

distances are 2.248 (1) and 2.246 (1) Å. The angles Ir(2)—Ir(1)—P(1) and Ir(1)—Ir(2)—P(2) are approximately equal at 101.51 (3) and 101.28 (3)°.

The Cp* rings are essentially planar, with a maximum deviation from planarity of 0.014 Å. The methyl groups are bent out of the ring plane, away from the Ir atoms. The two ring-centroid—Ir distances are nearly equal at 1.89 Å. The angle between the Cp* planes is 57.7°. The mean C—C distance within the rings is 1.421 (7) Å and the mean ring-C to methyl-C distance is 1.499 (7) Å. The hydride bridge is symmetrical with an Ir(1)—H(3) distance of 1.69 (4) and an Ir(2)—H(3) distance of 1.80 (4) Å. A pseudo-twofold axis passes through the bridging hydride, perpendicular to the Ir—Ir vector. The Ir—Ir—terminal H angles deviate significantly from tetrahedral at 73.4 (2) and 70.9 (2)°.

Although not disordered, the PF₆⁻ anion shows considerable thermal motion corresponding to rotation about the F(1)—P(3)—F(3) axis.

We thank Dr F. Hollander of U. C. Berkeley CHEXRAY facility for his aid and advice. CJB is supported by a fellowship from the Fannie and John Hertz Foundation. DJB is supported by a fellowship from NSERC of Canada. This work was performed as part of course 208 in the Department of Chemistry, Graduate Division, Berkeley.

References

- BAU, R., GELLERT, R. W. & SHIBU, J. K. (1975). 7th Int. Conf. Organometall. Chem. Venice, Italy, 1975, Abstracts, p. 238.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
 FRENZ, B. A. (1980). *Enraf-Nonius Structure Determination Package*. Version 17. College Station, Texas.
 GILBERT, T. M. & BERGMAN, R. G. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 3502–3507.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 231–233

Structure du Bis(*N,N*-di-*n*-butyl diméthyl-3,3 butanamide)dinitratodioxouranium(VI)

PAR P. CHARPIN, M. LANCE, M. NIERLICH ET D. VIGNER

CEA – CEN/SACLAY – IRDI/DESICP/DPC/SCM, 91191 Gif sur Yvette CEDEX, France

ET C. MUSIKAS

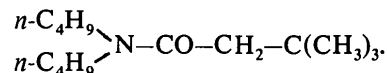
DGR, SEP, CEN/Fontenay-aux-Roses, 92260 Fontenay-aux-Roses, France

(Reçu le 13 décembre 1985, accepté le 12 septembre 1986)

Abstract. [U(NO₃)₂O₂(C₁₄H₂₉NO)₂], *M_r* = 848, monoclinic, *C*2/*c*, *a* = 40.731 (12), *b* = 9.944 (7), *c* = 21.510 (8) Å, β = 114.21 (3)°, *V* = 7945 Å³, *Z* = 8, *D_x* = 1.419 g cm⁻³, λ(Mo Kα) = 0.71073 Å, μ = 3.92 mm⁻¹, *F*(000) = 3408, *T* = 295 K, final *R_f* = 0.049 for 1741 observed reflections. The unit cell contains two independent U atoms lying on symmetry centers, with a similar environment. The linear uranyl groups [U(1)—O 1.75 (2), U(2)—O 1.73 (2) Å] are classically coordinated in their equatorial plane to six O atoms: four from two bidentate nitrates [U(1)—O 2.51 (2); U(2)—O 2.50 (2) Å] and two from two monodentate *N,N*-substituted amides in opposite positions [U(1)—O 2.36 (1); U(2)—O 2.35 (1) Å].

Introduction. Les amides en général sont de bons extractants pour l'uranyle (Descouls & Musikas, 1984; Gasparini & Grossi, 1980) et forment avec celui-ci des complexes de type UO₂(NO₃)₂*L*₂, *L* étant un *N,N*-dialkylamide substitué. Nous étudions une série de mono- et diamides pour tenter de relier leur pouvoir

d'extraction, leur solubilité et leur structure. Dans le cas de monoamides, l'uranyle est entouré d'un hexagone d'oxygènes appartenant à deux nitrates bidentés et opposés et à deux amides monodentés (Martin-Gil, Martin-Gil, Perales, Fayos & Martinez-Ripoll, 1983; Charpin, Folcher, Lance, Nierlich & Vigner, 1985; Charpin, Lance, Nierlich, Vigner, Descouls & Musikas, 1986). Nous décrivons la structure d'un nouveau complexe pour lequel *L* est le *N,N*-di-*n*-butyl diméthyl-3,3 butanamide:



Partie expérimentale. Par mise en contact d'une solution benzénique de *N,N*-di-*n*-butyl diméthyl-3,3 butanamide (*L*) et d'une solution aqueuse de nitrate d'uranyle, l'uranium est extrait en phase organique sous forme de complexe UO₂(NO₃)₂*L*₂; cristaux obtenus par évaporation lente du benzène; cristal jaune-vert sous forme d'aiguille, 50 × 60 × 300 μm; CAD-4 Enraf-

Nonius, Mo K α avec monochromateur de graphite; paramètres de réseau affinés par moindre carrés utilisant 25 réflexions, trois réflexions de contrôle d'intensité (00 $\bar{2}$, $\bar{4}00$, 11 $\bar{1}$) mesurées toutes les heures avec une perte totale de 2,5% en 34 h; corrections de Lorentz et de polarisation; correction d'absorption empirique (DIFABS: Walker & Stuart, 1983), valeurs extrêmes de la correction d'absorption 0,960 et 1,213; intensités collectées pour $2 \leq \theta \leq 25^\circ$, balayage ω - θ ; $-39 \leq h \leq 39$, $0 \leq k \leq 9$, $0 \leq l \leq 20$; 4125 réflexions mesurées, 3446 réflexions indépendantes, $R_{\text{int}} = 0,01$, 1741 observées avec $I > 3\sigma(I)$; fonction de Patterson pour localiser les atomes d'uranium, puis synthèses de Fourier-différence successives pour positionner les autres atomes; affinements basés sur F en utilisant une matrice totale; facteurs de diffusion des atomes neutres des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974), corrigés de f' et f'' pour U ($f'_U = -10,673$, $f''_U = 9,654$); deux positions indépendantes pour les atomes d'U, toutes les deux sur un centre de symétrie [positions 4(a) et 4(d) du groupe C2/c]; agitation thermique anisotrope pour ces deux atomes: facteurs

d'agitation thermique des carbones terminaux fixés à 15 Å²; atomes d'hydrogène introduits en position calculée non affinés mais contraints de suivre leurs atomes de C (C-H = 0,95 Å); $R_F = 0,049$; schéma de pondération avec facteur d'instabilité de 0,04, $wR = 0,056$, $S = 7,5$; Δ/σ max. = 0,13; série différence finale $\Delta\rho < 0,6$ e Å⁻³; programmes SDP Enraf-Nonius (Frenz, 1983).

Discussion. Les coordonnées atomiques sont données dans le Tableau 1 et les longueurs et angles de liaisons dans le Tableau 2.*

* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et les équations des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43401: 13 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 1. Coordonnées atomiques et facteurs de températures isotropes ou équivalents

	x	y	z	B(Å ²)
U(1)	0	0	0	4,89 (3)*
O(1)	-0,0220 (4)	-0,023 (2)	0,0539 (7)	7,0 (4)
O(10)	-0,0414 (3)	0,173 (1)	-0,0547 (7)	5,6 (4)
O(11)	-0,0567 (4)	-0,069 (2)	-0,0994 (8)	7,3 (4)
O(12)	-0,0203 (4)	-0,229 (2)	-0,0489 (7)	8,0 (4)
O(13)	-0,0721 (4)	-0,271 (2)	-0,1338 (8)	9,0 (5)
N(10)	-0,0491 (5)	-0,192 (2)	-0,096 (1)	9,1 (7)
N(11)	-0,0786 (4)	0,326 (2)	-0,0509 (8)	4,9 (4)
C(11)	-0,0522 (5)	0,292 (2)	-0,063 (1)	6,1 (6)
C(12)	-0,0343 (5)	0,385 (2)	-0,093 (1)	4,8 (5)
C(13)	-0,0457 (6)	0,374 (2)	-0,171 (1)	5,9 (6)
C(14)	-0,0245 (7)	0,475 (3)	-0,192 (1)	9,4 (8)
C(15)	-0,0848 (7)	0,405 (3)	-0,210 (1)	8,0 (7)
C(16)	-0,0377 (8)	0,234 (4)	-0,190 (1)	10,9 (9)
C(110)	-0,0928 (5)	0,464 (2)	-0,054 (1)	5,9 (6)
C(111)	-0,0779 (6)	0,530 (3)	0,016 (1)	8,2 (8)
C(112)	-0,0947 (7)	0,666 (3)	0,012 (1)	9,6 (9)
C(113)	-0,0838 (9)	0,733 (4)	0,079 (2)	14 (1)
C(114)	-0,0972 (6)	0,227 (3)	-0,026 (1)	6,9 (6)
C(115)	-0,1282 (8)	0,166 (3)	-0,086 (1)	10,2 (9)
C(116)	-0,145 (1)	0,058 (4)	-0,050 (2)	15
C(117)	-0,175 (1)	0,028 (4)	-0,100 (2)	15
U(2)	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	6,08 (4)*
O(2)	0,2537 (4)	0,390 (2)	0,4556 (8)	8,3 (5)
O(20)	0,2119 (4)	0,147 (2)	0,3973 (8)	8,6 (5)
O(21)	0,2815 (5)	0,112 (2)	0,4433 (9)	9,8 (5)
O(22)	0,3153 (4)	0,198 (2)	0,5390 (8)	9,0 (5)
O(23)	0,3372 (6)	0,064 (2)	0,487 (1)	12,7 (7)
N(20)	0,3116 (6)	0,127 (3)	0,491 (1)	10,4 (7)
N(21)	0,1570 (6)	0,136 (2)	0,320 (1)	9,3 (7)
C(21)	0,1815 (8)	0,082 (4)	0,370 (2)	12 (1)
C(22)	0,1750 (7)	-0,046 (3)	0,394 (1)	8,3 (8)
C(23)	0,1898 (8)	-0,177 (3)	0,372 (2)	11 (1)
C(24)	0,178 (4)	-0,176 (4)	0,306 (2)	15
C(25)	0,229 (1)	-0,166 (4)	0,399 (2)	15
C(26)	0,182 (1)	-0,301 (4)	0,404 (2)	15
C(210)	0,1193 (8)	0,094 (4)	0,281 (2)	11 (1)
C(211)	0,097 (1)	0,170 (4)	0,318 (2)	15 (1)
C(212)	0,064 (1)	0,121 (4)	0,303 (2)	15 (1)
C(213)	0,045 (1)	0,194 (4)	0,334 (2)	15
C(214)	0,1665 (9)	0,279 (4)	0,304 (2)	15
C(215)	0,1825 (9)	0,252 (5)	0,255 (2)	15
C(216)	0,182 (1)	0,391 (4)	0,223 (2)	15
C(217)	0,210 (1)	0,411 (4)	0,230 (2)	15

$$* B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j a_i a_j \beta_{ij}$$

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

Molécule 1		Molécule 2	
(a) Environnement de l'uranium			
U(1)-O(1)	1,75 (2)	U(2)-O(2)	1,73 (2)
U(1)-O(10)	2,36 (1)	U(2)-O(20)	2,35 (1)
U(1)-O(11)	2,52 (1)	U(2)-O(21)	2,51 (2)
U(1)-O(12)	2,50 (2)	U(2)-O(22)	2,49 (2)
O(10)-U(1)-O(11)	63,7 (5)	O(20)-U(2)-O(21)	64,9 (6)
O(11)-U(1)-O(12)	50,5 (5)	O(21)-U(2)-O(22)	50,4 (5)
(b) Nitrates			
N(10)-O(11)	1,26 (3)	N(20)-O(21)	1,25 (2)
N(10)-O(12)	1,25 (2)	N(20)-O(22)	1,21 (3)
N(10)-O(13)	1,24 (2)	N(20)-O(23)	1,25 (4)
O(11)-N(10)-O(12)	117 (2)	O(21)-N(20)-O(22)	121 (2)
O(12)-N(10)-O(13)	124 (2)	O(22)-N(20)-O(23)	122 (2)
O(13)-N(10)-O(11)	118 (2)	O(23)-N(20)-O(21)	117 (2)
(c) Amide			
O(10)-C(11)	1,25 (3)	O(20)-C(21)	1,30 (3)
N(11)-C(11)	1,25 (3)	N(21)-C(21)	1,25 (3)
N(11)-C(110)	1,47 (3)	N(21)-C(210)	1,47 (3)
N(11)-C(114)	1,47 (3)	N(21)-C(214)	1,55 (5)
C(110)-N(11)-C(114)	112 (2)	C(210)-N(21)-C(214)	115 (2)
C(110)-N(11)-C(11)	127 (2)	C(210)-N(21)-C(21)	130 (3)
C(11)-N(11)-C(114)	120 (2)	C(21)-N(21)-C(214)	113 (2)

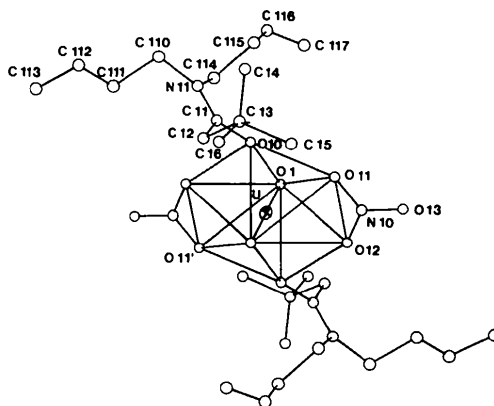


Fig. 1. Tracé ORTEP (Johnson, 1976) de l'unité moléculaire autour de U(1): les atomes primés sont obtenus par le centre de symétrie.

Les huit atomes d'U de la maille se répartissent en deux groupes de position, U(1) et U(2). L'environnement de ces deux atomes est identique. Les distances et angles sont comparables, mais les facteurs d'agitation thermique des atomes de la molécule autour de U(2) sont légèrement plus élevés que ceux de la molécule autour de U(1). La Fig. 1 représente l'unité moléculaire autour de U(1): l'uranium est au centre d'une bipyramide hexagonale d'atomes d'oxygène dont les sommets sont les deux oxygènes de l'uranyle. Quatre oxygènes, O(11), O(12), O(11') et O(12'), appartiennent aux deux nitrates bidentés et opposés, les deux autres, O(10) et O(10'), aux deux molécules d'amide monodenté. L'hexagone est plan mais non régulier: la distance entre les deux oxygènes du nitrate [O(11)–O(12): 2,14 Å] est plus courte que les distances O_{NO₃}–O_{amide} [O(10)–O(11): 2,57; O(10)–O(12'): 2,64 Å]. L'uranyle, linéaire, est perpendiculaire à l'hexagone. Les plans des ions nitrate sont pratiquement confondus avec celui de l'hexagone. L'oxygène du ligand amide est plus proche (2,35 Å) de l'uranium que les oxygènes du nitrate (2,50 Å), comme il a été observé dans les composés de ce type (Charpin *et al.*, 1985, 1986; Martin-Gil *et al.*, 1983). Les chaînes *n*-butyle ont une conformation *trans*: les moyennes des distances C–C et des angles C–C–C valent 1,48 (4) Å et 106 (3)° pour la molécule 1 et 1,41 (6) Å et 108 (4)° pour la molécule 2.

La Fig. 2 montre la projection de la structure suivant la direction [010]. Les deux sous réseaux d'atomes d'uranium constituent des plans mixtes d'U(1) et U(2). Dans le plan à la cote $z = 0$, U(2) se déduit de U(1) par une translation xy de $(\frac{1}{4}, -\frac{1}{4})$ alors que dans le plan à la cote $z = \frac{1}{2}$, la même opération s'effectue selon xy de $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4})$, soit alternativement selon les deux diagonales du plan xy .

Nous remercions M. G. Gasparini (CEN Casaccia) qui nous a aimablement fourni un échantillon de *N,N*-di-*n*-butyl diméthyl-3,3 butanamide.

Acta Cryst. (1987). C43, 233–236

Amminebis(pentaméthylcyclopentadiényl)(thiophenolato)ytterbium(III)

BY ALLAN ZALKIN, TIMOTHY J. HENLY AND RICHARD A. ANDERSEN

Materials and Molecular Research Division, Lawrence Berkeley Laboratory and Department of Chemistry, University of California, Berkeley, CA 94720, USA

(Received 21 April 1986; accepted 8 September 1986)

Abstract. [Yb(C₁₀H₁₅)₂(C₆H₅S)(NH₃)], $M_r = 569.70$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 14.091(6)$, $b = 18.294(8)$, $c = 10.430(6)$ Å, $\alpha = 104.52(6)$, $\beta = 96.66(5)$, $\gamma =$

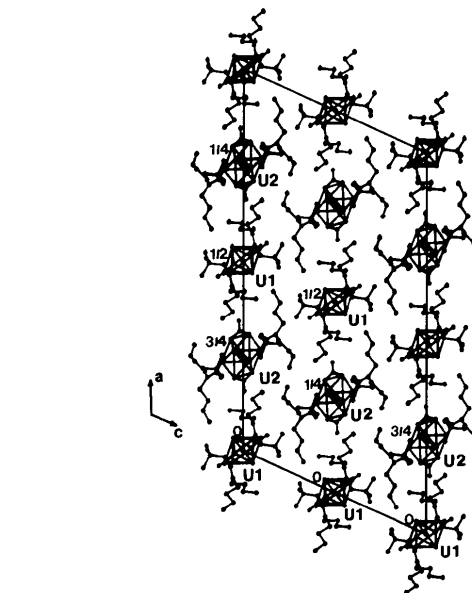


Fig. 2. Projection de la structure suivant la direction [010].

Références

- CHARPIN, P., FOLCHER, G., LANCE, M., NIERLICH, M. & VIGNER, D. (1985). *Acta Cryst.* C41, 1302–1305.
 CHARPIN, P., LANCE, M., NIERLICH, M., VIGNER, D., DESCOULES, N. & MUSIKAS, C. (1986). *Acta Cryst.* C42, 560–563.
 DESCOULES, N. & MUSIKAS, C. (1984). 14èmes Journées des Actinides. Davos, Switzerland: J. Schoenes.
 FRENZ, B. A. (1983). *Structure Determination Package*. College Station, Texas 77840, USA, et Enraf–Nonius, Delft, Hollande.
 GASPARINI, G. M. & GROSSI, G. (1980). *Sep. Sci. Technol.* 15, 4, 825–828.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, Tableaux 2.2B et 2.3.1. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1976). ORTEP. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 MARTIN-GIL, J., MARTIN-GIL, F. J., PERALES, A., FAYOS, J. & MARTÍNEZ-RIPOLL, M. (1983). *Acta Cryst.* C39, 44–45.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* A39, 158–166.

0108-2701/87/020233-04\$01.50

$93.77(5)^\circ$, $V = 2572.6(24)$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.471$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 37.0$ cm⁻¹, $F(000) = 1148$, $T = 296$ K, $R = 0.038$ for 6052 unique

© 1987 International Union of Crystallography