

Fig. 4. Stereoscopic diagram of the contents of the unit cell of *B*.

C(2)—N(22) distance [1.260 (10) Å] may be due to strong anisotropic thermal motion or slight disorder within the group. A stereo diagram of the packing of compound *B* within the unit cell is displayed in Fig. 4.

Financial support from the Schweizerischer Nationalfonds zur Unterstützung der wissenschaft-

lichen Forschung (project No. 2.023-0.83) is gratefully acknowledged.

#### References

- BATTAGLIA, L. P. & CORRADI, A. B. (1981). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 23–26.  
 BATTAGLIA, L. P., CORRADI, A. B., NARDELLI, M. & TANI, M. E. V. (1978). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 583–587.  
 FRENZ, B. (1982). *SDP Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1965). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)  
 JAMESON, G. B., BLAZSÓ, E. & OSWALD, H. R. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 350–354.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.  
 MULLEN, D., HEGER, G. & TREUTMANN, W. (1978). *Z. Kristallogr.* **148**, 95–100.  
 NARDELLI, M. (1981). *PARST7*. Programs for crystallographic calculations. Univ. of Parma, Italy.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 1704–1706

### *trans*-Tétrachlorobis(diméthylsulfure)platine(IV)

PAR P. TOFFOLI, P. KHODADAD ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

(Reçu le 2 février 1987, accepté le 9 mai 1987)

**Abstract.** [PtCl<sub>4</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>S)<sub>2</sub>], *M<sub>r</sub>* = 461.2, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>/*c*, *a* = 6.915 (2), *b* = 11.454 (3), *c* = 9.309 (4) Å, β = 124.50 (3)°, *V* = 607.6 (4) Å<sup>3</sup>, *Z* = 2, *D<sub>x</sub>* = 2.520 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Mo Kα) = 0.7107 Å, μ = 12.84 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 428, *T* = 295 (1) K, *R* = 0.021 for 1266 independent reflections. The Pt atom is at a centre of symmetry; it is six coordinate with octahedral geometry with Pt—Cl 2.314 (1)–2.319 (1) Å and Pt—S 2.363 (1) Å. The structure can be regarded as constituted of layers of molecules which spread out along the *x* = ½ planes.

**Introduction.** Plusieurs composés de coordination du Pt<sup>II</sup> ont été obtenus à partir du *cis*-dichlorobis(diméthylsulfoxyde)platine(II). C'est le cas, par exemple, de [Pt{(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO}<sub>4</sub>](ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (Price, Williamson, Schramm & Wayland, 1972), des *cis*- et *trans*-[Pt{(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO}(picoline-2)Cl<sub>2</sub>] (Melanson & Rochon, 1977, 1978*b*) et du *cis*-[Pt{(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO}(cyclobutylamine)<sub>2</sub>Cl] (Braddock, Romeo & Tobe, 1974). Par analogie, on peut envisager la préparation de composés du Pt<sup>IV</sup> en utilisant comme réactif [PtCl<sub>4</sub>{(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>S}<sub>2</sub>].

C'est dans cette perspective qu'ont été entreprises la préparation et l'étude cristallographique de la variété *trans* de ce composé. Celui-ci a déjà fait l'objet de plusieurs études spectroscopiques (Adams & Chandler, 1967; Goggin, Goodfellow, Haddock, Knight, Reed & Taylor, 1974). Les derniers auteurs cités l'ont obtenu par action du chlore sur [PtCl<sub>2</sub>{(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>S}<sub>2</sub>] en solution dans le benzène. La méthode de préparation que nous avons utilisée consiste à faire réagir le diméthylsulfure sur le tétrachlorure de platine à l'état solide. Il se forme immédiatement un produit jaune que l'on peut faire recristalliser dans le diméthylformamide.

**Partie expérimentale.** Cristal en forme de plaquette: 0,04 × 0,10 × 0,45 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que 7,74 ≤ θ ≤ 18,36°. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Scan θ/2θ d'amplitude *s* = (1,30 + 0,35 tg θ)°. 0,049 ≤ (sin θ)/λ ≤ 0,704 Å<sup>-1</sup>, 0 ≤ *h* ≤ 9, 0 ≤ *k* ≤ 16 et -13 ≤ *l* ≤ 10. Réflexions de contrôle: 33 $\bar{1}$ , 0 $\bar{1}$  $\bar{3}$  et  $\bar{3}$ 11. σ(*I*)/*I* moyen (réflexions de contrôle): 0,0027. 1763 réflexions indépendantes mesurées, 497 réflexions inobservées

[ $I \leq 2 \sigma(I)$ ]. Corrections d'absorption empiriques selon Walker & Stuart, (1983); valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,510 et 0,774. Méthode de l'atome lourd et série de Fourier des  $\Delta F$ . Affinement basé sur les  $F$ . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés:  $x$ ,  $y$ ,  $z$  et  $\beta_{ij}$  de Pt, Cl, S et C.  $R = 0,021$ ,  $wR = 0,026$ ,  $S = 1,015$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,01$ .  $|\Delta\rho|_{\max} = 1,0$  (2) e  $\text{\AA}^{-3}$ . Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Fig. 1 et 2: programme *ORTEP* (Johnson, 1965). Ordinateur PDP11/44.

**Discussion.** Les coordonnées atomiques et les facteurs de température isotropes équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1,\* les longueurs et les angles des

\* 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 44038: 11 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 relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}accos\beta + \beta_{23}bccos\alpha).$$

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Pt	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	1,843 (3)
Cl(1)	0,3306 (2)	0,3334 (1)	0,5235 (2)	3,64 (3)
Cl(2)	0,3365 (2)	0,4593 (1)	0,2086 (1)	3,68 (3)
S	0,1684 (2)	0,5953 (1)	0,4579 (1)	2,68 (2)
C(1)	-0,0738 (8)	0,5726 (6)	0,2379 (6)	3,9 (1)
C(2)	0,207 (1)	0,7500 (5)	0,4558 (8)	4,8 (2)

Tableau 2. Longueurs ( $\text{\AA}$ ) et angles ( $^\circ$ ) des liaisons et écarts-type

Pt—Cl(1)	2,314 (1)	S—C(1)	1,784 (4)
Pt—Cl(2)	2,319 (1)	S—C(2)	1,793 (6)
Pt—S	2,363 (1)		
Cl(1)—Pt—Cl(2)	90,43 (5)	Pt—S—C(1)	108,3 (2)
Cl(1)—Pt—S	84,33 (5)	Pt—S—C(2)	108,7 (2)
Cl(2)—Pt—S	96,57 (5)	C(1)—S—C(2)	100,4 (3)

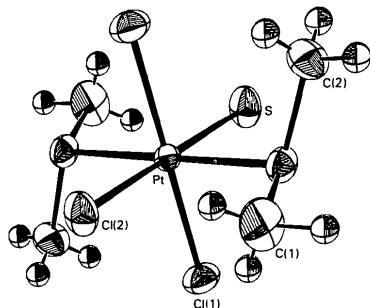


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective et noms des atomes.

liaisons dans le Tableau 2. Les noms des atomes sont indiqués sur la Fig. 1.

L'atome de platine est centre de symétrie. Il est lié à quatre atomes de chlore et à deux atomes de soufre qui réalisent un octaèdre peu déformé. Les deux distances Pt—Cl sont presque égales [2,314 (1) et 2,319 (1)  $\text{\AA}$ ] et les angles Cl(1)—Pt—Cl(2) diffèrent de  $90^\circ$  de moins de  $0,5^\circ$ . Il en résulte que le quadrilatère formé par les quatre atomes de chlore est très proche d'un carré. Les distances Pt—Cl ont pour longueurs extrêmes 2,304 (1) et 2,318 (1)  $\text{\AA}$  dans le tétrachloro(diméthyl-2,2 propanediamine-1,3)platine(IV) (van der Veer, Hinrichs & Reedijk, 1986), 2,306 (3) et 2,320 (3)  $\text{\AA}$  dans le (bipyridyl-2,2')tétrachloroplatine(IV) (Hambley, 1986).

La liaison Pt—S [2,363 (1)  $\text{\AA}$ ] est sensiblement plus longue que ses homologues dans les composés du  $\text{Pt}^{\text{II}}$ . Celles-ci mesurent 2,200 (3)  $\text{\AA}$  dans le *cis*-amine-dichloro(diméthylsulfoxyde)platine(II) (Melanson & Rochon, 1978a), 2,21 (1) et 2,25 (1)  $\text{\AA}$  dans  $[\text{Pt}_2\text{Br}_4\{\text{S}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\}]$  (Sales, Stokes & Woodward, 1968). Les liaisons Ir—S présentes dans le *trans*-tétrachlorobis(diméthylsulfure)iridate(III) de tétraméthylammonium (Gray, Gulliver, Levason & Webster, 1982) ou dans le  $\mu$ -chloro-pentachloro- $\mu$ -(diéthylsulfure)-tris(diéthylsulfure)diiridium(III) (Williams, Flack & Vincent, 1980) peuvent servir de références car, dans ces composés, l'atome d'iridium a le même environnement électronique que l'atome de platine dans le composé étudié. Dans le premier cas, la distance Ir—S mesure 2,335 (5)  $\text{\AA}$ . Dans le deuxième, ses homologues sont comprises entre 2,327 (5) et 2,383 (7)  $\text{\AA}$ . Les angles Cl(1)—Pt—S [84,33 (5) $^\circ$ ] et Cl(2)—Pt—S [96,57 (5) $^\circ$ ] montrent que la droite S—Pt—S $^i$  [(i)  $1-x, 1-y, 1-z$ ] n'est pas perpendiculaire au plan des atomes de chlore. Les distances S—C [1,784 (4) et 1,793 (6)  $\text{\AA}$ ] sont pratiquement identiques à celles rencontrées dans le chlorure de *trans*-diamminechloro(diméthylsulfoxyde)-

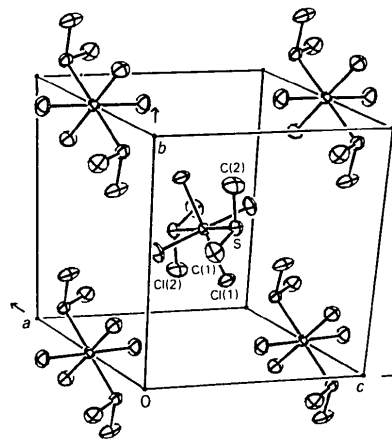


Fig. 2. Représentation de la structure.

platine(II) [1,79 (1) Å] (Delafontaine, Khodadad, Toffoli & Rodier, 1985). Les angles Pt—S—C(1) et Pt—S—C(2) diffèrent relativement peu de la valeur idéale prévue par l'hybridation  $sp^3$ . Par contre, C(1)—S—C(2) vaut seulement 100,4 (3)°. Dans  $[\text{Ir}_2\text{Cl}_6\{\text{S}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\}_4]$  déjà cité, les valeurs extrêmes des mêmes angles sont de 99 (1) et de 105 (1)° (Williams *et al.*, 1980).

La Fig. 2 montre que la structure peut être considérée comme formée de couches de molécules dont les positions moyennes sont les plans  $x = \frac{1}{2}$ .

#### Références

- ADAMS, D. M. & CHANDLER, P. J. (1967). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1009–1013.  
BRADDOCK, P. D., ROMEO, R. & TOBE, M. L. (1974). *Inorg. Chem.* **13**, 1170–1175.  
DELAFONTAINE, J.-M., KHODADAD, P., TOFFOLI, P. & RODIER, N. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 702–703.  
FRENZ, B. A. (1982). *Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, Inc., College Station, Texas, USA, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.

- GOGGIN, P. L., GOODFELLOW, R. J., HADDOCK, S. R., KNIGHT, J. R., REED, F. J. S. & TAYLOR, B. F. (1974). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 523–533.  
GRAY, L. R., GULLIVER, D. J., LEVASON, W. & WEBSTER, M. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 3079–3080.  
HAMBLEY, T. W. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 49–51.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.  
MELANSON, R. & ROCHON, F. D. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3571–3573.  
MELANSON, R. & ROCHON, F. D. (1978a). *Acta Cryst.* **B34**, 941–943.  
MELANSON, R. & ROCHON, F. D. (1978b). *Acta Cryst.* **B34**, 1125–1127.  
PRICE, J. H., WILLIAMSON, A. N., SCHRAMM, R. F. & WAYLAND, B. B. (1972). *Inorg. Chem.* **11**, 1280–1284.  
SALES, D. L., STOKES, J. & WOODWARD, P. (1968). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1852–1858.  
VEER, J. L. VAN DER, HINRICHS, W. & REEDIJK, J. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 534–535.  
WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.  
WILLIAMS, A. F., FLACK, H. D. & VINCENT, M. G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1206–1208.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 1706–1708

## $\mu$ -[Ethylenebis(dimethylphosphine)]-bis[tris(cyclopentadienyl)uranium(IV)]

BY ALLAN ZALKIN, JOHN G. BRENNAN AND RICHARD A. ANDERSEN

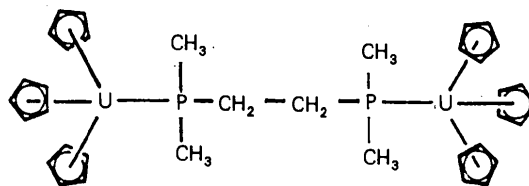
Materials and Molecular Research Division, Lawrence Berkeley Laboratory and Department of Chemistry, University of California, Berkeley CA 94720, USA

(Received 18 November 1986; accepted 10 March 1987)

**Abstract.**  $[(\text{C}_5\text{H}_5)_3\text{U}\{(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2\}\text{U}(\text{C}_5\text{H}_5)_3]$ ,  $M_r = 1016.78$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 14.467$  (8),  $b = 14.819$  (6),  $c = 8.378$  (3) Å,  $\alpha = 102.72$  (3),  $\beta = 90.03$  (3),  $\gamma = 96.69$  (3)°,  $V = 1739.5$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.941$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71073$  Å,  $\mu = 89.3$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 952$ ,  $T = 296$  K,  $R = 0.035$  for 1987 unique reflections with  $F^2 > 2\sigma(F^2)$  of 3241 total unique data. The P atom at each end of the ethylene-(dimethylphosphine) ligand is coordinated to a trivalent U atom of a tris(cyclopentadienyl)uranium fragment; a center of inversion is located at the midpoint of the  $\text{CH}_2\text{CH}_2$  bridge of the  $(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2$  ligand. Distance (Å) are: ave. U—C(Cp) 2.77 (3); ave. U—P 3.022 (2); ave. U—Cp(centroid) 2.52 (1) Å.

**Introduction.** The title complex was prepared during the course of studies on the coordination chemistry of tetra- and trivalent uranium complexes with bidentate amine, phosphine and arsine ligands. The crystal structures of the tetravalent complexes with bidentate ligands,  $\text{UCl}_4[(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$  (Zalkin, Edwards,

Zhang & Andersen, 1986),  $\text{U}(\text{OC}_6\text{H}_5)_4[(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2]_2$  (Edwards, Andersen & Zalkin, 1981),  $\text{UCl}_4[1,2-(\text{CH}_3)_2\text{AsC}_6\text{H}_4]_2$  (Edwards, Andersen & Gellert, 1987), and  $\text{U}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5)_3.(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2$  (Edwards, Andersen & Zalkin, 1984) have been described. In all of the above cases the ligands are bidentate chelating ligands towards the U atom. In the title compound the  $(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2$  ligand is not acting as a bidentate chelating ligand but it is acting as a bridging monodentate ligand towards each trivalent U atom.



**Experimental.** The compound was prepared from  $(\text{C}_5\text{H}_5)_3\text{U}.\text{OC}_4\text{H}_8$  and  $(\text{CH}_3)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{CH}_3)_2$ .