

Fig. 1. The molecular structure and the numbering of the atoms [ORTEP (Johnson, 1965), 50% probability ellipsoids].

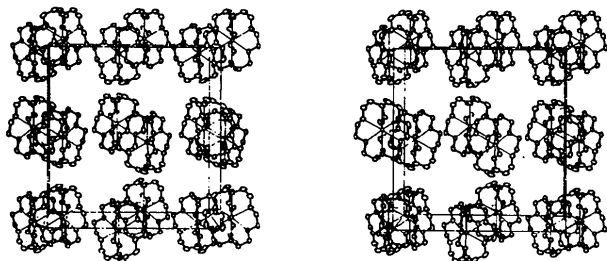


Fig. 2. Stereographic packing diagram [ORTEP (Johnson, 1965), 20% probability ellipsoids]. The c axis is vertical, the b axis is horizontal and the a^* axis is normal to the page.

Weiss, 1973). The average $K^+—O$ distance is $2.827(28) \text{ \AA}$ (2.785 \AA in $K^+(\text{cryptand}[2.2.2])\cdot I^-$).

In order to study the correlation between the structure and the properties of electriles we must

Acta Cryst. (1988). C44, 1376–1378

Tétrachloroplatinate(II) de *trans*-Dichlorobis(propanediamine-1,3)platine(IV)

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

(Reçu le 15 février 1988, accepté le 7 avril 1988)

Abstract. $[\text{PtCl}_2(\text{C}_3\text{H}_{10}\text{N}_2)_2][\text{PtCl}_4]$, $M_r = 751.15$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 7.761(2)$, $b = 7.846(1)$, $c = 14.892(3) \text{ \AA}$, $\beta = 107.73(2)^\circ$, $V = 863.8(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $D_x = 2.888 \text{ Mg m}^{-3}$, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107 \text{ \AA}$, $\mu = 17.3 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 684$, $T = 294(1) \text{ K}$, $R =$

0108-2701/88/081376-03\$03.00

investigate the shape and the distribution of the 'empty' space between the complexed cations. This has been done by using an Evans and Sutherland PS-300 display system in which the van der Waals radii of atoms were used to illustrate the molecular packing. It has been shown (Huang *et al.*, 1988) that the 'empty' space in this electrile forms two-dimensional channels almost parallel to the a axis and at 29° to the c axis. These two kinds of channels intersect to form dumbbell-shaped cavities and thus allow the trapped electrons to interact strongly with each other.

The authors gratefully acknowledge the support of this work by National Science Foundation grant DMR 84-14154. The X-ray diffractometer system was provided by NSF grant CHE-8403823.

References

- CROMER, D. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.3.1. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.2B. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- DAWES, S. B., WARD, D. L., HUANG, R. H. & DYE, J. L. (1986). *J. Am. Chem. Soc.* **108**, 3534–3535.
- DYE, J. L. (1984). *Prog. Inorg. Chem.* **32**, 327–441.
- DYE, J. L. (1987). *Sci. Am.* **257**, 66–75.
- 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.
- HUANG, R. H., FABER, M. K., MOEGGENBORG, K. J., WARD, D. L. & DYE, J. L. (1988). *Nature (London)*, **331**, 599–601.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- MORAS, P. D., METZ, B. & WEISS, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 383–403.

0.015 for 895 independent reflections [$I > 2\sigma(I)$]. In each ion, the Pt atom is at the centre of symmetry. It displays an almost square-planar coordination in the $[\text{PtCl}_4]^{2-}$ anion and a slightly distorted octahedral coordination in the $[\text{PtCl}_2(\text{C}_3\text{H}_{10}\text{N}_2)_2]^{2+}$ cation which has

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

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

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Pt(1)	0	0	0	2,053 (7)
Pt(2)	$\frac{1}{2}$	0	$\frac{1}{2}$	1,538 (6)
Cl(1)	0,2029 (2)	-0,0442 (2)	-0,0829 (1)	2,79 (3)
Cl(2)	-0,0913 (2)	0,2507 (2)	-0,0814 (1)	2,99 (3)
Cl(3)	0,3811 (2)	0,1648 (2)	0,5946 (1)	2,94 (3)
N(1)	0,2356 (5)	-0,0431 (6)	0,4169 (3)	2,2 (1)
N(5)	0,4963 (6)	0,2179 (5)	0,4217 (3)	2,1 (1)
C(2)	0,1943 (8)	-0,0268 (8)	0,3132 (4)	2,8 (1)
C(3)	0,2313 (7)	0,1486 (9)	0,2845 (4)	2,9 (1)
C(4)	0,4246 (7)	0,2046 (7)	0,3179 (4)	2,6 (1)

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

Pt(1)—Cl(1)	2,305 (2)	N(1)...Cl(2 ^{iv})	3,398 (5)*
Pt(1)—Cl(2)	2,306 (1)	C(2)—C(3)	1,494 (9)
Pt(2)—Cl(3)	2,302 (2)	C(3)—C(4)	1,495 (8)
Pt(2)—N(1)	2,076 (4)	C(4)—N(5)	1,478 (6)
Pt(2)—N(5)	2,065 (4)	N(5)...Cl(1 ⁱⁱⁱ)	3,413 (4)*
N(1)—C(2)	1,484 (7)	N(5)...Cl(1 ^v)	3,359 (4)*
N(1)...Cl(1 ⁱⁱ)	3,248 (5)*	N(5)...Cl(2 ^{vi})	3,224 (5)*
N(1)...Cl(2 ⁱⁱⁱ)	3,426 (5)*		

Cl(1)—Pt—Cl(2)	89,86 (5)	C(4)—N(5)—Pt(2)	117,9 (3)
Cl(3)—Pt(2)—N(1)	87,0 (1)	N(1)—H'(1)...Cl(1 ⁱⁱ)	156*
Cl(3)—Pt(2)—N(5)	86,6 (1)	N(1)—H'(1)...Cl(2 ⁱⁱⁱ)	157*
N(1)—Pt(2)—N(5)	87,5 (2)	N(1)—H'(1)...Cl(2 ^{iv})	125*
Pt(2)—N(1)—C(2)	117,9 (4)	N(5)—H'(5)...Cl(1 ⁱⁱⁱ)	155*
N(1)—C(2)—C(3)	112,2 (5)	N(5)—H'(5)...Cl(1 ^v)	128*
C(2)—C(3)—C(4)	115,9 (5)	N(5)—H'(5)...Cl(2 ^{vi})	151*
C(3)—C(4)—N(5)	112,9 (5)		

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

* Liaisons hydrogène.

near C_{2h} symmetry. The six-membered Pt—diamine ring has a chair-like conformation. Several N—H...Cl hydrogen bonds link the anions and cations together.

Introduction. L'étude structurale du tétrachloroplatinate(II) de *trans*-dichlorobis(propanediamine-1,3)-platine(IV) a été entreprise dans le cadre de l'étude des composés de coordination formés par le platine avec les amines aliphatiques. Le produit utilisé a été préparé par mélange, à la température ambiante, de quantités équimolaires de chlorure de bis(propanediamine-1,3)-platine(II) et d'acide hexachloroplatinique(IV) pris, l'un et l'autre, en solutions aqueuses. Il se forme un précipité cristallisé qui est séparé, puis lavé à l'éthanol.

Partie expérimentale. Cristal parallélépipédique: 0,10 × 0,10 × 0,15 mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que $6,09 \leq \theta \leq 13,79^\circ$. $0,049 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,572 \text{ \AA}^{-1}$. $0 \leq h \leq 8$; $0 \leq k \leq 8$; $-16 \leq l \leq 16$. Réflexions de contrôle: $40\bar{2}$, $1\bar{3}1$ et $0\bar{2}4$; $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle) = 0,0050. 1353 réflexions indépendantes mesurées, 458 réflexions inobservées [$I \leq 2\sigma(I)$]. Cor-

rections d'absorption (Walker & Stuart, 1983); valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,14 et 0,92. Méthode de l'atome lourd. Affinement sur F , programme à matrice entière. H: coordonnées calculées. Paramètres affinés: x, y, z et β_{ij} de Pt, Cl, N et C. $R = 0,015$, $wR = 0,022$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,10$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,01$, $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,4 (2) \text{ e \AA}^{-3}$, g (extinction secondaire) = $8,1 (8) \times 10^{-8}$. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigées de f' et de f'' . Programmes de calcul du système SDP (Frenz, 1982). Fig. 1 et 2: programme ORTEPII (Johnson, 1976). Ordinateur DEC PDP11/44.

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1, les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2.* Les numéros attribués aux atomes sont indiqués sur les Fig. 1 et 2.

La structure est formée d'anions $[\text{PtCl}_4]^{2-}$ et de cations $[\text{PtCl}_2(\text{C}_3\text{H}_{10}\text{N}_2)_2]^{2+}$ dans lesquels l'atome métallique est centre de symétrie. Les atomes de chlore

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène et les distances des atomes aux plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44948: 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.

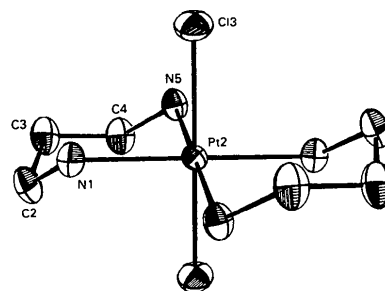


Fig. 1. Vue en perspective du cation et numéros attribués à ses atomes.

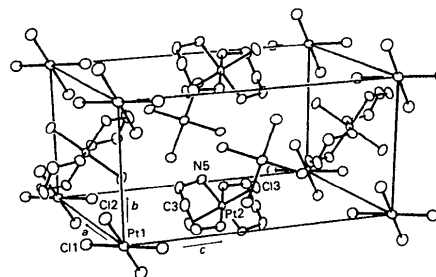


Fig. 2. Vue en perspective de la maille et numéros attribués aux atomes de l'anion.

liés à Pt(1) forment un quadrilatère qui, compte tenu des incertitudes, est assimilable à un carré. En effet, les distances Pt(1)—Cl(1) et Pt(1)—Cl(2) sont pratiquement égales [2,305 (2) et 2,306 (1) Å] et l'angle Cl(1)—Pt(1)—Cl(2) mesure 89,86 (5)°. L'environnement de Pt(2) comprend deux atomes de chlore et quatre atomes d'azote appartenant à deux molécules de propanediamine-1,3. Ces six atomes réalisent un octaèdre déformé. Les liaisons Pt(2)—Cl(3), Pt(2)—N(1) et Pt(2)—N(5) mesurent respectivement 2,302 (2), 2,076 (4) et 2,065 (4) Å. Les valeurs des angles Cl(3)—Pt(2)—N(1) [87,0 (1)°] et Cl(3)—Pt(2)—N(5) [86,6 (1)°] montrent que la droite Cl(3)—Pt(2)—Cl(3)⁽ⁱ⁾ [(i) 1-x, -y, 1-z] n'est pas perpendiculaire au plan P(I) du parallélogramme N(1)N(5)N(1ⁱ)N(5ⁱ). Dans ce dernier, l'angle N(1)—Pt(2)—N(5) vaut 87,5 (2)°.

On remarque que les longueurs des liaisons Pt^{II}—Cl de l'anion et Pt^{IV}—Cl du cation sont très voisines et qu'elles sont comparables à celles des liaisons Pt—Cl présentes dans le tétrachlorure tétrachloroplatinate(II) de bis-(diéthylènetriammonium) [2,306 (1) et 2,293 (1) Å] (Britten & Lock, 1979) ou dans le chlorure de *trans*-dichlorobis(propanediamine-1,3)platine(IV) tétrahydrate [2,304 (1) Å] (Delafontaine, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1988). De même, les distances Pt(2)—N(1) et Pt(2)—N(5) sont du même ordre que leurs homologues dans [Pt(NH₃)₄][PtBr₂(NH₃)₄](HSO₄)₄ [2,056 (6) et 2,061 (6) Å] (Tanaka, Tsujikawa, Toriumi & Ito, 1982).

Comme dans le chlorure de *trans*-dichlorobis(propanediamine-1,3)platine(IV) tétrahydrate déjà cité, le cycle formé par l'atome de platine et l'une des

molécules d'amine présente la conformation chaise. Pt(2) et C(3) sont situés de part et d'autre du plan moyen P(II) défini par N(1), C(2), C(4) et N(5); le premier en est distant de 0,973 (1) Å, le second de 0,665 (6) Å. Les liaisons N—C et C—C contenues dans ce cycle ont des longueurs normales. N(1)N(5) et C(2)C(4) sont sensiblement perpendiculaires au plan Cl(3)Pt(2)C(3) [plan P(III)], car les angles que font les plans P(I), P(II) et C(2)C(3)C(4) avec P(III) valent respectivement 90,3 (1), 90,2 (1) et 90,5 (2)°. En outre, les distances à P(III) de N(1) et de N(5) ou celles de C(2) et de C(4) sont égales aux incertitudes près. Donc, P(III) est approximativement plan de symétrie pour le cation.

Plusieurs liaisons hydrogène N—H...Cl participent à la cohésion de la structure. Leurs longueurs et leurs angles sont rapportés dans le Tableau 2.

Références

- BRITTEN, J. & LOCK, C. J. L. (1979). *Acta Cryst.* B35, 3065–3067.
 DELAFONTAINE, J.-M., TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1988). *Acta Cryst.* C44, 66–68.
 FRENZ, B. A. (1982). *Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates Inc., College Station, Texas, EU, 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 Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 TANAKA, M., TSUJIKAWA, I., TORIUMI, K. & ITO, T. (1982). *Acta Cryst.* B38, 2793–2797.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* A39, 159–166.

Acta Cryst. (1988). C44, 1378–1381

Structures of Bis(piperidine-1-dithiocarbamato)nickel(II) and Bis(piperidine-1-dithiocarbamato)copper(II)

BY AKELLA RADHA AND M. SESHASAYEE

Department of Physics, Indian Institute of Technology, Madras-600 036, India

AND G. ARAVAMUDAN

Department of Chemistry, Indian Institute of Technology, Madras-600 036, India

(Received 28 September 1987; accepted 5 April 1988)

Abstract. [Ni(C₆H₁₀NS₂)₂], *M_r* = 378.7, monoclinic, *P*₂₁/*c*, *a* = 6.122 (2), *b* = 8.537 (1), *c* = 15.156 (3) Å, β = 95.86 (2)°, *V* = 788 Å³, *Z* = 2, *D_m* = 1.60, *D_x* = 1.595 Mg m⁻³, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 6.34 mm⁻¹, *F*(000) = 392.0, room temperature, *R* = 0.065, *wR* = 0.062 for 1201 unique reflections.

[Cu(C₆H₁₀NS₂)₂], *M_r* = 383.5, monoclinic, *P*₂₁/*c*, *a* = 6.159 (1), *b* = 8.567 (1), *c* = 15.264 (2) Å, β = 95.52 (1)°, *V* = 802 Å³, *Z* = 2, *D_m* = 1.60, *D_x* = 1.60 Mg m⁻³, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 6.41 mm⁻¹, *F*(000) = 394, room temperature, *R* = 0.078, *wR* = 0.073 for 1207 unique reflections. The nickel and