

- ANDERSON, R. A., JONES, R. A., WILKINSON, G., HURSTHOUSE, M. B. & MALIK, K. M. A. (1977). *Chem. Commun.* pp. 283–285.
- BONNETT, R., CHARALAMBIDES, A. A., HURSTHOUSE, M. B., MALIK, K. M. A., NICOLAIDOU, P. & SHELDRIK, G. M. (1979). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 488–495.
- CHISHOLM, M. H. (1978). *Transition Met. Chem.* **3**, 321–333.
- COTTON, F. A. (1975). *Chem. Soc. Rev.* **4**, 27–53.
- COTTON, F. A., TROUP, J. M., WEBB, T. R., WILLIAMSON, D. H. & WILKINSON, G. (1974). *J. Am. Chem. Soc.* **96**, 3824–3828.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- GARNER, C. D., PARKES, S., WALTON, I. B. & CLEGG, W. (1978). *Inorg. Chim. Acta*, **31**, L451–L452.
- POTENZA, H. A., JOHNSON, R. J. & SAN FILIPPO, J. JR (1976). *Inorg. Chem.* **15**, 2215–2218.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 2712–2715

Structure du Bis(hexaméthylphosphoramid)bis(isothiocyanato)dioxomolybdène(VI)

PAR B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Minérale, UER de Médecine et de Pharmacie, 34 rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

ET N. RODIER ET P. KHODADAD

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J. B. Clément, 92290 Châtenay-Malabry, France

(Reçu le 5 février 1979, accepté le 19 juillet 1979)

Abstract. [Mo(C₆H₁₈N₃OP)₂(NCS)₂O₂], C₁₄H₃₆MoN₈O₄P₂S₂, monoclinic, *P2₁/b*, *a* = 23.17 (1), *b* = 18.16 (1), *c* = 14.780 (4) Å, *γ* = 112.21 (5)°, *Z* = 8, *d_m* = 1.39, *d_x* = 1.40 Mg m⁻³. The structure was solved by the heavy-atom method and refined by least-squares procedures from single-crystal diffractometer data with 2911 independent structure factors; *R* = 0.058. The H atoms were not searched for. The NCS ligands are shown to be linked to molybdenum(VI) by the N atom and occupy *trans* positions in the octahedral Mo coordination.

Introduction. Le bis(hexaméthylphosphoramid)bis(isothiocyanato)dioxomolybdène(VI) {[Mo(hmpa)₂(NCS)₂O₂]} a été préparé par action du thiocyanate d'ammonium sur le dichlorobis(hexaméthylphosphoramid)dioxomolybdène(VI) en solution dans l'acétone. On obtient un précipité de chlorure d'ammonium et une solution qui, par évaporation lente, laisse déposer des cristaux de couleur jaune pâle. La formule du composé a été établie en faisant l'analyse élémentaire de ces cristaux.

Le monocristal utilisé mesure environ 0,30 × 0,25 × 0,20 mm. Les spectres d'oscillation et de Weissenberg montrent que le réseau présente la symétrie monoclinique. Les dimensions de la maille ont été déterminées à l'aide d'un diffractomètre automatique Enraf-

Nonius CAD-4 utilisant le rayonnement Mo *Kα* à partir des données angulaires de 15 réflexions. Les extinctions systématiques sont celles du groupe *P2₁/b*. En admettant la présence dans la maille de huit unités formulaires, donc de deux groupements [Mo(hmpa)₂(NCS)₂O₂] dans l'unité asymétrique, la masse volumique calculée (*d_x* = 1,40 Mg m⁻³) est en bon accord avec la masse volumique mesurée à l'aide de monocristaux (*d_m* = 1,39 Mg m⁻³).

Les intensités des réflexions appartenant au domaine défini par 0 ≤ *θ* ≤ 18°, -20 ≤ *h* ≤ 20, 0 ≤ *k* ≤ 15 et 0 ≤ *l* ≤ 12 ont été mesurées avec le diffractomètre déjà cité. Sur les 3915 réflexions mesurées, 2911 vérifient la relation *I* > 2σ(*I*). Elles ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation et conservées pour la résolution et l'affinement de la structure.

Pour le rayonnement utilisé, le coefficient d'absorption est égal à 0,724 mm⁻¹ et les valeurs extrêmes du produit μ*t* sont respectivement 0,145 et 0,217. Aussi, il n'a pas été fait de correction d'absorption.

Les coordonnées approchées des atomes de molybdène ont été déduites de la fonction de Patterson tridimensionnelle *P(u,v,w)*. Les autres atomes, à l'exception des atomes d'hydrogène, ont ensuite été déterminés progressivement en calculant la densité électronique, puis la série de Fourier des différences (*F_o* - *F_c*), à l'aide des atomes déjà connus. Le programme d'affine-

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives, facteurs d'agitation thermique équivalents et écarts-type*

	x	y	z	B _{eq} (Å ²)
Mo(1)	0,12510 (6)	0,24548 (7)	0,48665 (9)	3,85 (6)
Mo(2)	0,62381 (6)	0,26960 (7)	0,48619 (9)	4,28 (6)
S(1)	0,0062 (4)	0,4042 (4)	0,5593 (6)	12,6 (5)
S(2)	0,2388 (3)	0,0817 (4)	0,5636 (5)	10,2 (4)
S(3)	0,5046 (3)	0,4146 (4)	0,6022 (5)	9,1 (3)
S(4)	0,7356 (4)	0,0966 (4)	0,5204 (6)	13,3 (5)
P(1)	0,0136 (2)	0,1410 (3)	0,6518 (3)	4,2 (2)
P(2)	0,2442 (2)	0,3525 (2)	0,6400 (3)	3,9 (2)
P(3)	0,5175 (2)	0,1447 (3)	0,6510 (3)	3,9 (2)
P(4)	0,7401 (2)	0,3629 (3)	0,6507 (3)	4,4 (2)
O(1)	0,0737 (4)	0,1813 (5)	0,6024 (7)	4,1 (5)
O(2)	0,1815 (4)	0,3111 (5)	0,5989 (6)	3,8 (5)
O(3)	0,5716 (4)	0,1945 (5)	0,5941 (6)	4,0 (5)
O(4)	0,6784 (4)	0,3247 (5)	0,6038 (7)	4,2 (5)
O(11)	0,0727 (5)	0,1824 (6)	0,4158 (7)	5,7 (5)
O(12)	0,1755 (5)	0,3083 (6)	0,4132 (7)	5,4 (5)
O(21)	0,5726 (5)	0,2150 (6)	0,4090 (7)	5,7 (5)
O(22)	0,6747 (5)	0,3406 (6)	0,4196 (7)	6,3 (6)
N(1)	0,0757 (6)	0,3175 (7)	0,5093 (9)	4,6 (7)
N(2)	0,1751 (6)	0,1736 (8)	0,5039 (9)	4,8 (7)
N(3)	0,5728 (5)	0,3377 (7)	0,5234 (8)	4,1 (6)
N(4)	0,6745 (6)	0,1977 (7)	0,4896 (8)	4,6 (6)
N(110)	0,9971 (9)	0,204 (1)	0,715 (1)	8,9 (9)
N(120)	0,9495 (7)	0,105 (1)	0,584 (1)	8 (1)
N(130)	0,0178 (8)	0,065 (1)	0,704 (1)	10 (1)
N(210)	0,3039 (6)	0,3851 (9)	0,567 (1)	5,5 (6)
N(220)	0,2610 (7)	0,2905 (8)	0,7061 (9)	4,8 (6)
N(230)	0,2410 (8)	0,4300 (8)	0,694 (1)	8,4 (9)
N(310)	0,5335 (7)	0,1741 (9)	0,7564 (9)	5,6 (6)
N(320)	0,4519 (6)	0,1534 (8)	0,621 (1)	6,2 (6)
N(330)	0,5087 (7)	0,0517 (8)	0,642 (1)	5,5 (6)
N(410)	0,7995 (7)	0,4110 (8)	0,584 (1)	6,7 (7)
N(420)	0,7605 (7)	0,2954 (9)	0,6998 (9)	6,0 (6)
N(430)	0,7316 (8)	0,426 (1)	0,728 (1)	8,1 (6)
C(1)	0,0467 (7)	0,3527 (9)	0,531 (1)	5,4 (7)
C(2)	0,2017 (8)	0,137 (1)	0,528 (1)	5,0 (6)
C(3)	0,5450 (7)	0,3705 (8)	0,558 (1)	4,3 (6)
C(4)	0,7002 (7)	0,156 (1)	0,504 (1)	6,2 (6)
C(111)	0,052 (1)	0,772 (1)	0,742 (1)	9 (1)
C(112)	0,929 (1)	0,188 (2)	0,738 (2)	15 (2)
C(121)	0,929 (1)	0,149 (2)	0,525 (2)	12 (2)
C(122)	0,932 (1)	0,013 (2)	0,564 (3)	20 (3)
C(131)	0,068 (1)	0,037 (1)	0,705 (2)	9 (1)
C(132)	0,971 (2)	0,524 (3)	0,729 (3)	26 (3)
C(211)	0,323 (1)	0,326 (2)	0,518 (2)	11 (1)
C(212)	0,324 (1)	0,456 (2)	0,524 (2)	15 (2)
C(221)	0,324 (1)	0,306 (1)	0,739 (1)	7 (1)
C(222)	0,211 (1)	0,229 (1)	0,756 (1)	7,1 (9)
C(231)	0,193 (1)	0,458 (1)	0,697 (1)	8 (1)
C(232)	0,298 (1)	0,481 (2)	0,745 (3)	18 (3)
C(311)	0,558 (1)	0,759 (1)	0,722 (1)	8 (1)
C(312)	0,508 (1)	0,618 (1)	0,669 (1)	12 (1)
C(321)	0,436 (1)	0,149 (1)	0,524 (1)	9 (1)
C(322)	0,415 (1)	0,182 (1)	0,683 (2)	8 (1)
C(331)	0,563 (1)	0,029 (1)	0,649 (2)	8 (1)
C(332)	0,449 (1)	0,984 (1)	0,641 (2)	10 (2)
C(411)	0,818 (1)	0,371 (1)	0,511 (1)	9 (1)
C(412)	0,819 (1)	0,500 (1)	0,577 (2)	12 (2)
C(421)	0,825 (1)	0,305 (2)	0,720 (2)	11 (2)
C(422)	0,712 (1)	0,226 (1)	0,740 (1)	8 (1)
C(431)	0,684 (1)	0,459 (1)	0,723 (2)	8 (1)
C(432)	0,774 (1)	0,950 (2)	0,694 (2)	15 (2)

ment utilisé est le programme XRAY (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972). Le dernier affinement réalisé attribue au facteur $R = \sum |F_o - |F_c|| / \sum F_o$ la valeur 0,058.*

Les valeurs des coordonnées atomiques relatives sont groupées dans le Tableau 1. Les caractéristiques géométriques (distances interatomiques et angles des liaisons) des polyèdres de coordination des atomes de molybdène et des groupements phosphoramidés sont indiquées dans les Tableaux 2 et 3.

La Fig. 1 représente la projection de la structure sur le plan (001) et la Fig. 2 le contenu de l'unité asymétrique. La Fig. 2 indique, en outre, la nomenclature atomique utilisée.

Discussion. Les Tableaux 2 et 3 montrent que les deux molécules contenues dans l'unité asymétrique ont des géométries très comparables. Les différences les plus importantes concernent les ligands phosphoramidés et,

* Les listes des facteurs de structure et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34615: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 2. *Géométrie des polyèdres de coordination des atomes de molybdène*

Distances interatomiques (Å) et écarts-type			
Mo(1)—O(1)	2,153 (9)	Mo(2)—O(3)	2,146 (9)
Mo(1)—O(2)	2,164 (9)	Mo(2)—O(4)	2,156 (9)
Mo(1)—O(11)	1,68 (1)	Mo(2)—O(21)	1,67 (1)
Mo(1)—O(12)	1,68 (1)	Mo(2)—O(22)	1,69 (1)
Mo(1)—N(1)	2,06 (2)	Mo(2)—N(3)	2,08 (1)
Mo(1)—N(2)	2,06 (2)	Mo(2)—N(4)	2,06 (1)
N(1)—C(1)	1,13 (2)	N(3)—C(3)	1,15 (2)
C(1)—S(1)	1,61 (2)	C(3)—S(3)	1,58 (2)
N(2)—C(2)	1,13 (2)	N(4)—C(4)	1,14 (2)
C(2)—S(2)	1,62 (2)	C(4)—S(4)	1,60 (2)
Angles des liaisons (°) et écarts-type			
O(1)—Mo(1)—O(2)	77,6 (3)	O(3)—Mo(2)—O(4)	77,8 (3)
O(1)—Mo(1)—O(11)	90,9 (4)	O(3)—Mo(2)—O(21)	91,5 (4)
O(1)—Mo(1)—O(12)	167,7 (4)	O(3)—Mo(2)—O(22)	167,6 (4)
O(1)—Mo(1)—N(1)	83,6 (5)	O(3)—Mo(2)—N(3)	82,6 (4)
O(1)—Mo(1)—N(2)	83,5 (5)	O(3)—Mo(2)—N(4)	84,1 (5)
O(2)—Mo(1)—O(11)	168,5 (4)	O(4)—Mo(2)—O(21)	169,3 (4)
O(2)—Mo(1)—O(12)	90,1 (4)	O(4)—Mo(2)—O(22)	89,9 (4)
O(2)—Mo(1)—N(1)	83,7 (5)	O(4)—Mo(2)—N(3)	82,9 (4)
O(2)—Mo(1)—N(2)	83,6 (5)	O(4)—Mo(2)—N(4)	84,3 (5)
O(11)—Mo(1)—O(12)	101,4 (5)	O(21)—Mo(2)—O(22)	100,9 (5)
O(11)—Mo(1)—N(1)	95,9 (6)	O(21)—Mo(2)—N(3)	95,6 (6)
O(11)—Mo(1)—N(2)	94,5 (6)	O(21)—Mo(2)—N(4)	95,0 (6)
O(12)—Mo(1)—N(1)	94,7 (6)	O(22)—Mo(2)—N(3)	95,1 (5)
N(1)—Mo(1)—N(2)	163,6 (6)	N(3)—Mo(2)—N(4)	163,2 (5)
Mo(1)—O(1)—P(1)	150,9 (7)	Mo(2)—O(3)—P(3)	160,5 (7)
Mo(1)—O(2)—P(2)	149,2 (7)	Mo(2)—O(4)—P(4)	150,9 (7)
Mo(1)—N(1)—C(1)	172 (1)	Mo(2)—N(3)—C(3)	169 (1)
Mo(1)—N(2)—C(2)	169 (1)	Mo(2)—N(4)—C(4)	170 (1)
N(1)—C(1)—S(1)	178 (2)	N(3)—C(3)—S(3)	177 (2)
N(2)—C(2)—S(2)	179 (2)	N(4)—C(4)—S(4)	178 (2)

Tableau 3. Géométrie des groupements phosphoramide

(a) 1ère molécule

Distances interatomiques (Å) et écarts-type

P(1)—O(1)	1,49 (1)	P(2)—O(2)	1,49 (1)
P(1)—N(110)	1,63 (2)	P(2)—N(210)	1,67 (2)
P(1)—N(120)	1,70 (2)	P(2)—N(220)	1,64 (2)
P(1)—N(130)	1,62 (2)	P(2)—N(230)	1,64 (2)
N(110)—C(111)	1,53 (2)	N(210)—C(211)	1,49 (3)
N(110)—C(112)	1,53 (2)	N(210)—C(212)	1,35 (4)
N(120)—C(121)	1,38 (4)	N(220)—C(221)	1,46 (3)
N(120)—C(122)	1,57 (4)	N(220)—C(222)	1,47 (2)
N(130)—C(131)	1,43 (4)	N(230)—C(231)	1,39 (3)
N(130)—C(132)	1,45 (5)	N(230)—C(232)	1,50 (3)

Angles des liaisons (°) et écarts-type

O(1)—P(1)—N(110)	111,1 (7)	O(2)—P(2)—N(210)	115,8 (7)
O(1)—P(1)—N(120)	114,5 (8)	O(2)—P(2)—N(220)	109,5 (6)
O(1)—P(1)—N(130)	107,9 (9)	O(2)—P(2)—N(230)	106,2 (8)
P(1)—N(110)—C(111)	118 (2)	P(2)—N(210)—C(211)	119 (1)
P(1)—N(110)—C(112)	120 (2)	P(2)—N(210)—C(212)	126 (2)
P(1)—N(120)—C(121)	126 (1)	P(2)—N(220)—C(221)	123 (1)
P(1)—N(120)—C(122)	111 (2)	P(2)—N(220)—C(222)	120 (1)
P(1)—N(130)—C(131)	129 (1)	P(2)—N(230)—C(231)	129 (1)
P(1)—N(130)—C(132)	119 (3)	P(2)—N(230)—C(232)	117 (2)
N(110)—P(1)—N(120)	102 (1)	N(210)—P(2)—N(220)	104 (1)
N(110)—P(1)—N(130)	115 (1)	N(210)—P(2)—N(230)	108 (1)
N(120)—P(1)—N(130)	106 (1)	N(220)—P(2)—N(230)	113 (1)
C(111)—N(110)—C(112)	123 (2)	C(211)—N(210)—C(212)	111 (2)
C(121)—N(120)—C(122)	119 (2)	C(221)—N(220)—C(222)	114 (1)
C(131)—N(130)—C(132)	112 (3)	C(231)—N(230)—C(232)	114 (2)

(b) 2ème molécule

Distances interatomiques (Å) et écarts-type

P(3)—O(3)	1,49 (1)	P(4)—O(4)	1,50 (1)
P(3)—N(310)	1,64 (1)	P(4)—N(410)	1,64 (1)
P(3)—N(320)	1,65 (2)	P(4)—N(420)	1,64 (2)
P(3)—N(330)	1,63 (1)	P(4)—N(430)	1,67 (2)
N(310)—C(311)	1,46 (3)	N(410)—C(411)	1,45 (3)
N(310)—C(312)	1,47 (2)	N(410)—C(412)	1,51 (3)
N(320)—C(321)	1,47 (3)	N(420)—C(421)	1,47 (3)
N(320)—C(322)	1,47 (3)	N(420)—C(422)	1,46 (2)
N(330)—C(331)	1,45 (3)	N(430)—C(431)	1,44 (3)
N(330)—C(332)	1,46 (2)	N(430)—C(432)	1,48 (3)

Angles des liaisons (°) et écarts-type

O(3)—P(3)—N(310)	107,6 (6)	O(4)—P(4)—N(410)	115,4 (7)
O(3)—P(3)—N(320)	112,4 (7)	O(4)—P(4)—N(420)	110,6 (6)
O(3)—P(3)—N(330)	109,3 (7)	O(4)—P(4)—N(430)	106,9 (8)
P(3)—N(310)—C(311)	120 (1)	P(4)—N(410)—C(411)	122 (1)
P(3)—N(310)—C(312)	120 (1)	P(4)—N(410)—C(412)	118 (2)
P(3)—N(320)—C(321)	119 (1)	P(4)—N(420)—C(421)	124 (1)
P(3)—N(320)—C(322)	123 (1)	P(4)—N(420)—C(422)	119 (1)
P(3)—N(330)—C(331)	120 (1)	P(4)—N(430)—C(431)	124 (1)
P(3)—N(330)—C(332)	125 (2)	P(4)—N(430)—C(432)	120 (2)
N(310)—P(3)—N(320)	109 (1)	N(410)—P(4)—N(420)	104 (1)
N(310)—P(3)—N(330)	110 (1)	N(410)—P(4)—N(430)	109 (1)
N(320)—P(3)—N(330)	108 (1)	N(420)—P(4)—N(430)	111 (1)
C(311)—N(310)—C(312)	118 (1)	C(411)—N(410)—C(412)	116 (2)
C(321)—N(320)—C(322)	117 (2)	C(421)—N(420)—C(422)	116 (2)
C(331)—N(330)—C(332)	114 (2)	C(431)—N(430)—C(432)	117 (2)

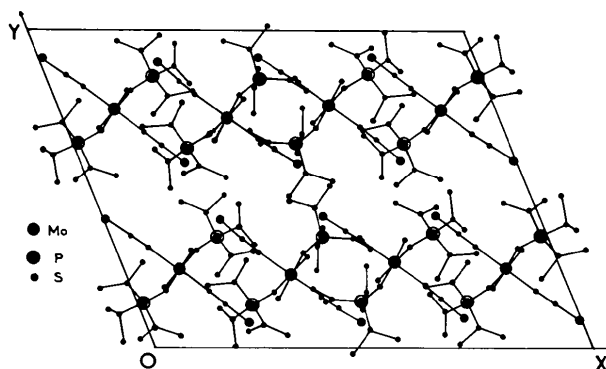
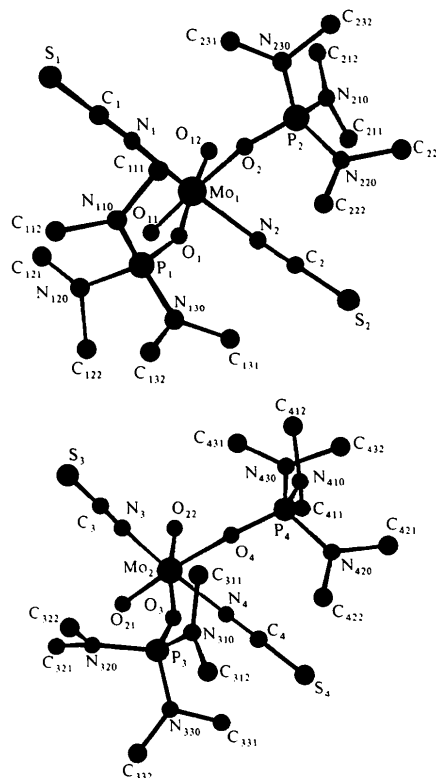
Fig. 1. Projection de la structure de [Mo(hmpa)₂(NCS)₂O₂] sur le plan (001).

Fig. 2. Vue des deux molécules contenues dans l'unité asymétrique et numérotation des atomes.

dans ces derniers, essentiellement les angles des liaisons.

Chaque atome de molybdène est lié à quatre atomes d'oxygène et à deux atomes d'azote qui réalisent un octaèdre irrégulier. On observe deux sortes de distances Mo—O dont les longueurs sont voisines respectivement de 1,68 et 2,15 Å, c'est-à-dire très proches de celles des distances Mo—O rencontrées dans le dichlorobis-(hexaméthylphosphoramid)dioxomolybdène(VI)

(Viostat, Khodadad & Rodier, 1977); ces deux distances correspondent aux deux types de liaisons décrits par Cotton & Wing (1965) et par Grandjean & Weiss (1967). Les ligands isothiocyanate sont rattachés à l'atome de molybdène par l'extrémité azotée. On sait que ces ligands peuvent se lier par l'atome d'azote ou par l'atome de soufre (thiocyanate) selon la nature du métal coordinateur et celle des autres ligands présents dans le complexe (Norbury, 1975).

Tableau 4. Principales interactions de van der Waals (Å)

N(1)...C(412 ^l)	3,52 (2)	O(12)...C(112 ^{III})	3,55 (4)
N(2)...C(122 ^{II})	3,51 (3)	O(12)...C(412 ^l)	3,43 (3)
C(2)...C(122 ^{II})	3,53 (3)	O(12)...C(421 ^{III})	3,52 (3)
C(3)...C(312 ^l)	3,60 (3)	O(21)...C(221 ^{III})	3,58 (3)
O(11)...C(122 ^{II})	3,52 (4)	O(21)...C(332 ^l)	3,53 (3)
O(11)...C(112 ^{III})	3,53 (4)		

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

Chaque atome de phosphore possède un environnement tétraédrique réalisé par un atome d'oxygène et trois atomes d'azote. Les distances P—O sont voisines de 1,49 Å et les distances P—N vont de 1,63 à 1,70 Å. Les longueurs des liaisons N—C présentent une dispersion particulièrement importante puisque les valeurs extrêmes observées sont respectivement 1,35 et 1,57 Å. Compte tenu des incertitudes dont elles sont entachées, ces valeurs restent néanmoins compatibles.

Le Tableau 4 indique les liaisons de van der Waals intermoléculaires concernant des atomes distants au plus de 3,6 Å. Ces interactions sont peu nombreuses; les molécules sont donc peu liées les unes aux autres. Cette faible cohésion explique l'agitation thermique importante présentée par quelques atomes de carbone.

On observe, en outre, qu'une translation parallèle à l'axe *Ox* et d'amplitude $a/2$ fait correspondre, en première approximation, une partie des atomes contenus dans chacune des deux molécules de l'unité

asymétrique avec les atomes de même nature contenus dans l'autre molécule. C'est surtout le cas pour les atomes de molybdène, d'oxygène, de phosphore et ceux des ligands isothiocyanate; la correspondance n'est plus vérifiée pour les groupements N(CH₃)₂ comme cela apparaît sur la Fig. 2.

On peut noter aussi que le complexe étudié est l'un des rares composés dans lesquels le molybdène au degré d'oxydation VI est associé au ligand isothiocyanate. A notre connaissance, les seuls composés de ce type décrits jusqu'ici sont les sels d'ammonium quaternaire [(CH₃)₄N]₂[MoO₂(NCS)₄] et [(C₂H₅)₄N]₂[MoO₂(NCS)₄] préparés par Brisdon & Edwards (1974).

Références

- BRISDON, B. J. & EDWARDS, D. A. (1974). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **10**, 301–303.
 COTTON, F. A. & WING, R. M. (1965). *Inorg. Chem.* **4**, 867–873.
 GRANDJEAN, D. & WEISS, R. (1967). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 3049–3054.
 NORBURY, A. H. (1975). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **17**, 231–386.
 STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 VIOSSAT, B., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 2523–2525.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 2715–2718

Structure du Dichlorodioxo(*o*-phénanthroline)molybdène(VI)

PAR BERNARD VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Minérale, UER de Médecine et de Pharmacie, 34 rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

ET NOËL RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J.-B. Clément, 92290 Châtenay-Malabry, France

(Reçu le 8 juin 1979, accepté le 1 août 1979)

Abstract. [Mo(C₁₂H₈N₂)Cl₂O₂], C₁₂H₈Cl₂MoN₂O₂, monoclinic, $B2/b$, $a = 13.806$ (8), $b = 11.602$ (5), $c = 9.818$ (4) Å, $\gamma = 121.98$ (3)°, $Z = 4$, $d_m = 1.85$, $d_x = 1.89$ Mg m⁻³. The structure has been determined from 1428 diffractometer data by the heavy-atom method. Structure refinements were made by full-matrix least squares, leading to a final *R* of 0.030. The position of

0567-7408/79/112715-04\$01.00

the Mo atom on the binary axis induces 2 symmetry for the whole molecule. The crystal structure can be regarded as consisting of either layers parallel to the (010) face or columns parallel to the *y* axis.

Introduction. Le dichlorodioxo(*o*-phénanthroline)-molybdène(VI) a été préparé par action de l'acide

© 1979 International Union of Crystallography