

are no intermolecular contacts less than 3.5 Å to the Rh atom.

In conclusion we can find no explanation of the double ν_{CO} stretching frequency for this compound from the X-ray analysis.

We thank Professor M. R. Truter and Dr. D. Hughes for use of the diffractometer at Rothamsted Experimental Station.

References

- ABEYSEKERA, A. J., GRIGG, R., TROCHA-GRIMSHAW, T. & VISWANATHA, V. (1977). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 1395–1403.
- BIRD, P. H. & CHURCHILL, M. R. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 349–356.
- CHURCHILL, M. R. & FENNESSEY, J. P. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 953–959.
- COLLINS, D. M. & HOARD, J. L. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 3761–3771.
- CULLEN, D. L. & MEYER, E. F. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2507–2515.

- CULLEN, D. L. & MEYER, E. F. (1974). *J. Am. Chem. Soc.* **96**, 2095–2102.
- CULLEN, D. L. & MEYER, E. F. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2259–2269.
- FLEISCHER, E. B., DIXON, F. L. & FLORIAN, R. (1973). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **9**, 1303–1305.
- HANSON, L. K., GOUTERMAN, M. & HANSON, J. C. (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 4822–4829.
- HENRICK, K., MATTHEWS, R. W. & TASKER, P. A. (1977). *Inorg. Chem.* **16**, 3293–3298.
- HOARD, J. L. (1971). *Science*, **174**, 1295–1302.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- MEYER, E. F. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 2162–2167.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- TAKENAKA, A., SYAL, S. K., SASADA, V., OMURA, T., OGOSHI, H. & YOSHIDA, Z.-I. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 62–65.
- TANG, S. C., KOCH, S., PAPAETHYMIU, G. C., FONER, S., FRANKEL, R. B., IBERS, J. A. & HOLM, R. H. (1976). *J. Am. Chem. Soc.* **98**, 2414–2434.
- TROUGHTON, P. G. H. & SKAPSKI, A. C. (1968). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 575–576.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 2458–2461

Structure du Di- μ -acetato-bis[acetatobis(méthyl-1 imidazole)cuivre(II)] Hexahydraté

PAR Y. BOUKARI

Ecole des Sciences, Laboratoire de Chimie, Université du Bénin, BP 1515, Lome, Togo

ET A. BUSNOT, F. BUSNOT, A. LECLAIRE ET M. A. BERNARD

Laboratoire de Cristallographie et Chimie du Solide, LA 251, Laboratoire de Chimie Minérale B et de Cristallographie-Minéralogie, ISMRA-Université de Caen, 14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 8 février 1982, accepté le 7 avril 1982)

Abstract. [Cu₂(C₄H₆N₂)₄(C₂H₃O₂)₄].6H₂O, $P\bar{1}$, $a = 9.7257$ (7), $b = 10.0972$ (11), $c = 10.2894$ (8) Å, $\alpha = 85.468$ (8), $\beta = 76.811$ (6), $\gamma = 68.206$ (7)°, $Z = 2$, $V = 913$ Å³, $d_m = 1.45$, $d_c = 1.45$ Mg m⁻³, $\mu = 1.281$ mm⁻¹. The structure was refined to an R of 0.032 and $R_w = 0.035$ with 5285 reflexions [$I > 3\sigma(I)$]. Each Cu atom has a distorted pyramidal environment with a square base. The compound has a binuclear structure with monatomic bridges. There is no water molecule around the copper.

Introduction. Un grand nombre de chercheurs parmi lesquels Baird (1968), Catterick & Thornton (1977), Kato, Jonassen & Fanning (1964), Oldham (1968), se

sont intéressés durant ces dernières années aux carboxylates de cuivre en raison de la 'plasticité' de la sphère de coordination du cuivre.

Ce travail prolonge des études effectuées au laboratoire (Borel, Busnot, Busnot, Leclaire & Bernard, 1981a) sur les structures de carboxylates de cuivre(II) diversement solvatés [notamment sur leurs corrélations et sur leurs rapports de filiation: Borel, Busnot, Busnot & Leclaire (1980), Borel, Busnot, Busnot, Leclaire & Bernard (1981b)]. Il nous a semblé intéressant, dans cette optique, d'utiliser comme ligand l'imidazole et ses dérivés. L'un des intérêts de l'imidazole, en tant que fragment de l'histidine tient à ce que l'azote pyridiné du cycle est un site possible de fixation sur le cuivre dans

des composés biologiquement importants (Dash & Pujari, 1977; Chaudhury & Dash, 1981; Henrikson, 1977; Lundberg, 1966; Prout, Allison & Rossoti, 1971; Sundberg & Martin, 1974; Reedijk, 1971).

L'imidazole donne avec l'acétate de cuivre(II) un composé mononucléaire hexacoordiné de formule Cu(CH₃COO)₂(imidazole)₂ (Henrikson, 1977). Avec le méthyl-l imidazole, l'acétate de cuivre donne un complexe de formule Cu₂(CH₃COO)₄(méthyl-l imidazole)₄(H₂O)₆ qui présente un certain nombre de caractéristiques structurales intéressantes:

—C'est un composé binucléaire où les deux cuivres sont reliés par deux ponts monatomiques constitués par deux oxygènes de deux ions acétates.

—Le nombre de coordination de chacun des deux cuivres est cinq avec un environnement pyramidal déformé à base carrée.

—Aucune des six molécules d'eau ne se trouve dans la sphère de coordination du cuivre.

Partie expérimentale. Les cristaux bleus du composé décrit ont été préparés par action de l'acétate de cuivre et du méthyl-l imidazole en solution dans l'éthanol. Après filtration la solution est mise à évaporer à la température ambiante et des cristaux bleus apparaissent. L'analyse chimique a permis d'attribuer à ce complexe la formule Cu(CH₃COO)₂(méthyl-l imidazole)₂(H₂O)₃ que l'étude cristallographique conduit à doubler.

Les cristaux enrobés d'huile de paraffine ont été enfermés dans des tubes en verre de Lindemann. Les enregistrements obtenus à l'aide d'une chambre de précession ont montré que le cristal est triclinique. Les paramètres cristallins ont été précisés à l'aide d'un diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius avec le rayonnement $K\alpha$ du molybdène ($\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$) filtré par un monochromateur à lame de graphite. Les mesures ont été faites jusqu'à l'angle de Bragg $\theta = 45^\circ$. La mesure de trois réflexions de contrôle toutes les 6000 s a montré qu'il n'y avait aucune décomposition du cristal sous les rayons X. Les réflexions ont été corrigées des phénomènes de Lorentz et de polarisation, mais nous n'avons pas fait de correction d'absorption ($\mu R = 0,33$). Les 5285 réflexions satisfaisant au test $I > 3\sigma(I)$ ont été utilisées pour résoudre et affiner la structure.

Les coordonnées des atomes autres que ceux d'hydrogène ont été déterminées par l'étude de la fonction de Patterson et la méthode de l'atome lourd. Les coordonnées et les facteurs d'agitation thermique isotropes ont été affinés par la méthode des moindres carrés avec matrice complète; les indices R sont alors $R = 0,089$ et $R_w = 0,096$. Nous avons ensuite continué l'affinement en affectant aux atomes des facteurs d'agitation thermique anisotropes ($R = 0,043$; $R_w = 0,060$).

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs de température isotropes équivalents

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq} ou B_{iso} (\AA^2)
Cu	-0,15494 (2)	0,08171 (2)	0,12543 (1)	1,52 (0,00)
O(1)	-0,33331 (13)	0,03339 (15)	0,20390 (13)	2,17 (0,02)
O(2)	-0,44329 (25)	0,19141 (21)	0,36872 (22)	4,62 (0,05)
O(3)	0,03290 (11)	0,11411 (11)	0,03360 (11)	1,86 (0,02)
O(4)	-0,03873 (19)	0,30880 (18)	0,15417 (18)	3,60 (0,03)
O(5)	-0,02469 (31)	-0,44059 (24)	0,23412 (28)	5,47 (0,06)
O(6)	-0,32603 (35)	-0,34080 (31)	0,41206 (35)	6,42 (0,08)
O(7)	-0,31184 (29)	0,39369 (40)	0,34023 (46)	7,62 (0,11)
N(1)	-0,04939 (14)	-0,03168 (14)	0,26548 (12)	1,87 (0,02)
N(2)	0,00417 (19)	-0,19146 (16)	0,42249 (15)	2,47 (0,03)
N(3)	-0,27277 (14)	0,21480 (15)	0,00228 (14)	1,89 (0,02)
N(4)	-0,34280 (19)	0,38067 (19)	-0,14604 (18)	2,54 (0,03)
C(1)	-0,44017 (17)	0,09488 (18)	0,30078 (17)	2,08 (0,03)
C(2)	-0,56900 (26)	0,03972 (36)	0,33134 (29)	3,28 (0,05)
C(3)	0,05540 (16)	0,22062 (16)	0,07068 (15)	1,94 (0,03)
C(4)	0,20436 (25)	0,23650 (29)	0,00871 (27)	3,55 (0,05)
C(5)	0,08385 (20)	-0,03928 (21)	0,29641 (18)	2,26 (0,03)
C(6)	0,11783 (23)	-0,13721 (23)	0,39364 (20)	2,44 (0,04)
C(7)	-0,09337 (19)	-0,12585 (17)	0,34398 (15)	2,15 (0,03)
C(8)	-0,00904 (31)	-0,30163 (24)	0,52060 (23)	3,40 (0,05)
C(9)	-0,23867 (20)	0,31503 (18)	-0,07345 (19)	2,38 (0,03)
C(10)	-0,44905 (24)	0,31726 (35)	-0,11773 (27)	2,58 (0,04)
C(11)	-0,40463 (21)	0,21466 (30)	-0,02634 (23)	2,40 (0,04)
C(12)	-0,34165 (38)	0,49655 (33)	-0,24060 (35)	4,20 (0,07)
H(1)	-0,019 (5)	-0,523 (4)	0,199 (4)	3,92 (0,79)
H(2)	-0,124 (6)	-0,400 (4)	0,283 (4)	5,26 (1,02)
H(3)	-0,383 (3)	-0,366 (3)	0,389 (3)	2,39 (0,50)
H(4)	-0,402 (6)	-0,298 (6)	0,461 (5)	5,53 (1,09)
H(5)	-0,336 (6)	0,324 (5)	0,358 (5)	5,13 (0,97)
H(6)	-0,230 (6)	0,365 (6)	0,271 (5)	6,13 (1,10)
H(7)	-0,652 (8)	0,134 (7)	0,308 (7)	8,77 (1,43)
H(8)	-0,573 (7)	-0,013 (6)	0,246 (6)	6,98 (1,19)
H(9)	-0,626 (8)	0,063 (8)	0,416 (7)	10,19 (1,64)
H(10)	0,255 (7)	0,238 (7)	0,080 (6)	8,28 (1,37)
H(11)	0,252 (7)	0,191 (6)	-0,069 (6)	6,86 (1,23)
H(12)	0,186 (8)	0,342 (7)	0,005 (7)	8,56 (1,49)
H(13)	0,137 (3)	0,016 (3)	0,251 (3)	2,52 (0,52)
H(14)	0,196 (4)	-0,163 (4)	0,442 (4)	3,24 (0,68)
H(15)	-0,175 (2)	-0,151 (2)	0,342 (2)	1,89 (0,35)
H(16)	-0,099 (5)	-0,328 (4)	0,517 (4)	3,76 (0,75)
H(17)	-0,024 (6)	-0,266 (5)	0,617 (5)	5,22 (1,00)
H(18)	0,083 (5)	-0,388 (5)	0,502 (5)	4,83 (0,94)
H(19)	-0,151 (4)	0,340 (4)	-0,078 (4)	3,43 (0,70)
H(20)	-0,531 (5)	0,342 (5)	-0,167 (5)	4,71 (0,93)
H(21)	-0,450 (4)	0,150 (3)	0,017 (3)	2,77 (0,58)
H(22)	-0,346 (6)	0,461 (6)	-0,337 (5)	5,75 (1,10)
H(23)	-0,247 (6)	0,515 (6)	-0,258 (6)	5,80 (1,16)
H(24)	-0,436 (7)	0,587 (6)	-0,198 (6)	7,00 (1,30)

A ce stade, les sections de Fourier 'différence' ont permis de localiser les atomes d'hydrogène. L'affinement des coordonnées de tous les atomes de la maille, des facteurs d'agitation thermique isotropes pour les atomes d'hydrogène et anisotropes pour les autres atomes avec une pondération en fonction de $\sin \theta/\lambda$ obtenue avec le programme POND (A. Leclaire, programme local, non publié) a conduit aux facteurs $R = 0,032$ et $R_w = 0,035$ et aux paramètres atomiques (Tableau 1) des atomes représentés sur la Fig. 1.*

* 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 36864: 32 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.

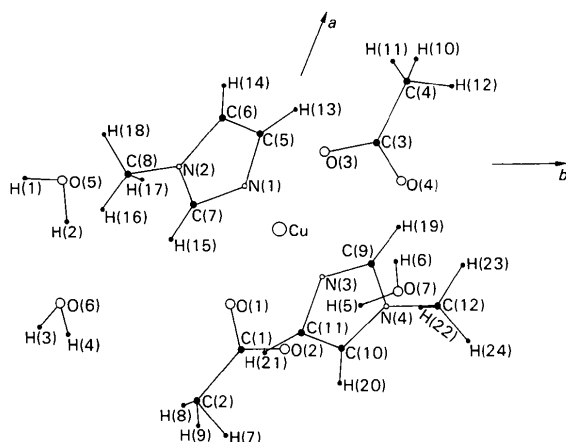


Fig. 1. Projection de la structure suivant l'axe c.

Les facteurs de diffusion atomique utilisés dans les calculs pour Cu²⁺, O, N et C sont ceux de Cromer & Waber (1965). Le facteur de diffusion atomique pour l'hydrogène est extrait de *International Tables for X-ray Crystallography* (1962). On a tenu compte de la dispersion anormale pour le cuivre (Cromer, 1965).

Discussion. Le cristal est composé d'ensembles dimères centrosymétriques Cu₂(CH₃COO)₄(méthyl-imidazole)₄ et de molécules d'eau. Les deux atomes de cuivre du dimère sont reliés par deux atomes d'oxygène appartenant à des ions acétates différents (Fig. 2). Le pontage entre les deux cuivres est donc assuré uniquement par deux groupements acétato-monomériques, ce qui semble inédit à notre connaissance dans un composé binucléaire. D'après Catterick & Thornton (1977) en effet, ce type de pontage n'assure jamais seul la liaison entre deux atomes métalliques et est toujours accompagné d'un autre type de liaison.

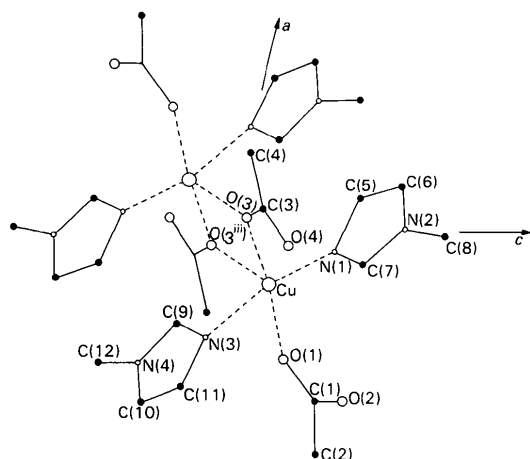


Fig. 2. Projection d'un ensemble dimère centrosymétrique suivant l'axe b.

La coordination cinq du cuivre correspond à des liaisons avec trois oxygènes provenant de trois ions acétates et deux atomes d'azote (de type pyridine) des deux cycles imidazole déformés. Cet environnement peut être décrit comme une pyramide déformée à base carrée, définie par les atomes N(1), O(1), N(3), O(3) et de sommet O(3ⁱⁱⁱ) (Fig. 2).

Il n'y a aucune molécule d'eau dans le polyèdre de coordination du cuivre alors que dans les composés que nous avons déjà étudiés, à l'exception du composé Cu(HCOO)₂(C₅H₅N)₂H₂O (Bernard, Borel, Busnot, Busnot & Leclair, 1979), la présence d'eau dans le cristal impliquait la présence d'une partie au moins des molécules d'eau dans l'entourage du cuivre.

Les deux cycles imidazole contenus dans l'unité asymétrique sont identiques dans la limite des σ (Tableau 1). Les distances entre les atomes du cycle

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) interatomiques

Molécules de méthyl-imidazole			
N(1)-C(5)	1,377 (2)	N(3)-C(11)	1,380 (3)
N(1)-C(7)	1,328 (2)	N(3)-C(9)	1,322 (2)
C(5)-C(6)	1,356 (2)	C(10)-C(11)	1,358 (4)
C(6)-N(2)	1,373 (3)	C(10)-N(4)	1,374 (4)
N(2)-C(7)	1,338 (2)	N(4)-C(9)	1,338 (2)
N(2)-C(8)	1,464 (3)	N(4)-C(12)	1,463 (4)
C(5)-H(13)	0,92 (3)	C(11)-H(21)	0,94 (4)
C(6)-H(14)	0,95 (4)	C(10)-H(20)	0,98 (6)
C(7)-H(15)	0,92 (3)	C(9)-H(19)	0,96 (5)
C(8)-H(16)	1,00 (5)	C(12)-H(23)	0,98 (7)
C(8)-H(17)	1,04 (6)	C(12)-H(22)	1,10 (6)
C(8)-H(18)	0,98 (4)	C(12)-H(24)	1,06 (5)
C(7)-N(1)-C(5)	105,5 (1)	C(9)-N(3)-C(11)	105,8 (1)
N(1)-C(5)-H(13)	120 (2)	N(3)-C(11)-H(21)	120 (3)
N(1)-C(5)-C(6)	109,5 (2)	N(3)-C(11)-C(10)	109,2 (2)
H(13)-C(5)-C(6)	129 (2)	H(21)-C(11)-C(10)	130 (2)
C(5)-C(6)-N(2)	106,1 (2)	C(11)-C(10)-C(4)	106,2 (2)
C(5)-C(6)-H(14)	131 (2)	C(11)-C(10)-H(20)	132 (3)
H(14)-C(6)-N(2)	122 (2)	H(20)-C(10)-N(4)	121 (3)
C(6)-N(2)-C(7)	107,6 (1)	C(10)-N(4)-C(9)	107,5 (1)
C(6)-N(2)-C(8)	126,7 (2)	C(10)-N(4)-C(12)	126,2 (2)
C(8)-N(2)-C(7)	125,6 (2)	C(12)-N(4)-C(9)	126,2 (2)
N(2)-C(7)-N(1)	111,1 (1)	N(4)-C(9)-N(3)	111,2 (2)
N(2)-C(7)-H(15)	122 (1)	N(4)-C(9)-H(19)	122 (2)
H(15)-C(7)-N(1)	126 (1)	H(19)-C(9)-N(3)	126 (2)
H(16)-C(8)-H(17)	107 (4)	H(23)-C(12)-H(22)	104 (5)
H(17)-C(8)-H(18)	108 (4)	H(22)-C(12)-H(24)	115 (5)
H(16)-C(8)-H(18)	108 (4)	H(23)-C(12)-H(24)	111 (5)
Molécules d'acétate			
C(1)-C(2)	1,513 (4)	C(3)-C(4)	1,505 (3)
C(1)-O(1)	1,267 (1)	C(3)-O(3)	1,276 (2)
C(1)-O(2)	1,231 (3)	C(3)-O(4)	1,235 (2)
O(1)-C(1)-C(2)	114,9 (2)	O(3)-C(3)-C(4)	117,3 (1)
O(1)-C(1)-O(2)	124,7 (2)	O(3)-C(3)-O(4)	122,8 (1)
O(2)-C(1)-C(2)	120,3 (1)	O(4)-C(3)-C(4)	119,8 (2)
Environnement du cuivre			
Cu-N(1)	1,996 (1)	N(1)-Cu-O(1)	90,25 (6)
Cu-N(3)	1,994 (1)	N(1)-Cu-O(3)	90,15 (5)
Cu-O(1)	1,956 (1)	N(3)-Cu-O(1)	88,88 (6)
Cu-O(3)	1,986 (1)	N(3)-Cu-O(3)	91,41 (5)
Cu-O(3 ⁱⁱⁱ)	2,424 (1)	N(1)-Cu-N(3)	172,82 (5)
		N(1)-Cu-O(3 ⁱⁱⁱ)	92,41 (5)
		N(3)-Cu-O(3 ⁱⁱⁱ)	94,76 (5)
		O(1)-Cu-O(3 ⁱⁱⁱ)	96,70 (5)
		O(3)-Cu-O(3 ⁱⁱⁱ)	77,55 (4)
		O(1)-Cu-O(3)	174,25 (5)

Code de symétrie: (iii) -x, -y, -z.

Tableau 3. Géométrie de l'eau et liaisons hydrogènes

O	H	X	O-H(Å)	∠HOH(°)	O...X(Å)	H...X(Å)	∠OHX(°)
O(5)	H(1)	O(4 ⁱ)	0,90 (5)	105 (5)	2,781 (4)	1,88 (6)	169 (5)
	H(2)	O(6)	0,93 (5)				
O(6)	H(3)	O(7 ⁱ)	0,77 (4)	78 (6)	2,783 (6)	2,32 (5)	119 (3)
	H(4)	O(2 ⁱⁱ)	0,78 (5)				
O(7)	H(5)	O(2)	0,81 (6)	104 (5)	2,750 (5)	1,96 (7)	162 (5)
	H(6)	O(4)	0,91 (5)				

Code de symétrie: (i) $x, y - 1, z$; (ii) $-1 - x, -y, 1 - z$.

sont conformes aux liaisons d'un cycle conjugué: $1,322 < d < 1,380$ Å.

Les longueurs des liaisons C-N du cycle varient en fonction des autres atomes liés au carbone. Elles sont comprises entre 1,322 et 1,338 Å quand les substituants sur le carbone sont un atome d'hydrogène et un autre atome d'azote et varient de 1,373 à 1,380 Å lorsque l'atome de carbone se trouve relié à un hydrogène et à un autre atome de carbone.

Les différentes longueurs des liaisons C-O reflètent les interactions auxquelles sont soumis les atomes d'oxygène des ions acétates. Cette longueur décroît selon que l'oxygène est lié aux deux cuivres, à un seul d'entre eux ou bien encore à une molécule d'eau par l'intermédiaire d'un pont hydrogène (Tableau 2). Les liaisons C-H dans les cycles imidazole valent en moyenne 0,95 Å. Dans les groupements méthyles des cycles, elles sont toujours de l'ordre de 0,98 Å en moyenne, alors que dans les ions acétates, elles ont pour valeur moyenne 1,03 Å.

Les angles moyens des groupements méthyles des cycles imidazole sont de l'ordre de 109° mais ne sont que de 106° pour les méthyles des groupements acétates.

La géométrie des molécules d'eau est classique. Les distances O-H sont comprises entre 0,77 et 0,93 Å

avec une moyenne de 0,85 Å. Le rôle des molécules d'eau est d'assurer la cohésion de l'édifice cristallin dans ce composé (Tableau 3).

Références

- BAIRD, M. C. (1968). *Prog. Inorg. Chem.* **9**, 1-159.
 BERNARD, M. A., BOREL, M. M., BUSNOT, A., BUSNOT, F. & LECLAIRE, A. (1979). *Rev. Chim. Minér.* **16**, 124-133.
 BOREL, M. M., BUSNOT, A., BUSNOT, F. & LECLAIRE, A. (1980). *Rev. Chim. Minér.* **17**, 202-208.
 BOREL, M. M., BUSNOT, A., BUSNOT, F., LECLAIRE, A. & BERNARD, M. A. (1981a). *Rev. Chim. Minér.* **18**, 74-82.
 BOREL, M. M., BUSNOT, A., BUSNOT, F., LECLAIRE, A. & BERNARD, M. A. (1981b). *Rev. Chim. Minér.* **18**, 370-375.
 CATTERICK, J. & THORNTON, P. (1977). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **20**, 291-354.
 CHAUDHURY, G. R. & DASH, K. C. (1981). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **43**, 2189-2190.
 CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17-23.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104-109.
 DASH, K. C. & PUJARI, P. (1977). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **39**, 2167-2171.
 HENRIKSON, H. A. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1947-1950.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Tome III. Birmingham: Kynoch Press.
 KATO, M., JONASSEN, H. B. & FANNING, J. C. (1964). *Chem. Rev.* **64**, 99-128.
 LUNDBERG, B. K. S. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 901-909.
 OLDHAM, C. (1968). *Prog. Inorg. Chem.* **10**, 223-258.
 PROUT, C. K., ALLISON, G. B. & ROSSOTI, F. J. C. (1971). *J. Chem. Soc. A*, pp. 3331-3335.
 REEDIK, J. (1971). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **33**, 179-188.
 SUNDBERG, R. J. & MARTIN, R. B. (1974). *Chem. Rev.* **4**, 471-486.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 2461-2463

Structure of Calcium Tartrate Tetrahydrate

BY F. C. HAWTHORNE, I. BORYS AND R. B. FERGUSON

Department of Earth Sciences, University of Manitoba, Winnipeg, Manitoba, Canada

(Received 19 November 1981; accepted 20 April 1982)

Abstract. Calcium tartrate tetrahydrate, Ca²⁺.C₄H₄O₆²⁻.4H₂O, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 9.631$ (2), $b = 10.573$ (3), $c = 9.215$ (2) Å, $V = 938.4$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.84$ Mg m⁻³. The structure was solved by Patterson and Fourier methods, and refined by full-matrix least squares to an R of 0.037 for 1504 observed reflexions using Mo $K\alpha$ ($\lambda = 0.71069$ Å)

X-radiation. Calcium links the tartrate molecules into infinite chains along c , with the chains cross-linked by a network of hydrogen bonds.

Introduction. A gel was prepared by acidification of a sodium silicate solution with tartaric acid in a constant-temperature bath, and a solution of 0.5 mol dm⁻³