

## SHORT-FORMAT PAPERS

Contributions intended for publication under this heading should follow the format given in the Checklist for Authors |Acta Cryst. (1985). C41, 1-4].

Acta Cryst. (1987). C43, 2219-2220

**trans-Diammine-trans-dichloro-trans-dihydroxoplatine(IV) Di( peroxyde d'hydrogène)**

PAR 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 18 mai 1987, accepté le 3 juin 1987)

**Abstract.** *af*-Diammine-*bd*-dichloro-*ce*-dihydroxoplatinum(IV) bis(hydrogen peroxide),  $[\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_2(\text{OH})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $M_r = 402.1$ , monoclinic,  $C2/m$ ,  $a = 10.325(2)$ ,  $b = 7.892(2)$ ,  $c = 7.074(1) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 130.98(1)^\circ$ ,  $V = 435.2(3) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $D_x = 3.068 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 16.9 \text{ mm}^{-1}$ ,  $F(000) = 372$ ,  $T = 294(1) \text{ K}$ ,  $R = 0.014$  for 564 independent reflections. The Pt atom is on a centre of symmetry. It is octahedrally coordinated with Pt-Cl = 2.307(1), Pt-OH = 2.015(3) and Pt-N = 2.049(5) \text{ \AA}. In the  $\text{H}_2\text{O}_2$  molecule, the O-O bond is 1.436(4) \text{ \AA}. The structure can be regarded as constituted of layers of  $[\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_2(\text{OH})_2]$  molecules separated by layers of  $\text{H}_2\text{O}_2$  molecules. These layers spread out along the  $z = 0$  and  $z = \frac{1}{2}$  planes respectively. Hydrogen bonds O-H...O, N-H...O and O-H...Cl take part in the cohesion of the structure.

**Partie expérimentale.** Préparation à 278 K par action de  $\text{H}_2\text{O}_2$  à 30 volumes environ sur le *trans*-diammine-dichloroplatine(II). Cristal prismatique, transparent, de couleur jaune;  $0,10 \times 0,13 \times 0,27 \text{ mm}$ . Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que:  $10,36 \leq \theta \leq 16,88^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,661 \text{ \AA}^{-1}$ ;  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $0 \leq k \leq 10$ ,  $0 \leq l \leq 9$ . Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s(^\circ) = 1,10 + 0,35 \text{ tg } \theta$ . Réflexions de contrôle: 603, 040 et 040.  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0034. 564 réflexions indépendantes mesurées; toutes ont des intensités supérieures à  $3\sigma(I)$ . Corrections d'absorption empiriques selon Walker & Stuart (1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,184 et 0,798. Méthode de l'atome lourd et série de Fourier des  $\Delta F$ . H non localisés avec certitude. 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, O et N.  $R = 0,014$ ,  $wR = 0,018$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 1,36$ ,  $(\Delta/\sigma)$

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

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

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
Pt	2(a)	0	0	1,491 (5)
Cl	4(g)	0	-0,2923 (2)	2,52 (3)
O(1)	4(i)	0,1466 (4)	0	2,38 (8)
O(2)	8(j)	0,4079 (3)	0,2641 (5)	3,72 (8)
N	4(i)	-0,2127 (4)	0	2,20 (9)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts-type

Pt-Cl	2,307 (1)	N...O(2 <sup>iv</sup> )	2,915 (4)*
Pt-O(1)	2,015 (3)	N...O(2 <sup>ii</sup> )	3,129 (5)*
Pt-N	2,049 (5)	O(2)...O(1 <sup>iii</sup> )	2,678 (6)*
O(2)-O(2')	1,436 (4)	O(2)...Cl <sup>iv</sup>	3,191 (2)*
O(1)-Pt-N	88,6 (2)		

Code de symétrie: (i)  $1-x, y, 1-z$ ; (ii)  $-\frac{1}{2}+x, -\frac{1}{2}+y, z$ ; (iii)  $\frac{1}{2}-x, \frac{1}{2}+y, 1-z$ ; (iv)  $-x, -y, -z$ .

\* Liaison hydrogène.

$\sigma)_{\text{max}} = 0,03$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 1,20(5) \text{ e \AA}^{-3}$ . Programme de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Ordinateur PDP 11/44.\*

Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les noms des atomes sont indiqués sur la Fig. 1.

**Littérature associée.** Structure du *cis*-diammine-*cis*-dichloro-*trans*-dihydroxoplatine(IV) (Faggiani,

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44113: 4 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.

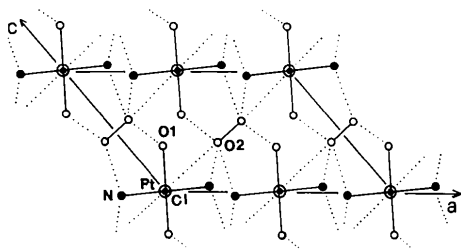


Fig. 1. Dessin de la structure vue selon [010] et noms des atomes. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

Howard-Lock, Lock, Lippert & Rosenberg, 1982). Structure du *cis*-diammine-*cis*-dichloro-*trans*-dihydroxoplatine(IV) mono(peroxyde d'hydrogène) (Vollano, Blatter & Dabrowiak, 1984). Structure de trois

variétés isomères de diamminedichlorodihydroxoplatine(IV) (Kuroda, Neidle, Ismail & Sadler, 1983).

#### Références

- FAGGIANI, R., HOWARD-LOCK, H. E., LOCK, C. J. L., LIPPERT, B. & ROSENBERG, B. (1982). *Can. J. Chem.* **60**, 529–534.  
 FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, Inc., College Station, Texas, Etats-Unis, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99, 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
 KURODA, R., NEIDLE, S., ISMAIL, M. I. & SADLER, P. J. (1983). *Inorg. Chem.* **22**, 3620–3624.  
 VOLLANO, J. F., BLATTER, E. E. & DABROWIAK, J. C. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 2732–2733.  
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 2220–2221

## Structure of Guanidinium Molybdate

BY TOMOJI OZEKI, HIKARU ICHIDA AND YUKIYOSHI SASAKI

*Department of Chemistry, Faculty of Science, The University of Tokyo, Tokyo 113, Japan*

(Received 27 May 1987; accepted 26 June 1987)

**Abstract.** 2CH<sub>6</sub>N<sub>3</sub><sup>+</sup>.MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, *M<sub>r</sub>* = 280.12, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>/*m*, *a* = 10.657 (2), *b* = 7.006 (1), *c* = 6.567 (2) Å, β = 98.12 (2)°, *U* = 485.4 (2) Å<sup>3</sup>, *Z* = 2, *D<sub>x</sub>* = 1.91 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Mo *K*α) = 0.71069 Å, μ = 1.32 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 432, *T* = 298 K, *R* = 0.034 and *wR* = 0.038 for 1365 independent reflections with *F<sub>o</sub>* > 2.5σ(*F<sub>o</sub>*). The distances between O and Mo atoms increase with the number of interacting H atoms: 1.757 (3), 1.762 (3) and 1.776 (3) Å for the O atoms interacting with two, three and four H atoms, respectively. These H atoms lie between 2.03 (4) and 2.30 (4) Å from the O atoms. The O(3)–Mo–O(3') angle is 113.2 (1)°, whereas the other three O–Mo–O angles are 108.5 (2) to 108.9 (1)°. The mean distances for the C–N and N–H bonds in the guanidinium cations are 1.325 (6) and 0.83 (5) Å, respectively.

**Experimental.** The title compound was obtained as colorless tabular crystals by slowly evaporating a 10 ml aqueous solution of 2.0 g Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O and 1.5 g (CH<sub>6</sub>N<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Crystal 0.55 × 0.13 × 0.05 mm; Rigaku AFC-5R diffractometer on RU-1000 X-ray generator of High Intensity X-ray Facilities, Engineering Research Institute, Faculty of Engineering, The University of Tokyo; Mo *K*α radiation (graphite monochromatized); ω–2θ scan at 8° min<sup>-1</sup>(ω); Lorentz–

Table 1. *Positional parameters* (× 10<sup>4</sup>; × 10<sup>5</sup> for Mo; × 10<sup>3</sup> for H) and *thermal parameters* (Å<sup>2</sup>; *B<sub>eq</sub>* for non-H atoms; *B<sub>iso</sub>* for H atoms)

$$B_{eq} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B<sub>eq</sub></i> / <i>B<sub>iso</sub></i>
Mo	23782 (4)	25000	22645 (5)	1.68 (1)
O(1)	2022 (3)	2500	4826 (4)	2.34 (7)
O(2)	4034 (3)	2500	2352 (6)	2.95 (9)
O(3)	1765 (2)	400 (3)	1023 (3)	2.79 (6)
C(4)	8827 (4)	2500	4131 (6)	1.80 (9)
N(5)	8853 (4)	2500	6148 (6)	2.59 (10)
N(6)	8835 (3)	853 (4)	3137 (4)	2.52 (6)
C(7)	5008 (4)	2500	7895 (7)	2.22 (10)
N(8)	6201 (4)	2500	8748 (8)	3.11 (11)
N(9)	4395 (3)	857 (4)	7484 (5)	2.85 (7)
H(N5)	877 (4)	156 (6)	671 (6)	3.6 (9)
H(N6a)	881 (3)	–7 (6)	369 (5)	2.7 (8)
H(N6b)	874 (4)	79 (7)	179 (6)	4.4 (10)
H(N8)	652 (4)	141 (6)	882 (6)	4.3 (10)
H(N9a)	477 (3)	–18 (6)	757 (5)	3.5 (9)
H(N9b)	358 (4)	90 (7)	694 (6)	4.6 (10)

polarization corrections; absorption correction not applied; lattice constants by least squares from 84 reflections (12 < θ < 16°); (sinθ)/λ < 0.7035 Å<sup>-1</sup> (–14 ≤ *h* ≤ 14, –9 ≤ *k* ≤ 9, 0 ≤ *l* ≤ 9); three standard reflections monitored every 100 reflections varied within ±1.5%; of the 3046 measured reflections, 2663 reflections with *F<sub>o</sub>* > 2.5σ(*F<sub>o</sub>*) were averaged to give