

Fig. 1. Numbering scheme and geometry of the title compound. (Distances in Å, angles in °.)

## References

- CROMER, D. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.3.1. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.2.B. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- EYSEL, H. H., GUGGOLZ, E., KOPP, M. & ZIEGLER, M. L. (1983). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **449**, 31–43.
- FRENZ, B. A. & OKAYA, Y. (1980). *Enraf-Nonius Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft.
- HOWARD-LOCK, H. E., LOCK, C. J. L., TURNER, G. & ZVAGULIS, M. (1981). *Can. J. Chem.* **59**, 2737–2745.
- LAUHER, J. W. & IBERS, J. A. (1975). *Inorg. Chem.* **14**, 640–645.
- NEWKOME, G. R., EVANS, D. W., KIEFER, G. E., DELORD, T. J., FRONCZEK, F. R., GUPTA, V. K. & XIA, Y. (1986). *Inorg. Chem.* In preparation.
- OSBORN, R. S. & ROGERS, D. (1974). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1002–1004.

*Acta Cryst.* (1986). **C42**, 1644–1646

## Tetraphenylphosphonium-hexawolframmat-Dibromomethan-Solvat

VON WOLFGANG WILLING, ULRICH MÜLLER\* UND ALEXANDER BERG

*Fachbereich Chemie der Universität, Hans-Meerwein-Straße, D-3550 Marburg, Bundesrepublik Deutschland*

(Eingegangen am 2. August 1985; angenommen am 12. Mai 1986)

**Abstract.**  $[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]_2[\text{W}_6\text{O}_{19}]\cdot 4\text{CH}_2\text{Br}_2$ ,  $M_r = 2781.27$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 12.079$  (3),  $b = 12.469$  (2),  $c = 12.685$  (3) Å,  $\alpha = 84.00$  (2),  $\beta = 62.20$  (3),  $\gamma = 89.82$  (2)°,  $V = 1678.6$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $D_x = 2.75$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7017$  Å,  $\mu = 152.9$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1266$ ,  $T = 295$  K,  $R = 0.062$  for 2135 independent observed reflexions. In the  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$  ion six octahedra share a common corner in the center; the symmetry of the ion deviates only marginally from  $m3m$ . The cations are arranged into  $(\text{PPh}_4^+)_2$  pairs about inversion centers. Each  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$  ion is surrounded by eight of these pairs involving the 12 closest  $\text{PPh}_4^+$  ions. P–C bond lengths: 1.78 (2) to 1.79 (2) Å; C–P–C angles: 107 (1) to 110 (1)°. C–Br bond lengths: 1.86 (4) and 1.89 (4) Å.

**Experimentelles.** 1 g  $\text{W}(\text{NO})_2\text{Br}_2$  (Johnson & Al-Obaidi, 1970) wurde mit einer Lösung von 1,04 g  $\text{PPh}_4\text{Br}$  in 30 ml  $\text{CH}_2\text{Br}_2$  unter Ausschluß von Feuchtigkeit in Lösung gebracht. Im Verlaufe von zwei Wochen kristallisierten 1,46 g grünes  $\text{PPh}_4\text{-}[\text{W}(\text{NO})_2\text{Br}_3]$  aus, die abgefrittet wurden. Aus dem Filtrat kristallisierte die farblose Titelverbindung im Verlaufe eines Jahres. Über den Reaktionsablauf wissen

wir nichts; möglicherweise ist durch einen undichten Verschuß Feuchtigkeit eindiffundiert und hat zur Bildung des  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$ -Ions geführt, oder es hat eine Reaktion mit der Glaswand stattgefunden. Der zur Strukturuntersuchung verwendete Kristall maß  $0,288 \times 0,23 \times 0,023$  mm.

Messung: Vierkreisdiffraktometer Enraf-Nonius CAD-4, Mo K $\alpha$ -Strahlung (Graphit-Monochromator), Gitterparameterberechnung mit 11 Reflexen  $14 < \theta < 20^\circ$ ;  $\omega$ -scan,  $\sin\theta/\lambda < 0,48$  Å<sup>-1</sup> ( $0 \leq h \leq 10$ ,  $-11 \leq k \leq 11$ ,  $-10 \leq l \leq 10$ ); Kontrollreflexe 200 und 222 zeigten gegen Ende einen Intensitätsabfall von ca 3%; Lorentz-, Polarisationsfaktor- und Absorptionskorrektur (Transmissionsfaktoren 0,123 bis 0,721); 2674 unabhängige Reflexe, davon 539 mit  $F < 2\sigma(F)$  als unbeobachtet gewertet und zur Verfeinerung nicht verwendet. Strukturaufklärung mittels Patterson-Synthese und Differenz-Fourier-Synthese. Verfeinerung durch Minimalisieren von  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$  mit  $w = 1/\sigma^2(F)$  bis alle  $\Delta/\sigma < 0,1$ . H-Atome in berechneten Lagen angenommen, Phenylgruppen als starre Einheiten behandelt (C–C 1,395 Å, C–H 1,08 Å); anisotrope Temperaturfaktoren für W, Br und P, isotrope für O und C, je ein gemeinsamer isotroper für die Phenyl-H- bzw. Lösungsmittel-H-Atome. Abschließende Differenz-Fourier-Synthese:  $|\Delta\rho| <$

\* Korrespondenzautor.

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter der isotropen thermischen Schwingung

$U$ -Werte ( $\times 10^3$ ,  $\text{\AA}^2$ ) für W und Br berechnet als äquivalente Werte  
 $U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$

	$x$	$y$	$z$	$U$
W(1)	-0,0689 (1)	0,1741 (1)	-0,0039 (1)	30 (1)
W(2)	-0,0410 (1)	0,0045 (1)	0,1980 (1)	29 (1)
W(3)	0,2025 (1)	0,0696 (1)	-0,0657 (1)	30 (1)
O(0)	0	0	0	22 (7)
O(1)	-0,115 (2)	0,301 (2)	-0,007 (2)	53 (7)
O(2)	-0,068 (2)	0,009 (2)	0,342 (2)	41 (6)
O(3)	0,350 (2)	0,124 (2)	-0,117 (2)	53 (7)
O(4)	-0,087 (2)	0,143 (2)	0,157 (2)	36 (6)
O(5)	0,109 (2)	0,196 (2)	-0,056 (2)	34 (6)
O(6)	0,124 (2)	0,052 (2)	0,102 (2)	36 (6)
O(7)	0,022 (2)	-0,137 (2)	0,163 (2)	23 (5)
O(8)	0,216 (2)	-0,084 (2)	-0,050 (2)	31 (6)
O(9)	0,191 (2)	0,051 (2)	-0,212 (2)	29 (5)
P	0,2737 (8)	0,5293 (7)	0,3068 (7)	26 (6)
C(11)	0,233 (2)	0,664 (2)	0,334 (1)	34 (8)
C(12)	0,162 (2)	0,689 (2)	0,451 (1)	47 (10)
C(13)	0,125 (2)	0,794 (2)	0,473 (1)	69 (12)
C(14)	0,159 (2)	0,874 (2)	0,376 (1)	63 (12)
C(15)	0,230 (2)	0,850 (2)	0,259 (1)	52 (10)
C(16)	0,268 (2)	0,745 (2)	0,238 (1)	57 (11)
C(21)	0,437 (2)	0,530 (2)	0,202 (2)	33 (8)
C(22)	0,518 (2)	0,615 (2)	0,189 (2)	54 (11)
C(23)	0,648 (2)	0,607 (2)	0,123 (2)	47 (10)
C(24)	0,695 (2)	0,513 (2)	0,070 (2)	53 (10)
C(25)	0,614 (2)	0,428 (2)	0,083 (2)	50 (10)
C(26)	0,484 (2)	0,436 (2)	0,149 (2)	53 (10)
C(31)	0,176 (2)	0,470 (1)	0,254 (2)	33 (8)
C(32)	0,182 (2)	0,362 (1)	0,235 (2)	44 (9)
C(33)	0,100 (2)	0,316 (1)	0,202 (2)	39 (9)
C(34)	0,011 (2)	0,379 (1)	0,187 (2)	57 (11)
C(35)	0,005 (2)	0,488 (1)	0,205 (2)	45 (10)
C(36)	0,088 (2)	0,533 (1)	0,239 (2)	42 (9)
C(41)	0,251 (2)	0,450 (2)	0,441 (2)	37 (9)
C(42)	0,334 (2)	0,467 (2)	0,486 (2)	57 (12)
C(43)	0,324 (2)	0,402 (2)	0,587 (2)	77 (14)
C(44)	0,231 (2)	0,319 (2)	0,642 (2)	50 (11)
C(45)	0,148 (2)	0,301 (2)	0,597 (2)	48 (10)
C(46)	0,158 (2)	0,367 (2)	0,497 (2)	44 (10)
C(1)	0,363 (4)	0,850 (4)	0,571 (3)	70 (13)
Br(1)	0,4837 (5)	0,8536 (5)	0,4087 (4)	92 (6)
Br(2)	0,3462 (5)	0,7117 (5)	0,6626 (4)	100 (6)
C(2)	0,572 (5)	0,893 (4)	0,789 (4)	81 (14)
Br(3)	0,5576 (5)	0,8592 (4)	0,9191 (4)	76 (6)
Br(4)	0,6566 (5)	0,8645 (4)	0,6382 (4)	83 (6)

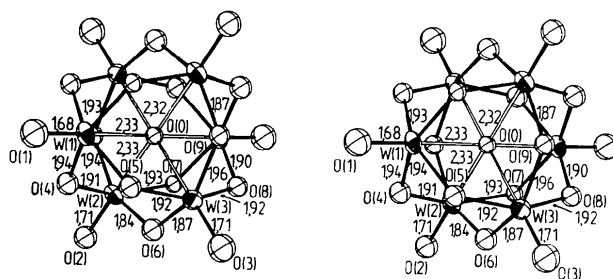


Fig. 1. Stereoskopische Ansicht des  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$ -Ions mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit). Das Atom O(0) befindet sich in einem Inversionszentrum. Interatomare Abstände in  $\text{\AA}$ ; Standardabweichungen: Abstände zu O(0)  $< 0,01 \text{\AA}$ , alle anderen  $0,02 \text{\AA}$ . Mittlere Bindungswinkel:  $\text{O}_c\text{-W-O}_c$ ,  $178,5 (5)$ ;  $\text{O}_c\text{-W-O}_b$ ,  $75,5 (13)$ ;  $\text{O}_t\text{-W-O}_b$ ,  $104,5 (17)$ ;  $\text{O}_b\text{-W-O}_b$ ,  $86,4 (11)$  und  $151,0 (22)$ ;  $\text{W-O}_c\text{-W}$ ,  $90,0 (2)$ ;  $\text{W-O}_b\text{-W}$ ,  $118,8 (27)^\circ$  ( $\text{O}_c$  = zentral,  $\text{O}_b$  = Brücke,  $\text{O}_t$  = terminal).

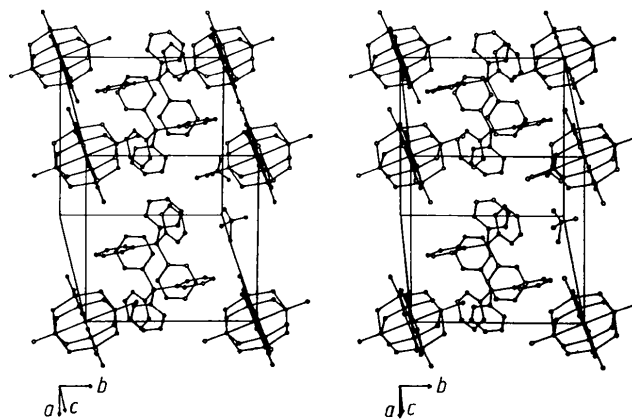


Fig. 2. Stereoskopische Ansicht der Elementarzelle von  $(\text{PPh}_4)_2[\text{W}_6\text{O}_{19}] \cdot 1,4\text{CH}_2\text{Br}_2$ .

$1,3 \text{ e \AA}^{-3}$ . Atomformfaktoren: Cromer & Mann (1968);  $f'$ ,  $f''$ : Cromer & Liberman (1970). Rechenprogramme: CADLP (Müller, 1971). SHELX76 (Sheldrick, 1976), ORTEP (Johnson, 1965).  $R = 0,062$ ,  $wR = 0,066$ .

Die Atomkoordinaten sind in Tabelle 1 zusammengestellt.\* Fig. 1 zeigt die Struktur des  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$ -Ions mit den Bindungsabständen.

**Verwandte Literatur.** Die Kationen ordnen sich zu  $(\text{PPh}_4)_2$ -Paaren um die Inversionszentren in  $\frac{1}{2}, 0$  in einer Art, die auch bei anderen Tetraphenylphosphoniumsalzen bekannt ist (Müller, Klingelhöfer, Eicher & Bohrer, 1984) (Fig. 2).

\* Die Tabellen der anisotropen Temperaturfaktoren, berechneten H-Atomkoordinaten, Bindungswinkel und der Struktur faktoren sind bei der British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43168: 19 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Das  $[\text{W}_6\text{O}_{19}]^{2-}$  ist bereits mit verschiedenen Kationen bekannt (Gmelin, 1979).  $(\text{PPh}_4)_2[\text{W}_6\text{O}_{19}]$  (ohne eingebautes  $\text{CH}_2\text{Br}_2$ ) wurde aus wässriger Lösung von Grase & Fuchs (1977) erhalten. Kristallstrukturuntersuchungen wurden am  $[\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4]_2[\text{W}_6\text{O}_{19}]$  (Fuchs, Freiwald & Hartl, 1978; Henning & Hüllen, 1969),  $(\text{NH}_2\text{Me}_2)_2[\text{W}_6\text{O}_{19}]$  (Kirillova, Kolomnikov, Zolotarev, Lysyak & Struchkov, 1977) und  $[\text{W}(\text{NC-tert-C}_4\text{H}_9)_7][\text{W}_6\text{O}_{19}]$  (LaRue, Liu & SanFilippo, 1980) durchgeführt; in allen Fällen hat das Anion die gleiche Struktur wie in unserem Fall mit annähernd gleichen Bindungsabständen und Winkeln.

Wir danken den Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit.

#### Literatur

- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1897.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.

- FUCHS, J., FREIWALD, W. & HARTL, H. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1764–1770.
- GMELIN, L. (1979). *Handbuch der anorganischen Chemie, Wolfram*, Ergänzungsband B3, S. 209, 228, 241, 250, 259. Berlin: Springer-Verlag.
- GRASE, R. & FUCHS, J. (1977). *Z. Naturforsch. Teil B*, 32, 1379–1389.
- HENNING, G. & HÜLLEN, A. (1969). *Z. Kristallogr.* 130, 162–172.
- JOHNSON, B. F. J. & AL-OBAIDI, K. H. (1970). *Inorg. Synth.* 12, 264–266.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KIRILLOVA, N. I., KOLOMNIKOV, I. S., ZOLOTAREV, YU. A., LYSYAK, YU. T. & STRUCHKOV, YU. T. (1977). *Koord. Khim.* 3, 1895–1899.
- LARUE, W. A., LIU, A. T. & SANFILIPPO, J. J. (1980). *Inorg. Chem.* 19, 315–320.
- MÜLLER, U. (1971). *CADLP*. Programm zur Auswertung und Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten. Univ. Marburg, Bundesrepublik Deutschland.
- MÜLLER, U., KLINGELHÖFER, P., EICHER, J. & BOHRER, R. (1984). *Z. Kristallogr.* 168, 121–131.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programm für die Kristallstrukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.

*Acta Cryst.* (1986). C42, 1646–1648

## Structure of a Dinuclear Gold(II) Ylide Complex Containing Unidentate Acetate Ligands

BY LEIGH CHRISTOPHER PORTER AND JOHN P. FACKLER JR\*

Laboratory for Molecular Structure and Bonding, Texas A&M University, College Station, TX 77843, USA

(Received 29 October 1985; accepted 17 March 1986)

**Abstract.** Bis(acetato-*O*)bis- $\mu$ -(dimethylenediphenylphosphoranyl-*C,C'*)digold(II)(*Au*-*Au*),  $[\text{Au}_2(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\{\text{P}(\text{CH}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_5)_2\}_2]$ ,  $M_r = 937.9$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 10.466$  (5),  $b = 11.581$  (5),  $c = 14.206$  (6) Å,  $\alpha = 99.72$  (3),  $\beta = 98.90$  (3),  $\gamma = 107.90$  (3)°,  $V = 1575$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.97$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71073$  Å,  $\mu = 9.403$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 892$ ,  $T = 298$  K,  $R = 0.0338$  and  $wR = 0.0344$  for 361 variable parameters and 2070 reflections with  $F_o^2 > 3\sigma(F_o^2)$ . The structure of a dinuclear gold(II) ylide complex containing unidentate acetate ligands is reported. The asymmetric unit consists of two crystallographically independent half-dimers. The Au atoms have square-planar coordination geometries and are symmetrically bridged by ylide anion ligands. In both structures a metal-metal bond is formed.

**Experimental.** Green regularly shaped plate of approximate dimensions 0.01 × 0.05 × 0.2 mm. Triclinic symmetry suggested on the basis of interaxial angles and confirmed by a Delaunay reduction. Refined cell parameters obtained from setting angles of 20 reflections with  $20 < 2\theta < 25$ °. Data collection carried out at room temperature using  $\omega$ -scanning technique in bisecting geometry. (Nicolet R3m/E diffractometer, graphite-monochromated Mo K $\alpha$  radiation.) Backgrounds estimated from 96-step profile. Scan rate variable, 2–30° min<sup>-1</sup>, scan range –1.0° in  $\omega$  from  $K\alpha_1$  to +1.0° from  $K\alpha_2$ . 2902 reflections ( $\pm h, \pm k, \pm l$ ;  $h_{\text{max}} = 10$ ,  $k_{\text{max}} = 11$ ,  $l_{\text{max}} = 13$ ) measured with  $0 <$

$2\theta < 40$ °. Three standards (010,  $\bar{1}00$ , 112) measured every 100 data. Data corrected for standard decay (<6%), absorption, Lorentz and polarization effects. Absorption corrections applied empirically on the basis of azimuthal scans of 10 low-angle reflections (transmission range 0.195–0.261). Structure solution and refinement carried out using *SHELXTL* collection of crystallographic software (Sheldrick, 1978). Au-atom positions from sharpened Patterson map, remaining atoms from difference Fourier maps. Scattering factors, including terms for anomalous dispersion, from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). All atoms refined anisotropically, H atoms not included. Refinement based on  $F$  with  $w^{-1} = [\sigma^2(F)]$

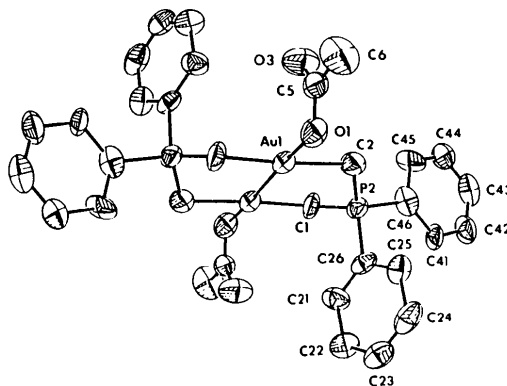


Fig. 1. A perspective view of one dimer illustrating the atomic numbering scheme. Thermal ellipsoids are drawn at the 50% probability level.

\* To whom correspondence should be addressed.