

X-ray value of 2.088 (2) Å (Bergendahl & Wood, 1975). The nearly perfect octahedral geometry of the Co atom is maintained at low temperature, as is the orientation of the ligand, the Co atom being 1.727 Å from the ligand plane, compared to 1.723 Å at room temperature. In contrast to the majority of the structures where ClO_4^- features as a counterion, the geometry here is well defined and the present neutron results indicate that the absence of disorder, which is in fact found for the analogous complexes with BF_4^- as counterion (van Ingen Schenau, Verschoor & Romers, 1974), is probably attributable to hydrogen bonding between atom C(2) of the pyridine ring and O(3). The distance C(2)···O(3) of 3.011 (1) Å is appreciably shorter than the average of 3.23 Å expected for this type of hydrogen bond (Vinogradov & Linnell, 1971), while the H(2)···O(3) distance is 2.176 (2) Å. The angle at the H is 132.0 (2)°, indicating a markedly non-linear bond.

We thank the Computation Center at the University of Massachusetts for the provision of a generous amount of computer time.

References

- ALGRA, H. A., DE JONGH, L. J., HUISKAMP, W. J. & CARLIN, R. L. (1976). *Phys. Status Solidi B*, **83**, 71–84.
 ALLIBON, J. R., FILHOL, A., LEHMANN, M. S., MASON, S. A. & SIMMS, P. (1981). *J. Appl. Cryst.* **14**, 326–328.
 BECKER, P. & COPPENS, P. (1974). *Acta Cryst.* **A31**, 417–425.
 BERGENDAHL, T. J. & WOOD, J. S. (1975). *Inorg. Chem.* **14**, 338–342.
 BLESSING, R. H., COPPENS, P. & BECKER, P. (1974). *J. Appl. Cryst.* **7**, 488–492.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 COPPENS, P. & LEHMANN, M. S. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1777–1784.
 INGEN SCHENAU, A. D. VAN, VERSCHOOR, G. C. & ROMERS, C. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1686–1694.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KEUZERS, C. P., McMULLAN, R. K., WOOD, J. S., VAN KALKEREN, G., SRINIVASAN, R. & DE BOER, E. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 4275–4284.
 KOESTER, L. (1977). *Neutron Physics*, edited by G. HOHLER, pp. 36–37. Berlin, Heidelberg, New York: Springer Verlag.
 VINOGRADOV, S. N. & LINNELL, R. H. (1971). *Hydrogen Bonding*, p. 177. New York, Cincinnati, Toronto, London, Melbourne: Van-Nostrand-Reinhold.
 WOOD, J. S. (1984). *Acta Cryst.* **A40**, C166.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 413–415

Hexachlorotellurate(IV) de Bis(triméthyl-2,4,6 pyridinium)

PAR A. MICHELET

Laboratoire de Chimie Minérale, UFR de Pharmacie, 1 Rue Gaston Veil, 44035 Nantes CEDEX, France

ET P. TOFFOLI ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

(Reçu le 13 juin 1985, accepté le 19 novembre 1985)

Abstract. $[\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}]_2[\text{TeCl}_6]$, $M_r = 584.7$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 7.962$ (4), $b = 9.378$ (4), $c = 9.569$ (5) Å, $\alpha = 99.78$ (5), $\beta = 109.25$ (6), $\gamma = 110.83$ (6)°, $V = 596$ Å³, $Z = 1$, $D_x = 1.628$ Mg m⁻³, $\text{Mo K}\alpha$, $\lambda = 0.7107$ Å, $\mu = 1.93$ mm⁻¹, $F(000) = 288$, $T = 296$ (1) K, $R = 0.044$ for 2161 independent reflections. Te is surrounded by six Cl atoms in a regular octahedron. The pyridinium bond lengths and angles are normal. The structure can be regarded as constituted of layers of $[\text{TeCl}_6]^{2-}$ anions separated by double layers of $[\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}]^+$ cations parallel to the (100) face. A hydrogen bond N—H···Cl takes part in the cohesion of the structure.

Introduction. Le présent travail fait partie d'une étude des composés formés par les acides hexachlorotellurique(IV) et hexachloroplatinique(IV) avec les amines aromatiques. Le produit utilisé a été préparé à la température ambiante en ajoutant, en quantité stoechiométrique, la collidine base à une solution d'acide hexachlorotellurique obtenue en dissolvant le dioxyde de tellure dans l'acide chlorhydrique concentré en excès. L'évaporation lente de la solution donne des cristaux parallélépipédiques, de couleur jaune, qui s'hydrolysent en quelques jours lorsqu'on les abandonne à l'air ambiant. Leur composition a été établie par l'étude structurale.

Partie expérimentale. Cristal parallélépipédique: $0,07 \times 0,15 \times 0,20$ mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 15 réflexions telles que $7,17 \leq \theta \leq 15,87^\circ$. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. $0 \leq (\sin \theta)/\lambda \leq 0,639 \text{ \AA}^{-1}$. $-10 \leq h \leq 9$, $-11 \leq k \leq 11$, $0 \leq l \leq 12$. Réflexions de contrôle: $3\bar{3}\bar{1}$, $\bar{3}30$ et 003 . $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle): $0,019$. 2609 réflexions indépendantes mesurées. 448 réflexions inobservées [$I < 2\sigma(I)$]. Correction d'absorption (de Meulenaer & Tompa, 1965); valeurs max. et min. du coefficient de transmission: $0,83$ et $0,73$. Méthode de l'atome lourd et série de Fourier des ΔF . Affinement sur F . Programme de Busing (1971). Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigés des f' et des f'' . H des CH_3 non déterminés avec certitude; autres H: positions calculées. Paramètres affinés: x , y , z et β_{ij} de Te, Cl, N et C. $wR = 0,047$, $S = 1,8$, $w = 1/\sigma^2(F)$. $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,32$. $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,46$, $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,52 \text{ e \AA}^{-3}$. Calcul des distances et des angles: programme ORFFE3 (Busing, Martin & Levy, 1971).

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1,* les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 représente les atomes vus parallèlement à l'axe c . Elle montre que la structure peut être considérée comme formée de couches d'anions $[\text{TeCl}_6]^{2-}$ séparées par des doubles couches de cations $[\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}]^+$ parallèles à la face (100).

L'atome de tellure est centre de symétrie. Il est lié à six atomes de chlore qui forment un octaèdre presque régulier. Les distances Te-Cl sont comprises entre $2,520(2)$ et $2,542(3) \text{ \AA}$. En outre, elles sont très voisines de leurs homologues dans les composés $M_2[\text{TeCl}_6]$ ($M = \text{NH}_4, \text{Rb}, \text{Cs}$ et Tl) (Wyckoff, 1965) ou dans l'hexachlorotellurate(IV) de bis(pyridinium) (Khodadad, Viossat, Toffoli & Rodier, 1979). Les angles Cl-Te-Cl formés par deux atomes de chlore en positions *cis* sur les sommets de l'octaèdre diffèrent de 90° de moins de $0,8^\circ$.

Dans l'ion collidinium, les distances N(1)-C(2) [$1,32(1) \text{ \AA}$] et N(1)-C(6) [$1,33(1) \text{ \AA}$] sont comparables aux mêmes distances dans la pyridine ($1,3402 \text{ \AA}$) (Bak, Hansen-Nygaard & Rastrup-Andersen, 1958). Les distances C-C entre deux atomes voisins du cycle vont de $1,37(1)$ à $1,40(1) \text{ \AA}$ [moyenne: $1,387(8) \text{ \AA}$]. L'angle C(2)-N(1)-C(6) s'écarte sensiblement de 120° en raison des longueurs inégales des distances

C-C et C-N. Les longueurs des liaisons C(2)-C(7), C(4)-C(8) et C(6)-C(9) ne présentent pas de différences significatives avec les longueurs citées habituellement pour les liaisons $\text{Csp}^2\text{-Csp}^3$.

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts types

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

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Te	0	0	0	3,03 (2)
Cl(1)	-0,2679 (3)	0,0918 (2)	-0,0143 (2)	5,14 (7)
Cl(2)	0,1711 (3)	0,2369 (2)	-0,0753 (2)	4,89 (7)
Cl(3)	0,2000 (3)	0,1677 (2)	0,2868 (2)	5,14 (6)
N(1)	0,7092 (8)	0,2177 (7)	0,3225 (6)	3,4 (2)
C(2)	0,7130 (9)	0,3617 (9)	0,3593 (8)	6,6 (3)
C(3)	0,741 (1)	0,4331 (8)	0,5110 (9)	6,7 (3)
C(4)	0,762 (1)	0,3500 (8)	0,6188 (8)	6,6 (3)
C(5)	0,754 (1)	0,1994 (8)	0,5714 (7)	6,1 (3)
C(6)	0,7281 (9)	0,1343 (8)	0,4216 (7)	5,7 (3)
C(7)	0,685 (1)	0,443 (1)	0,234 (1)	9,5 (4)
C(8)	0,790 (2)	0,424 (1)	0,7835 (9)	9,5 (5)
C(9)	0,722 (1)	-0,0297 (9)	0,3611 (8)	7,4 (4)

Tableau 2. Distances interatomiques (\AA), angles des liaisons ($^\circ$) et écarts types

Te-Cl(1)	2,542 (3)	C(2)-C(7)	1,53 (1)
Te-Cl(2)	2,520 (2)	C(3)-C(4)	1,40 (1)
Te-Cl(3)	2,532 (3)	C(4)-C(5)	1,38 (1)
N(1)-C(2)	1,32 (1)	C(4)-C(8)	1,52 (1)
N(1)-C(6)	1,33 (1)	C(5)-C(6)	1,37 (1)
C(2)-C(3)	1,40 (1)	C(6)-C(9)	1,52 (1)
Cl(1)-Te-Cl(2)	89,24 (8)	C(3)-C(4)-C(5)	118,5 (7)
Cl(1)-Te-Cl(3)	90,68 (9)	C(3)-C(4)-C(8)	120,3 (8)
Cl(2)-Te-Cl(3)	90,29 (9)	C(5)-C(4)-C(8)	121,2 (8)
C(2)-N(1)-C(6)	123,8 (6)	C(4)-C(5)-C(6)	120,4 (7)
N(1)-C(2)-C(3)	118,9 (7)	N(1)-C(6)-C(5)	119,1 (7)
N(1)-C(2)-C(7)	118,6 (7)	N(1)-C(6)-C(9)	117,3 (6)
C(3)-C(2)-C(7)	122,5 (8)	C(5)-C(6)-C(9)	123,6 (7)
C(2)-C(3)-C(4)	119,4 (7)		

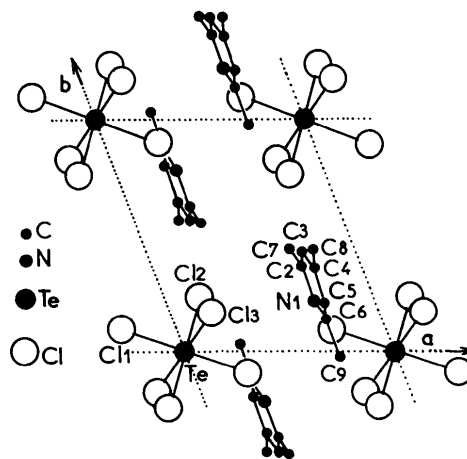


Fig. 1. Vue de la structure parallèlement à l'axe c et numérotation des atomes.

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes, des coordonnées calculées des atomes d'hydrogène, des distances intermoléculaires ainsi que les distances des atomes de l'ion $[\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}]^+$ au cycle pyridine ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42657; 16 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.

La cohésion de la structure est due essentiellement aux attractions électrostatiques entre les ions. Elle fait aussi intervenir la liaison hydrogène $N(1) \cdots H(N1) \cdots Cl(1^i) [(i): 1 + x, y, z]$ longue de 3,326 (7) Å et dont l'angle est voisin de 166°.

Références

BAK, B., HANSEN-NYGAARD, L. & RASTRUP-ANDERSEN, J. (1958). *J. Mol. Spectrosc.* **2**, 361–364.
 BUSING, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683–684.

BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1971). *ORFFE3*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, p. 72. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
 KHODADAD, P., VIOSSAT, B., TOFFOLI, P. & RODIER, N. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 2896–2899.
 MEULENAER, J. DE & TOMPA, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.
 WYCKOFF, R. W. G. (1965). *Crystal Structures*, Tome 3, pp. 341–344. New York: Interscience.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 415–416

Structure of Dibromo(diphenylphosphinoacetic acid)mercury(II), $HgBr_2 \cdot (C_6H_5)_2PCH_2COOH$

BY J. PODLAHOVÁ, B. KRATOCHVÍL AND J. LOUB

Department of Inorganic Chemistry, Charles University, Albertov 2030, 12840 Praha 2, Czechoslovakia

AND H. PAULUS

Institut für physikalische Chemie, Technische Hochschule, Petersenstrasse 20, 6100 Darmstadt, Federal Republic of Germany

(Received 29 April 1985; accepted 26 November 1985)

Abstract. $[HgBr_2(C_{14}H_{13}O_2P)]$, $M_r = 604.65$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.052$ (2), $b = 11.149$ (2), $c = 15.810$ (3) Å, $\beta = 122.28$ (1)°, $V = 1647.0$ (6) Å³, $Z = 4$, $D_m = 2.417$ (2), $D_x = 2.439$ (1) Mg m⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 13.85$ mm⁻¹, $F(000) = 1112$, $T = 296$ K, $R = 0.039$ for 1745 unique observed reflections. The structure consists of centrosymmetric, doubly halogen-bridged dimers with Hg atoms in a distorted tetrahedral environment. The carboxyl group of the ligand is not coordinated but participates in hydrogen bridges resulting in infinite chains. No other contacts except those at normal van der Waals distances appear in the structure.

Introduction. Tertiary phosphine complexes of mercury(II) halides with the composition $HgX_2(R_3P)$ possess a wide variety of structural types (Bell, Goldstein, Jones & Nowell, 1983). Unlike simple tertiary phosphines, diphenylphosphinoacetic acid as a functionalized phosphine ligand can, and frequently does, introduce novel structural features resulting from the presence of the carboxyl group. Therefore, it seemed interesting to investigate the crystal structure of the title complex which was synthesized (Podlahová & Gracias, 1985) as a member of an extensive series of mercury(II) complexes with diphenylphosphinoacetic acid.

Experimental. The crystals were obtained by vapor diffusion of dichloromethane into a saturated solution of the complex in acetone. The investigated prismatic crystal with a size of 0.21 × 0.20 × 0.11 mm has well developed {011} and {102} faces. Density measured pycnometrically under xylene. A Stoe four-circle diffractometer with graphite monochromator, 63 reflections with 2θ range 30–36° used for lattice-parameter refinement, absorption-correction values 0.1383 to 0.2944, maximum $\sin\theta/\lambda$ value 0.5378 Å⁻¹, h, k, l range: -11, 10; 0, 11; 0, 16. Three standard reflections monitored after every 120 without any significant intensity fluctuation; 2745 measured reflections, 2131 unique reflections, 386 unobserved reflections according to criterion $F_o < 3\sigma(F_o)$, $R_{int} = 0.0256$. Direct methods, F_o magnitudes used, full-matrix least-squares refinement of positional parameters and anisotropic thermal parameters of non-H atoms in two blocks; H atoms except one located from difference map, isotropic thermal parameters of H atoms were not refined and were equal to the isotropic thermal parameters of their bonding partners, multiplied by 1.1. $R = 0.0386$, $wR = 0.0261$, $GOF = 2.02$, $w = 1.656/\sigma^2(F_o)$, ratio of maximum least-squares shift to e.s.d. in last refinement cycle 0.07, maximum and minimum height in final difference map 0.75 and -0.73 e Å⁻³, secondary-