

Fig. 2. The crystal packing of the title complex.

Some carbon atoms in the *tert*-butyl and butoxy groups have rather high thermal factors. This is possibly a sign of structural disorder, which could not be resolved into major disorder sites. Bond distances and angles within these groups are not reliable because of the disorder problem. The absolute configuration of the Schiff base must be *R* since the Schiff base was synthesized from *D*-phenylalanine.

The crystal packing is shown in Fig. 2. The grooves formed by the *R*_{2a'} and *R*_{2b'} groups are occupied by the *R*_{1b} group of the neighbouring molecule along the *c* axis. The atoms of the *R*_{1b} group have relatively small

thermal factors compared with those of the *R*_{1a} group. There are no unusually close intermolecular contacts.

The authors are grateful to Dr Tadatashi Aratani of our laboratory for providing a sample of the title complex. We also thank Professor Yoshio Sasada of the Tokyo Institute of Technology and Dr Yuji Ohashi of Ochanomizu University for their valuable discussions and encouragement.

References

- ARATANI, T. (1985). *Pure Appl. Chem.* **57**, 1839–1844.
 ARATANI, T., YONEYOSHI, Y. & NAGASE, T. (1982). *Tetrahedron Lett.* **23**, 685–688.
 FRENZ, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP – A Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Solution*. In *Computing in Crystallography*, edited by H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 64–71. Delft Univ. Press.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
 NOZAKI, H., TAKAYA, H., MORIUTI, S. & NOYORI, R. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 3655–3669.
 YANAGI, K. & ARATANI, T. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 263–266.
 YANAGI, K., MINOBE, M. & ARATANI, T. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 745–747.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 1048–1050

Chlorure Hexachloroplatinate(IV) de Bis(pentanediammonium-1,5) (Chlorure Hexachloroplatinate de Cadavérine)

PAR J.-M. DELAFONTAINE, P. TOFFOLI, P. KHODADAD ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

ET R. JULIEN

Laboratoire de Chimie Minérale, UFR de Pharmacie, 3 place Louis-Dewailly, 80037 Amiens CEDEX, France

(Reçu le 18 août 1986, accepté le 8 janvier 1987)

Abstract. [C₅H₁₆N₂]₂Cl₂[PtCl₆], *M_r* = 687.1, orthorhombic, *Fmmm*, *a* = 9.624 (2), *b* = 13.966 (3), *c* = 19.076 (4) Å, *V* = 2564 (1) Å³, *Z* = 4, *D_m* = 1.80 (2), *D_x* = 1.78 Mg m⁻³, λ(Mo *K*α) = 0.7107 Å, μ = 6.37 mm⁻¹, *F*(000) = 1336, *T* = 294 (1) K, *R* = 0.020 for 1052 independent reflections [*I* > 2σ(*I*)]. The Pt atom exhibits an almost regular octahedral surround-

ing. The C and N atoms of [C₅H₁₆N₂]²⁺ are in the same plane. The cation shows 2 and *m* symmetries. Its bond lengths and angles are normal. The structure can be regarded as constituted of cation layers separated alternately by layers of Cl⁻ and layers of [PtCl₆]²⁻. N–H...Cl hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

Introduction. La détermination de la structure du chlorure hexachloroplatinate(IV) de bis(pentanediammonium-1,5) a été entreprise dans le cadre de l'étude des composés formés par le platine(II) et le platine(IV) avec les amines aliphatiques. Elle fait suite à l'étude de l'hexachloroplatinate(IV) de propane-diammonium-1,3 (Toffoli, Vénunnière, Khodadad, Rodier & Julien, 1985) et à celle du chlorure de bis(propanediamine-1,3)platine(II) (Viostat, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1987). Le produit utilisé a été préparé par ajout, à une solution d'acide chlorhydrique concentré, des quantités calculées de tétrachlorure de platine(IV) cristallisé et de cadavérine (pentanediamine-1,5). Les cristaux rouge orangé ainsi obtenus ont été isolés, puis lavés à l'éthanol. La détermination, par analyse chimique, des teneurs en platine, azote, carbone et hydrogène a donné des résultats en bon accord avec la formule indiquée ci-dessus.

Partie expérimentale. Masse volumique sur monocristal, poussée d'Archimède. Cristal parallélépipédique: $0,35 \times 0,35 \times 0,26$ mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que $6,40 \leq \theta \leq 17,74^\circ$, $0,049 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,703 \text{ \AA}^{-1}$. $0 \leq h \leq 13$; $0 \leq k \leq 19$; $0 \leq l \leq 26$. Réflexions de contrôle: 208, 426 et 117. $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle) = 0,0025. Balayage: $\omega/2\theta$; largeur de balayage: $1,20^\circ + 0,35^\circ \text{tg}\theta$. 1052 réflexions indépendantes mesurées, 1 réflexion inobservée [$I \leq 2\sigma(I)$]. Corrections d'absorption (Coppens, Leiserowitz & Rabinovich, 1965). Valeurs maximale et minimale du coefficient de transmission: 0,25 et 0,13. Programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Affinement sur F , programme à matrice entière. H liés à C: coordonnées calculées, H liés à N: série de Fourier des ΔF . Paramètres affinés: x, y, z et β_{ij} de Pt, Cl, N et C. $R = 0,020$, $wR = 0,029$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,26$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,00$, $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,28$ (9) e \AA^{-3} . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974), corrigées de f' et f'' . Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Ordinateur: PDP 11/44.

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 structure est formée d'anions Cl^- et $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ et de cations $[\text{C}_5\text{H}_{16}\text{N}_2]^{2+}$. L'atome de platine est centre

de symétrie. Il est lié à quatre atomes Cl(2), tous situés dans le plan $z = 0$, et à deux atomes Cl(3) portés par l'axe Oz . La droite joignant les deux derniers est donc perpendiculaire au plan contenant les quatre premiers et l'atome métallique. La longueur moyenne des distances Pt-Cl [$2,310$ (1) \AA] n'est pas significativement différente de celle de ses homologues dans l'hexachloroplatinate(IV) de méthyl-9 guaninium dihydrate [$2,313$ (3) \AA] (Terzis & Mentzafos, 1983), dans l'hexachloroplatinate(IV) de diméthyl-2,5 diazonia-2,5 hexane [$2,311$ (2) \AA] (Bisi-Castellani, Manotti-Lanfredi, Tiripicchio, Maresca & Natile, 1984) ou dans $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$ [$2,314$ (1) \AA] (Ohba & Saito, 1984).

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

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3}[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + ab(\cos\gamma)\beta_{12} + ac(\cos\beta)\beta_{13} + bc(\cos\alpha)\beta_{23}]$$

		x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Pt	4 (a)	0	0	0	2,394 (4)
Cl(1)	8 (f)	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	4,46 (3)
Cl(2)	16 (o)	0,1658 (1)	0,11946 (7)	0	4,54 (2)
Cl(3)	8 (i)	0	0	0,12127 (9)	6,62 (6)
N(1)	16 (m)	$\frac{1}{2}$	0,2673 (2)	0,1423 (2)	3,45 (6)
C(2)	16 (m)	$\frac{1}{2}$	0,1777 (3)	0,1009 (2)	3,85 (7)
C(3)	16 (m)	$\frac{1}{2}$	0,0903 (3)	0,1467 (2)	4,09 (8)
C(4)	8 (i)	$\frac{1}{2}$	0	0,1030 (3)	4,0 (1)

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

Pt-Cl(2)	2,309 (1)	C(2)-C(3)	1,501 (6)
Pt-Cl(3)	2,313 (2)	C(3)-C(4)	1,512 (5)
N(1)-C(2)	1,480 (5)		
Cl(2)-Pt-Cl(2')	92,54 (4)	C(2)-C(3)-C(4)	110,9 (4)
N(1)-C(2)-C(3)	112,2 (3)	C(3)-C(4)-C(3 ⁱⁱ)	113,0 (4)

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

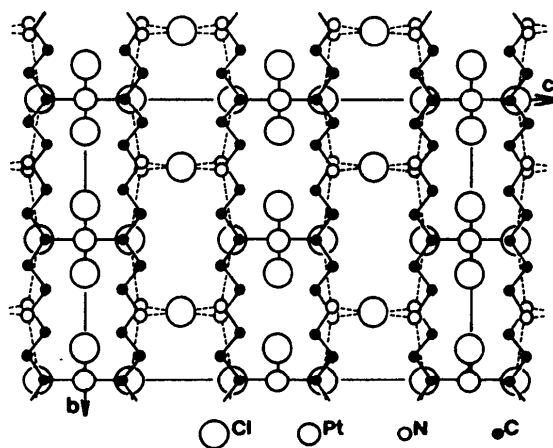


Fig. 1. Dessin de la structure vue selon $[100]$. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43709: 7 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.

Les atomes de carbone et d'azote de l'ion pentanediammonium-1,5 sont tous situés dans le plan $x = 0$ ou dans le plan $x = \frac{1}{2}$. En outre, cet ion admet, pour plan de symétrie, le plan $y = 0$ et, pour axe de symétrie, l'axe Oz ou l'axe intersection des plans $y = 0$ et $x = \frac{1}{2}$. Les longueurs des liaisons C—C [1,501 (6) et 1,512 (5) Å] et de la liaison C(2)—N(1) [1,480 (5) Å] sont compatibles, compte tenu des incertitudes, avec les longueurs trouvées pour les mêmes liaisons dans le chlorure de propanediammonium-1,3 (Brisson & Brisse, 1982) [C—C: 1,515 (4), C—N: 1,484 (4) Å] ou dans l'hydrogénophosphate de putrescine dihydraté (Jaskólski, Alejska & Wiewiórowski, 1986) [C—C: 1,511 (5), C—N: 1,488 (1) Å]. Il en est de même pour les angles N—C—C et C—C—C (Tableau 2). Dans le dernier composé cité, leurs homologues mesurent respectivement 113 (1) et 111,7 (8)°.

La Fig. 1 montre que les cations [C₅H₁₆N₂]²⁺ forment des couches qui zigzaguent au voisinage des plans $z = \pm\frac{1}{8}$ et $z = \pm\frac{3}{8}$. Deux couches consécutives de cations sont séparées tantôt par une couche d'anions Cl⁻, tantôt par une couche d'anions [PtCl₆]²⁻. Les premiers sont situés dans les plans $z = \pm\frac{1}{4}$ et les seconds ont pour positions moyennes les plans $z = 0$ et $z = \frac{1}{2}$.

La cohésion de la structure fait intervenir les liaisons hydrogène N(1)—H(N1)⋯Cl(1ⁱⁱⁱ) [3,173 (2) Å, 168°]

[(iii): $1 - x, y, z$] et N(1)—H'(N1)⋯Cl(3^{iv}) [3,274 (3) Å, 137°] [(iv): $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} + y, z$].

Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, et Enraf-Nonius, Delft.
- BISI-CASTELLANI, C., MANOTTI-LANFREDI, A.-M., TIRIPICCHIO, A., MARESCA, L. & NATILE, G. (1984). *Inorg. Chim. Acta*, **90**, 155–159.
- BRISSON, J. & BRISSE, F. (1982). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **12**, 39–43.
- COPPENS, P., LEISEROWITZ, L. & RABINOVICH, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035–1038.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, Tableaux 2.2B, p. 99 et 2.3.1, p. 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel: D. Reidel, Dordrecht).
- JASKÓLSKI, M., ALEJSKA, M. & WIEWIÓROWSKI, M. (1986). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **16**, 31–39.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- OHBA, S. & SAITO, Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1639–1641.
- TERZIS, A. & MENTZAFOS, D. (1983). *Inorg. Chem.* **22**, 1140–1143.
- TOFFOLI, P., VÉNUMIÈRE, H., KHODADAD, P., RODIER, N. & JULIEN, R. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 1589–1591.
- VIOSAT, B., TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 855–857.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 1050–1053

Structure of Bis(2-amino-5-methylpyridinium) Tetrachlorocuprate(II) and Bis(2-amino-5-methylpyridinium) Tetrabromocuprate(II)

BY HELEN PLACE AND ROGER D. WILLETT

Chemistry Department, Washington State University, Pullman, WA 99164–4630, USA

(Received 25 March 1986; accepted 13 January 1987)

Abstract. 2C₆H₉N₂⁺.CuCl₄²⁻, $M_r = 423.7$, monoclinic, $C2/c$, $a = 13.377$ (4), $b = 8.344$ (3), $c = 15.941$ (4) Å, $\beta = 93.38$ (2)°, $V = 1776.2$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.58$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 18.30$ cm⁻¹, $F(000) = 860$, $T = 293$ K, final $R = 0.0545$ for 701 unique observed reflections. The structure consists of discrete CuCl₄²⁻ anions and 2-amino-5-methylpyridinium cations. The CuCl₄²⁻ ions lie on a twofold axis and have approximate D_{2d} symmetry with Cu—Cl(average) = 2.240 Å and 'trans' Cl—Cu—Cl(average) = 140.0°. 2C₆H₉N₂⁺.CuBr₄²⁻, $M_r = 601.5$, monoclinic, $C2/c$, $a = 13.715$ (2), $b = 8.7162$ (2), $c = 16.013$ (4) Å, $\beta = 93.79$ (2)°, $V = 1910.1$ (6) Å³, $Z = 4$, $D_x = 2.09$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 94.46$ cm⁻¹, $F(000) = 1148$, $T = 293$ K, final $R =$

0.0521 for 658 unique observed reflections. The tetrabromide structure is isomorphous with the tetrachloride structure. Cu—Br(average) = 2.376 Å and *trans* Br—Cu—Br(average) = 137.1°.

Introduction. A central interest in this laboratory has been the study of the magnetic and structural characteristics of quasi-planar Cu_{*m*}X_{*2m+2*}²⁻ and Cu_{*m*}X_{*2m*}L₂ (X = Cl⁻ or Br⁻) oligomers (Geiser, Willett, Lindbeck & Emerson, 1986; O'Brien, Gaura, Landee, Ramakrishna & Willett, 1987). These form bridged species, which are essentially fragments of the anhydrous CuCl₂ (Wells, 1947) and CuBr₂ (Helmholz, 1947) structures. It has been found (Grigereit, 1986) that the 2-amino-*n*-methylpyridinium cation, where $n = 3, 4, 5$