de l'acétamide, *N*-méthylacétamide et des composés analogues (Tableaux 6 et 7). Les atomes lourds de chacune des molécules de *N,N*-diméthylacétamide sont presque dans le même plan. Les équations des plans moyens passant par six atomes lourds de

Tableau 3. Longeurs des liaisons et écarts-type en Å

Zn-Cl(1)	2,209 (4)	N(1)-C(13)	1,455 (16)
Zn-Cl(2)	2,220 (3)	N(1)-C(14)	1,467 (16)
Zn-O(1)	1,964 (7)	O(2)-C(21)	1,258 (14)
Zn-O(2)	1,975 (8)	C(21)-C(22)	1,517 (18)
O(1)-C(11)	1,253 (13)	C(21)-N(2)	1,319 (14)
C(11)-C(12)	1,516 (16)	N(2)-C(23)	1,489 (18)
C(11)-N(1)	1,335 (13)	N(2)-C(24)	1,464 (16)

Tableau 4. Angles de valence

Cl(1)-Zn-Cl(2)	115,7 (1)°	O(2)-C(21)-C(22)	119,8 (1,1)°
Cl(1)-Zn-O(1)	110,9 (3)	O(2)-C(21)-N(2)	120,2 (1,2)
Cl(1)-Zn-O(2)	109,7 (3)	C(22)-C(21)-N(2)	120,0 (1,2)
Cl(2)-Zn-O(1)	113,5 (2)	C(21)-N(2)-C(23)	118,6 (1,2)
Cl(2)-Zn-O(2)	113,8 (3)	C(21)-N(2)-C(24)	123,8 (1,1)
O(1)-Zn-O(2)	90,5 (3)	C(23)-N(2)-C(24)	117,4 (1,2)
O(1)-C(11)-C(12)	120,9 (1,0)°		
O(1)-C(11)-N(1)	119,7 (1,1)		
C(12)-C(11)-N(1)	119,3 (1,1)		
C(11)-N(1)-C(13)	119,8 (1,1)		
C(11)-N(1)-C(14)	123,0 (1,1)		
C(13)-N(1)-C(14)	117,2 (1,0)		

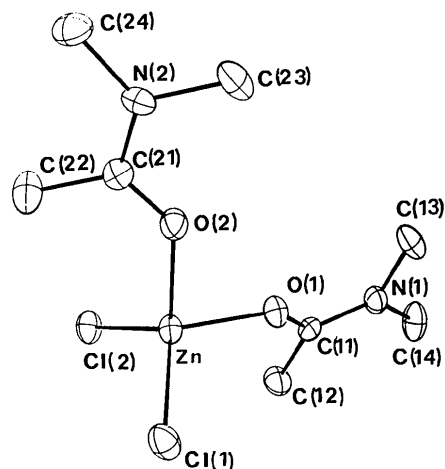


Fig. 1. Molécule de  $ZnCl_2(DMA)_2$ .

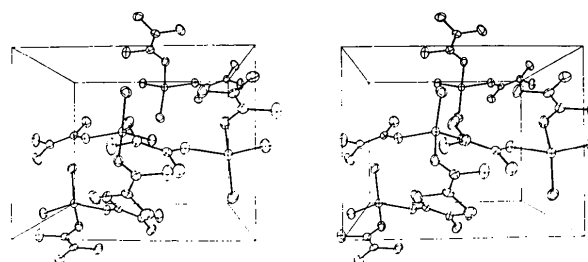


Fig. 2. Empilement cristallin (vue stéréoscopique).

Tableau 5. Liaisons zinc-chlore et zinc-oxygène en Å dans les composés de coordination présentant un tétraèdre autour du zinc

Zn-Cl	Zn-O	Composé	Référence
2,258 (3)		Di(imidazole)zinc(II) dichlorure	Lundberg (1966)
2,239 (3)			
2,207		Dichloro-(1,10-phenanthroline)zinc(II)	Reimann, Block & Perloff (1966)
2,198			
	1,973 (6)	Bis(thiourea)zinc(II) acétate	Cavalca, Fava Gaspari, Andreotti & Domiano (1967)
	1,954 (8)		
	1,975 (9)	Tris(thiourea)zinc(II) sulphate	Andreotti, Cavalca & Musatti (1968)
2,24 (2)		$ZnCl_2 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$	Follner & Brehler (1970)
2,23 (1)			
2,28 (1)			
2,35 (1)			
2,198 (5)		Dichlorobis-(1-méthyle tétrazole)zinc(II)	Baenziger & Schultz (1971)
2,206 (5)			
2,242 (4)	1,997 (4)	Dichlorobis(antipurine)zinc(II)	Biagini Cingi, Guastini, Musatti & Nardelli (1972)
2,249 (2)	2,019 (6)		

Tableau 6. Distances trouvées dans l'acétamide et ses dérivés

Composé	C=O	C-N	C-CH <sub>3</sub>	N-CH <sub>3</sub>	Référence
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	1,28 (5)	1,38 (5)	1,51 (5)		Senti & Harker (1940)
C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ON	1,236 (12)	1,290 (13)	1,536 (16)	1,465 (13)	Katz & Post (1960)
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	1,260 (11)	1,334 (17)	1,505 (13)		Hamilton (1965)
NaBr 2CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub>	1,223 (13)	1,309 (16)	1,502 (20)		Piret, Rodrique, Gobillon & van Meerssche (1966)
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	1,258 (6)	1,338 (7)	1,530 (5)		Denne & Small (1971)
NiCl <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	1,249 (3)	1,310 (4)	1,496 (5)		Stone, Robertson & Stanley (1971)
	1,247 (3)	1,311 (4)	1,492 (5)		
C <sub>15</sub> H <sub>13</sub> O <sub>4</sub> Ni <sub>2</sub> · C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ON	1,275	1,346	1,565	1,362	Cody, Duax & Norton (1972)
ZnCl <sub>2</sub> [CH <sub>3</sub> CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	e.s.d. 1,253 (13)	0,028-0,048 1,335 (13)	1,516 (16)	1,455 (16)	Cette étude
	1,258 (14)	1,319 (14)	1,517 (18)	1,467 (16)	
				1,489 (18)	
				1,464 (16)	

Tableau 7. Angles trouvés dans l'acétamide et ses dérivés

Composé	C-C-O	N-C-O	C-C-N	C-N-C	Référence
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	129°	122°	109°		Senti & Harker (1940)
C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ON	120,5	123	116,5	120,5°	Katz & Post (1960)
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	119,6 (1,1)	123,1 (0,5)	117,2 (1,5)		Hamilton (1965)
NaBr 2CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub>	122,3 (1,1)	122,2 (1,1)	115,5 (1,1)		Piret <i>et al.</i> (1966)
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ON	120,7 (5)	122,6 (5)	116,7 (5)		Denne & Small (1971)
NiCl <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	119,8 (1)	123,4 (1)	116,8 (1)		Stone <i>et al.</i> (1971)
	119,1 (1)	122,6 (1)	118,3 (1)		
C <sub>15</sub> H <sub>13</sub> O <sub>4</sub> Ni <sub>2</sub> · C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ON	122	121	117	115	Cody <i>et al.</i> (1972)
ZnCl <sub>2</sub> [CH <sub>3</sub> CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	e.s.d. 120,9 (1,0)	1,9-2,7° 119,7 (1,1)	119,3 (1,1)	119,8 (1,1)	Cette étude
				123,0 (1,1)	
				117,2 (1,0)	
	119,8 (1,1)	120,2 (1,2)	120,0 (1,2)	118,6 (1,2)	
				123,8 (1,1)	
				117,4 (1,2)	

DMA ont été calculées à l'aide du programme *ORFFE* de Busing, Martin & Levy (1964). Ces équations et les écarts des atomes de DMA par rapport aux plans moyens sont donnés sur le Tableau 8.

Tableau 8. Equations des plans moyens passant par six atomes lourds de *N,N*-diméthylacétamide et écarts de ces atomes aux plans moyens

Coordinat 1:	0,3124X - 0,4159Y + 0,8540Z + 0,2278 = 0			
Coordinat 2:	-0,1158X - 0,6656Y + 0,7372Z + 2,1831 = 0			
O(1)	-0,046 Å	O(2)	0,000 Å	
N(1)	0,005	N(2)	-0,025	
C(11)	0,004	C(21)	-0,011	
C(12)	0,038	C(22)	0,015	
C(13)	0,039	C(23)	0,018	
C(14)	-0,041	C(24)	0,004	

L'angle O(1)-Zn-O(2) est diminué par rapport à l'angle tétraédrique idéal (109° 28'). L'angle O(1)-Zn-O(2) dans cette structure est de 90,5 (3)° (Tableau 4) et la distance O(1)···O(2) est de 2,797 (11) Å. Les angles Cl(1)-Zn-O(1) et Cl(1)-Zn-O(2) s'approchent de la valeur idéale, 110,9 (3)° et 109,7 (3)°, mais les angles Cl(2)-Zn-O(1) et Cl(2)-Zn-O(2) sont de 113,5 (2)° et 113,8 (3)°, respectivement. Ces angles ont été agrandis sous l'influence des groupements méthyle des

ligands DMA. Les cinq atomes O(1), O(2), Cl(2), C(12) et C(22) se trouvent pratiquement dans le même plan. L'équation du plan moyen contenant ces cinq atomes est:

$$-0,1671X - 0,3851Y + 0,9076Z + 1,2188 = 0$$

et les distances des atomes de ce plan sont les suivantes: Cl(2)-0,038; O(1)-0,039; O(2)-0,007; C(12) 0,048; C(22) 0,036 Å.

Les distances des atomes de C(12) et C(22) de Zn sont 3,486 (14) et 3,382 (14) Å, respectivement; les distances de ces atomes de Cl(2) sont données dans le Tableau 9.

La Fig. 2 montre l'empilement des molécules dans la maille élémentaire (*ORTEP* II, Johnson, 1965). Les distances intermoléculaires les plus courtes sont rassemblées dans les Tableaux 9 et 10 et elles correspondent aux contacts de van der Waals. La distance intermoléculaire la plus courte entre O(1) et C(12<sup>1</sup>) est de 3,50 Å. Cette distance est de 0,28 Å plus longue que la somme des rayons de van der Waals de l'oxygène et du carbone qui valent respectivement 1,52 et 1,70 Å (Vinogradov & Linnell, 1971). Dans cette structure, les contacts de van der Waals sont peu nombreux ce qui est en accord avec les facteurs d'agitation thermique trouvés pour les atomes correspondants.

Tableau 9. Entourage complet des atomes de chlore jusqu'à 4,00 Å

(a) Les distances intramoléculaires			
Cl(1)-Cl(2)	3,75 Å	Cl(2)-Cl(1)	3,75 Å
Cl(1)-O(1)	3,44	Cl(2)-O(1)	3,50
Cl(1)-O(2)	3,42	Cl(2)-O(2)	3,52
		Cl(2)-C(22)	3,68
		Cl(2)-C(12)	3,83
(b) Les distances intermoléculaires			
Code de symétrie			
(i)	$\frac{1}{2}-x$	$-y$	$\frac{1}{2}+z$
(ii)	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}-y$	$-z$
(iii)	$x+1$	$y$	$z$
(iv)	$x$	$y$	$z-1$
(v)	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}-y$	$-z$ , traduit de -1 suivant x
(vi)	$\frac{1}{2}-x$	$-y$	$\frac{1}{2}+z$ , traduit de -1 suivant z
Cl(1)-C(22 <sup>v</sup> )	3,65 Å	Cl(2)-C(14 <sup>iii</sup> )	3,78 Å
Cl(1)-N(2 <sup>iv</sup> )	3,68	Cl(2)-C(12 <sup>i</sup> )	3,83
Cl(1)-C(24 <sup>iv</sup> )	3,68	Cl(2)-C(13 <sup>vi</sup> )	3,93
Cl(1)-C(23 <sup>ii</sup> )	3,72		
Cl(1)-C(14 <sup>vi</sup> )	3,72		
Cl(1)-C(24 <sup>v</sup> )	3,89		
Cl(1)-C(23 <sup>iv</sup> )	3,95		

Tableau 10. Distances intermoléculaires plus courtes que 3,70 Å

Code de symétrie			
(i)	$\frac{1}{2}-x$	$-y$	$\frac{1}{2}+z$
(ii)	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}-y$	$-z$
O(1)	C(12 <sup>i</sup> )	3,50 Å	
C(24)	O(1 <sup>ii</sup> )	3,64	
C(22)	O(1 <sup>iii</sup> )	3,65	
C(21)	C(13 <sup>ii</sup> )	3,67	
N(2)	C(13 <sup>ii</sup> )	3,68	
C(11)	C(12 <sup>i</sup> )	3,68	

M. H. remercie M le Professeur R. Weiss pour l'accueil dans son laboratoire et Republički savjet za naučni rad SR Hrvatske pour l'octroi d'une bourse de recherche.

## Références

- ANDRETTI, G. D., CAVALCA, L. & MUSATTI, A. (1968). *Acta Cryst.* B24, 683-690.
- BAENZIGER, N. C. & SCHULTZ, R. J. (1971). *Inorg. Chem.* 10, 661-667.
- BIAGINI CINGI, M., GUASTINI, C., MUSATTI, A. & NARDELLI, M. (1972). *Acta Cryst.* B28, 667-672.
- BULL, W. E., MADAN, S. K. & WILLIS, J. E. (1963). *Inorg. Chem.* 2, 303-306.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Report ORNL-TM-306, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- CARTY, A. J. (1966). *Canad. J. Chem.* 44, 1881-1887.
- CAVALCA, L., FAVA GASPARRI, G., ANDRETTI, G. D. & DOMIANO, P. (1967). *Acta Cryst.* 22, 90-98.
- CODY, V., DUAX, W. L. & NORTON, D. A. (1972). *Acta Cryst.* B28, 2244-2252.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321-324.
- DENNE, W. A. & SMALL, R. W. H. (1971). *Acta Cryst.* B27, 1094-1098.
- FOLLNER, H. & BREHLER, B. (1970). *Acta Cryst.* B26, 1679-1682.
- FORSYTH, J. B. & WELLS, M. (1959). *Acta Cryst.* 12, 412-415.
- HAMILTON, W. C. (1965). *Acta Cryst.* 18, 866-870.
- HERCEG, M., MATKOVIĆ, B., ŠLJUKIĆ, M. & GABELA, F. (1971). *Proc. Yugosl. Cent. Crystallogr.* 6, 49.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, p. 215. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- KATZ, J. L. & POST, B. (1960). *Acta Cryst.* 13, 624-628.
- LUNDBERG, B. K. S. (1966). *Acta Cryst.* 21, 901-909.
- MOORE, F. H. (1963). *Acta Cryst.* 16, 1169-1175.
- PIRET, P., RODRIQUE, L., GOBILLON, Y. & VAN MEERSSCHE, M. (1966). *Acta Cryst.* 20, 482-489.
- PREWITT, C. T. (1966). *SFLS 5: a Fortran IV Full-Matrix Crystallographic Least-Squares Program*.
- REIMANN, C. W., BLOCK, S. & PERLOFF, A. (1966). *Inorg. Chem.* 5, 1185-1189.
- ROLLETT, J. S. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, p. 114. Oxford: Pergamon Press.
- SENTI, F. & HARKER, D. (1940). *J. Amer. Chem. Soc.* 62, 2008-2019.
- STONE, M. E., ROBERTSON, B. E. & STANLEY, E. (1971). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 3632-3636.
- STOUT, G. H. & JENSEN, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 456-458. New York: Macmillan.
- ŠLJUKIĆ, M., RIBAR, B., GABELA, F., RIBAR, T., GLAVAŠ, M. & MATKOVIĆ, B. (1970). *Z. Kristallogr.* 132, 240.
- VAND, V., EILAND, P. F. & PEPINSKY, R. (1957). *Acta Cryst.* 10, 303-306.
- VINOGRADOV, S. N. & LINNELL, R. H. (1971). *Hydrogen Bonding*, p. 178. New York: Van Nostrand-Reinhold.