

linearly correlated with σ_p and 0.15 Å with σ_A . Similarly, the Zn—O distances are predicted to be 2.60 or 2.72 Å.

In 18C6 CdI₂ the molecules pack quite differently from the CdCl₂, CdBr₂ and HgCl₂ compounds which are all isomorphous and in which all the molecules have the same orientation. The HgI₂ compound has a distorted 18C6 CdCl₂ structure.

There is no evidence from this X-ray diffraction study that there is more than one type of Cd atom in the 18C6 CdBr₂ structure and the peak splitting in the NMR spectrum must be attributed to dipole spin-spin interactions.

I am indebted to Karl E. Holst for synthesizing the complexes and to the Danish Science Research Council and to the Carlsberg Foundation for the diffractometer.

References

- AHRLAND, S. (1968). *Struct. Bonding (Berlin)*, **5**, 118–149.
 AKISHIN, P. A., SPIRODONOV, V. P. & KHODCHENKOV, A. N. (1959). *Zh. Fiz. Khim.* **33**, 20–24.
 BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 142–146.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Report ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 CRAM, D. J. & CRAM, J. M. (1978). *Acc. Chem. Res.* **11**, 8–14.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 GERSHIKOV, A. G. (1984). *Zh. Strukt. Khim.* **25**, 30–34.
 HARGITTAI, M., TREMMEL, J. & HARGITTAI, I. (1986). *Inorg. Chem.* **25**, 3163–3166.
 HASSEL, O. & STRØMME, L. C. (1938). *Z. Phys. Chem. Abt. B*, **38**, 466–468.
 HAZELL, A. C. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 296–299.
 HENRICK, K., MATHEWS, R. W., PODEJMA, B. L. & TASKER, P. A. (1982). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 118–119.
 HUGHES, D. L. & TRUTER, M. R. (1982). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 727–729.
 ITO, M., SHIBATA, T. & SAITO, Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 2041–2043.
 JAKOBSEN, H. J., JACOBSEN, H., BILDSØE, H. & ELLIS, P. D. (1987). Unpublished.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 KASHIWABARA, K., KONAKA, S. & KIMURA, M. (1973). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **46**, 410–413.
 LISTER, M. & SUTTON, L. E. (1941). *Trans. Faraday Soc.* **37**, 406–419.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
 MALMSTEN, L.-Å. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1702–1704.
 NELMES, R. J. (1975). *Acta Cryst.* **A31**, 273–279.
 PAIGE, C. R. & RICHARDSON, M. F. (1984). *Can. J. Chem.* **62**, 332–335.
 PEARS, D. A., STODDART, J. F., CROSBY, J., ALLWOOD, B. L. & WILLIAMS, D. J. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 51–53.
 PETROV, V. M., UTKIN, A. N., GIRICHEV, G. V. & IVANOV, A. A. (1985). *Zh. Strukt. Khim.* **26**, 52–55.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 92–94

Structure du Trichloro(diméthylsulfoxyde)platinate(II) de Bis(propanediamine-1,3-N,N')platine(II) (2/1)

PAR BERNARD VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Minérale, UFR de Médecine et de Pharmacie, 34, rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

ET PATRICK TOFFOLI, PARVIZ KHODADAD ET NOËL RODIER

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

(Reçu le 4 juin 1987, accepté le 15 septembre 1987)

Abstract. [Pt(C₃H₁₀N₂)₂]²⁺.2[Pt(C₂H₆OS)Cl₃]⁻, *M_r* = 1102.5, monoclinic, *P*2₁/*c*, *a* = 12.815 (4), *b* = 9.491 (2), *c* = 12.078 (4) Å, β = 112.02 (2)°, *V* = 1362 (1) Å³, *Z* = 2, *D_m* = 2.65 (4), *D_x* = 2.688 Mg m⁻³, λ(Mo *K*α) = 0.7107 Å, μ = 16.3 mm⁻¹, *F*(000) = 1008, *T* = 294 (1) K, *R* = 0.045 for 1959 independent reflections. The crystal contains {Pt[NH₂-

(CH₂)₃NH₂]₂}²⁺ and {PtCl₃[(CH₃)₂SO]}⁻ ions. In both groups the Pt atom displays an almost square-planar coordination. The structure is constituted of layers which spread out along (100) planes. Each layer contains a sheet of cations inserted between two sheets of anions. Cations and anions are linked together through hydrogen bonds.

Introduction. L'étude structurale du trichloro-(diméthylsulfoxyde)platinate(II) de bis(propanediamine-1,3-*N,N'*)platine(II) a été entreprise dans le but de connaître la nature des entités chimiques qui le constituent. Elle fait suite à celles du chlorure de *trans*-diamminechloro(diméthylsulfoxyde)platine(II) (Delafontaine, Khodadad, Toffoli & Rodier, 1985) et du chlorure de bis(propanediamine-1,3)platine(II) (Viossat, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1987) et entre dans le cadre de l'étude des composés de coordination formés par le platine(II) avec l'ammoniac et les amines aliphatiques.

Le produit utilisé au cours de ce travail a été préparé à la température ambiante par action du trichloro-(diméthylsulfoxyde)platinate(II) de potassium sur le chlorure de bis(propanediamine-1,3)platine(II). Les réactifs ont été obtenus, le premier par la méthode indiquée par Kukushkin, Vyazmenskii & Zorina (1968), le second en ajoutant la solution aqueuse de propanediamine-1,3 au *cis*-dichlorobis(diméthylsulfoxyde)platine(II) pris à l'état cristallisé.

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

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

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Pt(1)	0	0	0,5	1,49 (1)
Pt(2)	0,23698 (4)	0,14463 (5)	0,77122 (4)	1,644 (9)
Cl(1)	0,3347 (3)	-0,0607 (4)	0,8433 (3)	3,22 (7)
Cl(2)	0,1048 (2)	0,0767 (4)	0,8486 (3)	2,99 (7)
Cl(3)	0,1364 (3)	0,3474 (4)	0,7049 (3)	3,33 (8)
S	0,3628 (3)	0,1979 (4)	0,6956 (3)	2,69 (7)
O	0,3677 (9)	0,099 (1)	0,6035 (9)	6,3 (3)
N(1)	0,0625 (9)	-0,164 (1)	0,6154 (9)	2,1 (2)
C(2)	0,112 (1)	-0,285 (1)	0,578 (1)	2,9 (3)
C(3)	0,205 (1)	-0,243 (2)	0,534 (1)	3,2 (3)
C(4)	0,166 (1)	-0,156 (2)	0,422 (1)	3,1 (3)
N(5)	0,1335 (8)	-0,013 (1)	0,4443 (8)	2,2 (2)
C(6)	0,497 (1)	0,204 (3)	0,812 (2)	6,1 (5)
C(7)	0,352 (1)	0,372 (2)	0,634 (1)	4,8 (4)

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

Pt(1)—N(1)	2,04 (1)	C(2)—C(3)	1,52 (2)
Pt(1)—N(5)	2,06 (1)	C(3)—C(4)	1,51 (2)
Pt(2)—Cl(1)	2,304 (3)	C(4)—N(5)	1,47 (2)
Pt(2)—Cl(2)	2,312 (4)	S—O	1,47 (1)
Pt(2)—Cl(3)	2,288 (3)	S—C(6)	1,77 (2)
Pt(2)—S	2,189 (4)	S—C(7)	1,80 (2)
N(1)—C(2)	1,46 (2)		
N(1)—Pt(1)—N(5)	91,0 (4)	C(2)—C(3)—C(4)	114 (1)
Cl(1)—Pt(2)—Cl(2)	89,3 (1)	C(3)—C(4)—N(5)	111 (1)
Cl(1)—Pt(2)—Cl(3)	177,7 (2)	Pt(1)—N(5)—C(4)	116,0 (9)
Cl(1)—Pt(2)—S	88,4 (1)	Pt(2)—S—O	114,6 (5)
Cl(2)—Pt(2)—Cl(3)	88,5 (1)	Pt(2)—S—C(6)	108,9 (7)
Cl(2)—Pt(2)—S	177,1 (1)	Pt(2)—S—C(7)	115,8 (7)
Cl(3)—Pt(2)—S	93,8 (1)	O—S—C(6)	108,5 (9)
Pt(1)—N(1)—C(2)	119,3 (8)	O—S—C(7)	106,7 (8)
N(1)—C(2)—C(3)	113 (1)	C(6)—S—C(7)	101,5 (9)

Partie expérimentale. Masse volumique par flottaison. Cristal en forme d'octaèdre: 0,35 × 0,32 × 0,12 mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal, avec 25 réflexions telles que $6,70 \leq \theta \leq 14,19^\circ$. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. $0,049 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,584 \text{ \AA}^{-1}$; $-16 \leq h \leq 15$, $0 \leq k \leq 12$ et $0 \leq l \leq 15$. Balayage $\theta/2\theta$ d'amplitude $s(^\circ) = 0,80 + 0,35\text{tg}\theta$. Réflexions de contrôle: $3\bar{2}0$, $11\bar{5}$ et 446 . $\sigma(I)/I_{\text{moyen}}$ (contrôle): 0,0019. 2269 réflexions indépendantes mesurées. 310 réflexions inobservées [$I \leq 3\sigma(I)$]. Corrections d'absorption empiriques (Walker & Stuart, 1983); valeurs maximale et minimale du coefficient de correction 1,584 et 0,572. Programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H des CH₃ non localisés; autres H: coordonnées calculées. Affinement sur *F*, programme à matrice entière. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigés de *f'* et de *f''*. Paramètres affinés: *x*, *y*, *z*, β_{ij} de Pt, S, Cl, O, N et C. $wR = 0,061$. $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 2,6$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$. $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 2,4 (4) \text{ e \AA}^{-3}$. *g* (extinction secondaire) = $1,3 (2) \times 10^{-7}$. Programmes de calcul: système SDP (Frenz, 1982). Fig. 1: programme ORTEP (Johnson, 1965). Ordinateur DEC PDP11/44.

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1,* les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 indique les noms des atomes contenus dans l'unité asymétrique.

La structure est formée de cations $\{\text{Pt}[\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2]_2\}^{2+}$ et d'anions $\{\text{PtCl}_3[(\text{CH}_3)_2\text{SO}]\}^-$. Pt(1),

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances intermoléculaires <3,70 Å et des distances des atomes aux plans moyen ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44370: 15 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.

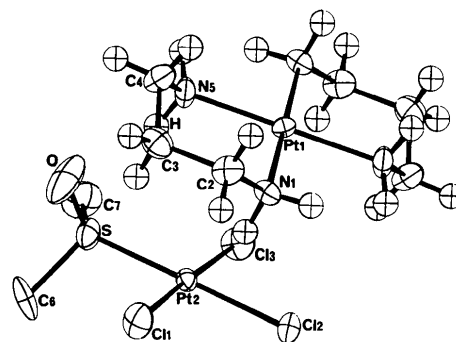


Fig. 1. Vue en perspective de l'anion et du cation et numéros attribués aux atomes.

autour duquel s'édifie le cation est centre de symétrie. Il est lié aux atomes d'azote N(1), N(5), N(1^h), N(5^h) [(i): $-x, -y, 1-z$] de deux molécules de propanediamine. Ces quatre atomes réalisent un quadrilatère plan très proche d'un carré puisque ses côtés mesurent respectivement 2,88 (1) et 2,93 (2) Å et que l'angle N(1)–Pt–N(5) est égal à 91,0 (4)°. Les distances Pt(1)–N(1) [2,04 (1) Å] et Pt(1)–N(5) [2,06 (1) Å] sont pratiquement identiques à leurs homologues dans le *trans*-diamminedichloroplatine(II) (Milburn & Truter, 1966) ou dans le chlorure de bis(propanediamine-1,3)-platine(II) (Viossat, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1987). Pt(1) et C(3) sont situés de part et d'autre du plan moyen défini par N(1), C(2), C(4) et N(5), le premier à 0,862 (1) Å, le second à 0,71 (2) Å. Le cycle formé par ces six atomes présente donc la conformation chaise. Les liaisons N–C et C–C présentes dans ce cycle ont des longueurs normales. Le cation possède ici la symétrie $\bar{1}$. Dans le chlorure de bis(propanediamine-1,3)platine(II) déjà cité, il est proche de la symétrie *mmm*.

L'environnement de Pt(2) est, comme celui de Pt(1), du type plan carré. Il comprend trois atomes de chlore et un atome de soufre, ce dernier appartenant à une molécule de diméthylsulfoxyde. Les distances de Pt(2), Cl(1), Cl(2), Cl(3) et S au plan moyen calculé à l'aide des mêmes atomes ne dépasse pas 0,027 (3) Å. Les liaisons Pt–Cl ont pour longueurs extrêmes 2,288 (3) et 2,312 (4) Å [moyenne: 2,302 (7) Å] et la liaison Pt–S mesure 2,189 (4) Å. Dans le trichloro(diméthyl-

sulfoxyde)platinate(II) de potassium (Melanson, Hubert & Rochon, 1976), les distances Pt–Cl sont comprises entre 2,297 (5) et 2,318 (5) Å et la distance Pt–S est égale à 2,193 (5) Å. De même, la géométrie du coordina diméthylsulfoxyde est pratiquement la même dans les deux composés.

La Fig. 2 montre que la structure est formée de couches qui s'étendent le long des plans (100). Chaque couche comprend un feuillet de cations inséré entre deux feuillets d'anions. Anions et cations appartenant à deux feuillets voisins sont unis par les liaisons hydrogène N(5)–H(5)···O [3,08 (1) Å, 161°] et N(5)–H'(5)···Cl(3^h) [(ii): $x, \frac{1}{2}-y, -\frac{1}{2}+z$] [3,30 (1) Å, 160°]. Chaque cation est ainsi lié à quatre anions et chaque anion à deux cations.

Dans le sel vert de Magnus $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{PtCl}_4]$ (Atoji, Richardson & Rundle, 1957) où anions et cations s'empilent alternativement le long d'axes d'ordre 4, la distance entre les atomes métalliques de deux ions consécutifs (3,25 Å) permet une interaction Pt–Pt qui explique la coloration et les propriétés électriques de ce sel. Dans le composé étudié, si une telle interaction existe, elle doit être beaucoup plus modeste car la distance Pt(1)–Pt(2) la plus courte est égale à 3,792 (1) Å.

Références

- ATOJI, M., RICHARDSON, J. W. & RUNDLE, R. E. (1957). *J. Am. Chem. Soc.* **79**, 3017–3020.
- DELAFONTAINE, J.-M., KHODADAD, P., TOFFOLI, P. & RODIER, N. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 702–703.
- FRENZ, B. A. (1982). *Enraf-Nonius Structure Determination Package*. College Station, Texas, EUA, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- 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.)
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EUA.
- KUKUSHKIN, Y. N., VYAZMENSKII, Y. E. & ZORINA, L. I. (1968). *Russ. J. Inorg. Chem.* **13**, 1573–1576.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- MELANSON, R., HUBERT, J. & ROCHON, F. D. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1914–1916.
- MILBURN, G. H. W. & TRUTER, M. R. (1966). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1609–1616.
- VIOSAT, B., TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 855–857.
- WALKER, E. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.

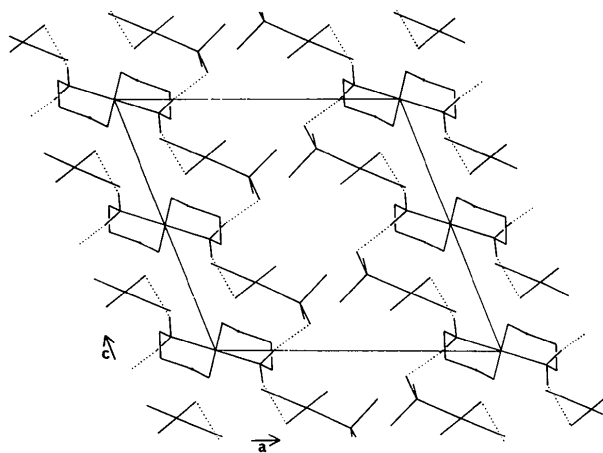


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [010]. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.