

Fig. 3. Unit-cell diagram showing intra- and intermolecular interactions for the methylated cocaine cation. Dashed lines indicate potential electrostatic interactions.

This study was supported by the U.S. Public Health Service, National Institutes of Health, Grant Nos. GM-01728 (J. R. R.) and GM-49037 (G. H.). The authors are indebted to Barbara Blackmond for technical assistance.

#### References

- BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 180–182.
- CRAVEN, B. M. & HITE, G. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1132–1136.
- CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.
- FODOR, G. (1970). In *Chemistry of the Alkaloids*, edited by S. W. PELLETIER, p. 446. New York: Van Nostrand-Reinhold.
- GABE, E. J. & BARNES, W. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 796–801.
- HITE, G. & CRAVEN, B. M. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2929–2934.
- HITE, G. & SOARES, J. R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2935–2938.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- LOKHANDWALA, M., PATEL, D. B., PATEL, H., MERKER, P. C., SHAFI'EE, A. & HITE, G. (1971). *J. Pharm. Sci.* **60**, 685–689.
- RUBLE, J. R., HITE, G. & SOARES, J. R. (1976). *Acta Cryst.* In the press.
- SHAFI'EE, A. & HITE, G. (1968). *J. Org. Chem.* **33**, 3435–3440.
- SHIONO, R. (1963–1973). Techn. Rpts. 48 and 49, Crystallography Department, Univ. of Pittsburgh, Pittsburgh, Pa., and previous reports in this series.

*Acta Cryst.* (1975). **B31**, 2709

## Die Struktur von Bis-(1,2-benzochinondioximato)palladium(II)

VON I. LEICHERT UND J. WEISS

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg, 6900 Heidelberg, Im Neuenheimer Feld 270, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 1. April 1975; angenommen am 16. Juni 1975)

**Abstract.**  $\text{Pd}(\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2\text{O}_2)_2$ , orthorhombic,  $Imcb$  ( $D_{2h}^{26}$ ),  $a=6.405$  (1),  $b=9.728$  (1),  $c=20.649$  (2) Å,  $V=1286$  Å<sup>3</sup>,  $Z=4$ ,  $d_x=1.97$  g cm<sup>-3</sup>. The structure was refined by least-squares methods to  $R=8.7\%$  for 616 independent counter reflexions. The planar metal complex units form columnar stacks with Pd–Pd distances of 3.202 Å.

**Einleitung.** Genaue Gitterkonstanten wurden aus den  $\theta$ -Werten von 18 Reflexen nach einem Ausgleichsverfahren von Berdesinski & Nuber (1966) berechnet. Diffraktometermessungen (5-Wertmessung,  $\theta/2\theta$ -Abtastung) ergaben mit Mo  $K\alpha$ -Strahlung bis  $2\theta=60^\circ$  616 unabhängige Reflexe mit  $I > 2,58\sigma(I)$ . Die systemati-

schen Auslöschungen sind:  $hkl$  für  $h+k+l=2n+1$ ,  $h0l$  für  $l=2n+1$  ( $h=2n+1$ ) und  $hk0$  für  $k=2n+1$  ( $h=2n+1$ ). Von den damit möglichen beiden Raumgruppen  $D_{2h}^{26}$  ( $Imcb$ ) und  $C_{2v}^{21}$  ( $I2cb$ ) konnte die nicht-zentrosymmetrische Raumgruppe ( $C_{2v}^{21}$ ) aufgrund eines statistischen Tests ausgeschlossen werden.

Aus einer 3d-Pattersonsynthese konnten alle Atomen entnommen werden, die dann nach der Methode der kleinsten Quadrate verfeinert wurden (Busing, Martin & Levy, 1962). Mit anisotropen Temperaturfaktoren wurde mit allen 616 beobachteten Reflexen ein konventioneller  $R$ -Wert von 0,087 erreicht. (Grösste Änderung/Fehler 0,20, mittlere Änderung/Fehler 0,003). Die Positionen der Wasserstoffatome

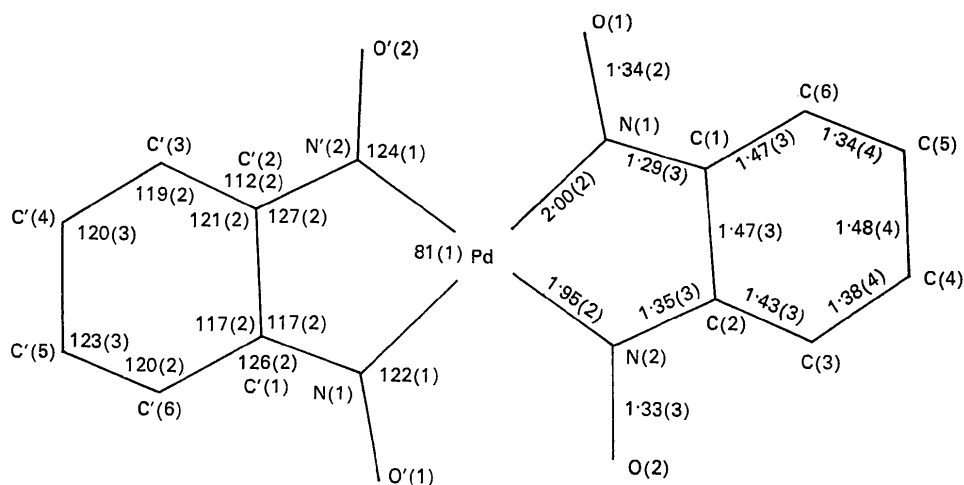


Fig. 1. Ein Molekül Pd(BCD)<sub>2</sub> mit Bindungsabständen und Bindungswinkeln.

Tabelle 1. Atomparameter (alle Werte sind mit 10<sup>4</sup> multipliziert)

Der für den Temperaturfaktor verwendete Ausdruck ist  $\exp[-(\beta_{11}h^2 + \dots + 2\beta_{23}kl)]$ .

|      | <i>x</i> | <i>y</i>  | <i>z</i>  | $\beta_{11}$ | $\beta_{22}$ | $\beta_{33}$ | $\beta_{12}$ | $\beta_{13}$ | $\beta_{23}$ |
|------|----------|-----------|-----------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Pd   | 0        | 0         | 0         | 344 (7)      | 80 (1)       | 17 (1)       | 0            | 0            | 3 (1)        |
| N(1) | 0        | 2041 (16) | 109 (8)   | 730 (102)    | 64 (14)      | 19 (5)       | 0            | 0            | 5 (7)        |
| N(2) | 0        | 98 (22)   | 942 (7)   | 160 (41)     | 100 (17)     | 26 (3)       | 0            | 0            | 3 (10)       |
| O(1) | 0        | 9006 (18) | 1333 (8)  | 343 (68)     | 127 (21)     | 28 (4)       | 0            | 0            | 13 (8)       |
| O(2) | 0        | 2886 (16) | 9600 (7)  | 582 (83)     | 85 (16)      | 30 (4)       | 0            | 0            | 15 (7)       |
| C(1) | 0        | 2449 (23) | 704 (11)  | 263 (73)     | 97 (23)      | 26 (5)       | 0            | 0            | -9 (9)       |
| C(2) | 0        | 1370 (27) | 1204 (12) | 254 (82)     | 116 (28)     | 26 (5)       | 0            | 0            | -4 (10)      |
| C(3) | 0        | 1709 (29) | 1878 (11) | 217 (73)     | 185 (38)     | 27 (6)       | 0            | 0            | -9 (12)      |
| C(4) | 0        | 3072 (33) | 2062 (14) | 256 (85)     | 196 (42)     | 45 (9)       | 0            | 0            | 21 (17)      |
| C(5) | 0        | 4165 (31) | 1562 (14) | 409 (115)    | 171 (38)     | 34 (8)       | 0            | 0            | -18 (14)     |
| C(6) | 0        | 3888 (26) | 929 (14)  | 665 (155)    | 107 (28)     | 34 (7)       | 0            | 0            | -13 (13)     |

wurden nicht bestimmt. Tabelle 1 enthält die Atomkoordinaten,\* Fig. 1 ein Molekül mit Bindungswinkeln und Bindungsabständen.

**Diskussion.** Die Strukturbestimmung wurde durchgeführt im Rahmen unserer Strukturuntersuchungen (Endres, Keller, Moroni & Weiss, 1975; Endres, Keller, Mégnamisi-Bélombé & Weiss, 1976; Leichert & Weiss, 1975) von Komplexverbindungen der Nickels, Palladiums und Platins mit 1,2-Benzochinondioxim (BCDH) (Mégnamisi-Bélombé, 1974). Herrn Dr Mégnamisi-Bélombé danken wir für die Überlassung der Kristalle.

Die Komplexmoleküle Pd(BCD)<sub>2</sub> sind vollkommen eben. Alle Atome befinden sich auf einer Spiegelebene, das Palladium in einem Symmetriezentrum. Die Moleküle sind so übereinandergestapelt, dass die Palladiumatome eine lineare Kette bilden (Kolumnarstruktur) mit einem Pd-Pd-Abstand von 3,202 Å (= *a*/2), was auch bei ähnlichen Komplexen, z.B. beim Bis(dimethylglyoximato)palladium(II) (Williams, Wohlaue & Rundle, 1958) gefunden wurde (Pd-Pd-Abstand 3,26 Å).

\* Die Liste der Strukturparameter ist bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31216: 4 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

Wie Weissenbergaufnahmen zeigen, ist der analoge Komplex des Platins, Pt(BCD)<sub>2</sub>, isomorph mit dem hier untersuchten Pd(BCD)<sub>2</sub> (Endres, 1974).

Die Rechnungen wurden ausgeführt z.T. auf einer Siemens 2002, im Astronomischen Recheninstitut der Universität Heidelberg, die 'least squares' Verfeinerung auf einer IBM 370/168 am Universitätsrechenzentrum in Heidelberg.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Bad Godesberg, danken wir für finanzielle Unterstützung, dem Fonds der Chemischen Industrie für die Gewährung eines Stipendiums (I.L.).

#### Literatur

- BERDESINSKI, W. & NUBER, B. (1966). *Neues Jb. Miner. Abh.* **104**, 113-146.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-TM-305.  
 ENDRES, H. (1974). Privat Mitteilung.  
 ENDRES, H., KELLER, H. J., MÉGNAMISI-BÉLOMBÉ, M. & WEISS, J. (1976). *Acta Cryst.* Im Druck.  
 ENDRES, H., KELLER, H. J., MORONI, W. & WEISS, J. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2357-2358.  
 LEICHERT, I. & WEISS, J. (1975). *Acta Cryst.* Im Druck.  
 MÉGNAMISI-BÉLOMBÉ, M. (1974). Dissertation, Universität Heidelberg.  
 WILLIAMS, D. E., WOHLAUER, G. E. & RUNDLE, R. E. (1959). *J. Amer. Chem. Soc.* **81**, 755-756.