

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. (1988). C44, 2021-2022

Dichlorure de *trans*-Tétraamminedihydroxoplatine(IV)

PAR 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 25 mai 1988, accepté le 3 juin 1988)

Abstract. $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4(\text{OH})_2]\text{Cl}_2$, $M_r = 368.1$, monoclinic, $C2/m$, $a = 11.407$ (2), $b = 7.399$ (1), $c = 4.9604$ (7) Å, $\beta = 100.75$ (1)°, $V = 411.3$ (2) Å³, $Z = 2$, $D_x = 2.972$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 17.84$ mm⁻¹, $F(000) = 340$, $T = 295$ (1) K, $R = 0.023$ for 648 independent reflections. The H atoms were located and their positional parameters refined. In the cation, the Pt atom is on a centre of symmetry. It exhibits an octahedral coordination with Pt—O = 2.004 (6) and Pt—N = 2.042 (4) Å. Hydrogen bonds O—H...Cl, N—H...O and N—H...Cl take part in the cohesion of the structure and form a three-dimensional network.

Partie expérimentale. Cristal parallélépipédique: 0,10 × 0,10 × 0,24 mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que $5,00 \leq \theta \leq 16,92^\circ$. $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,704$ Å⁻¹. Balayage $\theta/2\theta$ d'amplitude $s^\circ = 0,65 + 0,35\text{tg}\theta$. Réflexions de contrôle de l'intensité: 202, 040 et 311. $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle): 0,039. 648 réflexions indépendantes mesurées; toutes les intensités vérifient la relation $I > 2\sigma(I)$. Méthode de l'atome lourd et série de Fourier des ΔF . Affinement sur F , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: x, y, z de tous les atomes et β_{ij} de Pt, Cl, O et N. Correction d'absorption: programme *DIFABS* (Walker & Stuart, 1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,495 et 0,722. Coefficient de correction d'extinction secondaire isotrope: $g = 1,2$ (2) × 10⁻⁶. $R = 0,023$, $wR = 0,028$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,20$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$, $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 2,0$ (2) e Å⁻³. Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Fig. 1: programme *ORTEP* (Johnson, 1976). Ordinateur DEC PDP 11/44.

Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1, les distances interatomiques et

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

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

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
Pt	0	0	0	1,461 (5)
Cl	0,3573 (2)	0	0,2151 (4)	2,71 (3)
O	-0,1212 (5)	0	0,2451 (9)	2,25 (8)
N	0,0880 (4)	0,1969 (6)	0,2466 (8)	2,43 (7)

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

Pt—O	2,004 (6)	N—Cl	3,429 (5)*
Pt—N	2,042 (4)	N—Cl ^v	3,346 (5)*
O—Cl ⁱ	3,189 (5)*	N—Cl ^{iv}	3,439 (5)*
N—O ⁱⁱ	2,875 (6)*		
O—Pt—N	87,38 (2)	N—H'(N)...Cl	121 (6)*
N—Pt—N ⁱⁱⁱ	91,04 (2)	N—H'(N)...Cl ^v	119 (5)*
O—H(O)...Cl ⁱ	168 (9)*	N—H''(N)...Cl ^{iv}	153 (6)*
N—H(N)...O ⁱⁱ	161 (7)*		

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

* Liaison hydrogène.

les angles des liaisons dans le Tableau 2.* La Fig. 1 représente la structure vue en perspective et indique les noms des atomes de l'unité asymétrique.

Littérature associée. Structures de trois variétés de dichlorodiamminedihydroxoplatine(IV) (*cis, cis, trans*; *trans, trans, trans* et *cis, trans, cis*) (Kuroda, Neidle, Ismail & Sadler, 1983). Structure du *cis*-dichloro-

* 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 51102: 5 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.

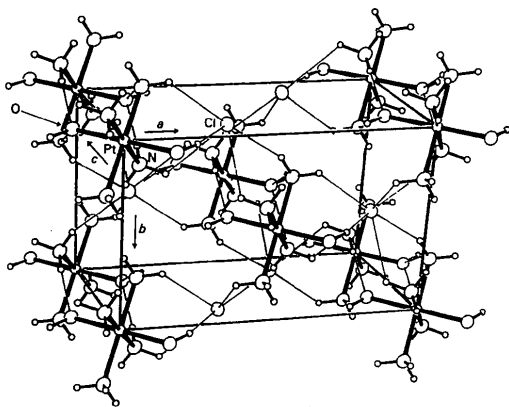


Fig. 1. Vue de la structure en perspective et noms des atomes de l'unité asymétrique. Les traits les plus fins représentent les liaisons hydrogène.

diammine-*trans*-dihydroxoplatine (IV) (Faggiani, Howard-Lock, Lock, Lippert & Rosenberg, 1982). Structure du *cis*-dichloro-*cis*-diammine-*trans*-dihydroxoplatine(IV) peroxyde d'hydrogène (Vollano, Blatter & Dabrowiak, 1984). Etude par diffraction des rayons X et par RMN du *trans*-dihydroxo-*cis*-diamminemalonatoplatine(IV) dihydrate, du *cis*-di-

chloro-*trans*-dihydroxo-*cis*-bis(méthylamine)platine(IV) tétrahydrate et du *cis*-dichloro-*trans*-dihydroxo-*cis*-bis(méthoxy-3 *n*-propylamine)platine(IV) (Kuroda, Ismail & Sadler, 1984). Structure du *trans*-diammine-*trans*-dichloro-*trans*-dihydroxoplatine(IV) di(peroxyde d'hydrogène) (Khodadad & Rodier, 1987).

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). *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, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel: Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 KHODADAD, P. & RODIER, N. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 2219–2220.
 KURODA, R., ISMAIL, I. M. & SADLER, P. J. (1984). *J. Inorg. Biochem.* **22**, 103–117.
 KURODA, R., NEIDLE, S., ISMAIL, I. M. & 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. (1988). **C44**, 2022–2024

1,3;1,3;2,3;2,3-Tetra- μ -thio-1,2-bis(triphenylphosphine)digold(I)tungsten(VI)

BY R. G. PRITCHARD, L. S. MOORE, R. V. PARISH, C. A. MCAULIFFE AND B. BEAGLEY

Department of Chemistry, University of Manchester Institute of Science and Technology, PO Box 88, Manchester M60 1QD, England

(Received 17 March 1988; accepted 7 June 1988)

Abstract. $[\text{AuW}\{(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{P}\}_2\text{S}_4]$, $M_r = 1230.6$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 9.545(2)$, $b = 10.590(2)$, $c = 19.674(3)$ Å, $\alpha = 89.07(2)$, $\beta = 80.86(2)$, $\gamma = 67.36(2)^\circ$, $V = 1810.0$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 2.258$ Mg m⁻³, $F(000) = 1144$, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu(\text{Mo K}\alpha) = 11.14$ mm⁻¹, $T = 293$ K, $R = 0.037$ for 5002 unique reflexions [$F \geq 3\sigma(F)$]. The compound is isostructural with 1,3;1,3;2,3;2,3-tetra- μ -thio-1,2-bis(triphenylphosphine)digold(I)molybdenum(VI) [Charnock, Bristow, Nicholson, Garner & Clegg (1987). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 303–306] and is composed of an approximately linear P–Au–W–Au–P chain with a tetrahedral arrangement of four S atoms around the central W atom, bridging it to the adjacent Au atoms.

Experimental. Sample preparation involved the initial synthesis of triphenylethylphosphonium (tetrathio)-

tungstate monohydrate by adding triphenylethylphosphonium bromide to an aqueous sodium tungstate/hydrogen sulfide solution. The yellow solid thus formed was reacted with (chlorotriphenylphosphine)gold(I) in dichloromethane, yielding the title compound after removal of an off-white precipitate and evaporating under reduced pressure. Crystals suitable for X-ray work were obtained by diffusing diethyl ether into a solution of the compound in nitrobenzene. Crystal dimensions 0.17 × 0.23 × 0.31 mm, Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer, graphite-monochromatized Mo K α radiation, unit cell and crystal orientation by least-squares refinement on setting angles of 25 randomly measured reflexions ($9.6 < \theta < 12.7^\circ$), ω -2 θ scan mode used to measure 6474 reflexions (724 flagged < 0), ω -scan widths $(0.70 + 0.35 \tan \theta)^\circ$ and scan speed ranging from 1 to 5° min⁻¹ depending on pre-scan intensity, $0 \leq h \leq 11$, $-12 \leq k \leq 12$, $-23 \leq$