

The cyclooctadiene ring exhibits a tub conformation with the four-atom segments being planar and exhibiting an interplanar angle of  $56.9(6)^\circ$ .

Financial support for this work was provided by the Welch Foundation (Grants P-074 to WHW, B-963 to APM), the Air Force Office of Scientific Research (Grant AFOSR-88-0132) and the Faculty Research Committees of Texas Christian University and the University of North Texas.

#### References

- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- KNOTH, W. H. (1973). *Inorg. Chem.* **12**, 38–44.
- LAHOZ, F. J., TIRIPICCHIO, A., CAMELLINI, M. T., ORO, L. A. & PINILLOS, M. T. (1985). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1487–1493.
- MARCHAND, A. P. (1988). *Advances in Theoretically Interesting Molecules*, Vol. 1, edited by R. P. THUMMEL. Greenwich, CT: JAI Press.
- MARCHAND, A. P. & ANNAPURNA, P. (1988). Abstr. 16th Int. Symp. Chemistry of Natural Products, IUPAC 88, Kyoto, Japan, 29 May–3 June, 1988. Paper No. PC 9.
- MARCHAND, A. P., ANNAPURNA, P., FLIPPEN-ANDERSON, J. L., GILARDI, R. & GEORGE, C. (1988). Private communication.
- Nicolet Instrument Corporation (1986). *SHELXTL* for Desktop 30 (Microclipse). Report PN269-1040340, April. Nicolet Instrument Corp., WI, USA.
- ORO, L. A., CIRIANO, M. A., VILLARROYA, B. E., TIRIPICCHIO, A. & LAHOZ, F. J. (1984). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 521–522.
- TIRIPICCHIO, A., CAMELLINI, M. T., USON, R., ORO, L. A., CIRIANO, M. A. & VIGURI, F. (1984). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 125–131.
- USON, R., ORO, L. A., CIRIANO, M. A., CARMONA, D., TIRIPICCHIO, A. & CAMELLINI, M. T. (1982). *J. Organomet. Chem.* **224**, 69–80.
- VÖGTLE, F., MÜLLER, W. M. & WATSON, W. H. (1984). *Top. Curr. Chem.* **125**, 131–164.
- WATSON, W. H. (1982). Editor. *Stereochemistry and Reactivity of Systems Containing Pi-Electrons*. Deerfield Beach, FL: Verlag Chemie International.
- YAMAMOTO, K., WATANABE, K., CHIKAMATSU, H., OKAMOTO, Y. & YOSHIDA, T. (1987). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 807–809.

*Acta Cryst.* (1989). **C45**, 859–861

## Bis(méthanesulfonate) de Tétraaamine-*trans*-dichloroplatine(IV) Monohydrate

PAR L. BALDE, 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 18 novembre 1988, accepté le 8 décembre 1988)

**Abstract.**  $[\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_4] \cdot 2\text{CH}_3\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 542.3$ , monoclinic,  $C2/m$ ,  $a = 19.406(2)$ ,  $b = 7.482(1)$ ,  $c = 12.456(2)$  Å,  $\beta = 122.84(1)^\circ$ ,  $V = 1519.5(9)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 2.37$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 9.98$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1040$ ,  $T = 294(1)$  K,  $R = 0.020$  for 1389 independent reflections. The structure consists of  $\text{CH}_3\text{SO}_3^-$  anions,  $[\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  cations and water molecules. Each independent Pt atom is at a centre of symmetry and has an octahedral environment. All molecular parameters are similar to those obtained for other related compounds. Numerous O–H...O, N–H...O and N–H...Cl hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

**Introduction.** Le bis(méthanesulfonate) de tétraaamine-*trans*-dichloroplatine(IV) monohydrate a été préparé à la température ambiante, en ajoutant un excès de peroxyde d'hydrogène et d'acide chlorhydrique, pris l'un et l'autre en solutions concentrées, à un mélange de bis(méthanesulfonate) de tétraaamineplatine(II) et d'acide méthanesulfonique en solution aqueuse.

L'évaporation lente de cette solution a donné un résidu incolore dans lequel a été prélevé le cristal soumis à l'analyse structurale. Celle-ci a été entreprise dans le cadre de l'étude des dérivés formés par le platine avec l'ammoniac et les polyamines aliphatiques. Elle a eu pour objectif de déterminer la nature des entités chimiques qui constituent le produit étudié.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique:  $0.10 \times 0.22 \times 0.40$  mm. Diffractomètre Enraf–Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que  $6.59 \leq \theta \leq 15.13^\circ$ ,  $0.039 \leq (\sin \theta) / \lambda \leq 0.650$  Å<sup>-1</sup>;  $-25 \leq h \leq 20$ ,  $0 \leq k \leq 9$ ,  $0 \leq l \leq 16$ . Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s(\theta) = 0.80 + 0.35 \text{tg} \theta$ . Réflexions de contrôle des intensités: 114, 604 et 736. 1883 réflexions indépendantes mesurées, 494 réflexions inobservées  $|I| < 2\sigma(I)$ .  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle) = 0,0030. Corrections d'absorption (Walker & Stuart, 1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,251 et 0,853. Méthode de l'atome lourd; H non localisés avec certitude. Affinement basé sur les

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

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3}(\beta_1 a^2 + \beta_2 b^2 + \beta_3 c^2 + \beta_{12} abc \cos \gamma + \beta_{13} acc \cos \beta + \beta_{23} bcc \cos \alpha).$$

	x	y	z	B <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
Pt(1)	0	0	0	1,448 (6)
Pt(2)	0	0	½	1,458 (7)
Cl(3)	0,09744 (9)	0	-0,0522 (1)	2,58 (4)
Cl(4)	0,11026 (8)	0	0,4777 (1)	2,60 (4)
S(5)	0,21907 (9)	½	0,1214 (2)	2,39 (4)
S(6)	0,06979 (9)	½	0,3386 (1)	1,95 (3)
O(7)	0,1468 (3)	½	0,1266 (5)	4,1 (2)
O(8)	0,2688 (2)	0,6595 (6)	0,1761 (3)	4,2 (1)
O(9)	0,0488 (3)	½	0,4352 (4)	2,9 (1)
O(10)	0,0403 (2)	0,3400 (5)	0,2599 (3)	3,09 (8)
O(11)	0,2555 (3)	0	0,2680 (5)	4,8 (2)
N(12)	0	0,2745 (8)	0	2,3 (1)
N(13)	0,0602 (2)	0,1956 (6)	0,6363 (3)	2,7 (1)
N(14)	0,0870 (3)	0	0,1922 (5)	2,1 (1)
C(15)	0,1818 (5)	½	-0,0439 (7)	4,4 (2)
C(16)	0,1781 (4)	½	0,4213 (7)	4,4 (2)

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

Les distances signalées par une astérisque correspondent aux liaisons hydrogène

Pt(1)—Cl(3)	2,309 (2)	S(6)—C(16)	1,770 (7)
Pt(1)—N(12)	2,054 (6)	O(11)—O(8 <sup>h</sup> )	2,862 (6)
Pt(1)—N(14)	2,049 (4)	N(12)—O(7)	2,928 (5)*
Pt(2)—Cl(4)	2,302 (2)	N(12)—O(10)	2,931 (4)*
Pt(2)—N(13)	2,059 (4)	N(13)—O(8 <sup>h</sup> )	2,852 (4)*
S(5)—O(7)	1,439 (7)	N(13)—O(9 <sup>h</sup> )	2,900 (5)*
S(5)—O(8)	1,452 (4)	N(13)—O(10 <sup>h</sup> )	3,061 (7)*
S(5)—C(15)	1,774 (8)	N(14)—Cl(4)	3,333 (7)*
S(6)—O(9)	1,464 (6)	N(14)—O(10)	2,973 (6)*
S(6)—O(10)	1,453 (4)	N(14)—O(11)	2,868 (8)*
Cl(3)—Pt(1)—N(14)	92,7 (2)	O(8)—S(5)—C(15)	107,1 (3)
Cl(4)—Pt(2)—N(13)	87,2 (1)	O(9)—S(6)—O(10)	111,7 (2)
N(13)—Pt(2)—N(13 <sup>h</sup> )	90,6 (2)	O(9)—S(6)—C(16)	107,1 (4)
O(7)—S(5)—O(8)	113,3 (2)	O(10)—S(6)—O(10 <sup>h</sup> )	110,9 (2)
O(7)—S(5)—C(15)	105,0 (4)	O(10)—S(6)—C(16)	107,6 (2)
O(8)—S(5)—O(8 <sup>h</sup> )	110,6 (2)		

Code de symétrie: (i) x, -y, z; (ii) x, 1-y, z; (iii) ½-x, -½+y, 1-z; (iv) -x, 1-y, 1-z; (v) -x, y, 1-z.

F, programme à matrice entière. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigés des  $f'$  et des  $f''$ . Paramètres affinés: x, y, z et  $\beta_{ij}$  de Pt, Cl, S, O, N et C. Coefficient de correction d'extinction secondaire:  $g = 3,7 (3) \times 10^{-7}$ .  $wR = 0,031$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 1,28$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,9 (1) \text{ e } \text{Å}^{-3}$ . Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates Inc., 1982). ORTEPII (Johnson, 1976). Ordinateur DEC PDP 11/44.

Les extinctions systématiques sont celles des groupes C<sub>2</sub>, C<sub>m</sub> et C<sub>2/m</sub>. Le fait que la liaison Pt(1)—N(12) soit confondue avec l'axe b et que N(12) présente l'hybridation sp<sup>3</sup> entraînent, dans l'hypothèse où le groupe spatial est le groupe C<sub>2/m</sub>, la présence de chacun des atomes d'hydrogène liés à N(12) sur deux positions symétriques l'une de l'autre par rapport à l'axe binaire.

Ce désordre disparaît si l'on admet la symétrie C<sub>m</sub>. Mais, dans ce cas, les affinements attribuent des facteurs de température négatifs à une partie des atomes, tandis que les longueurs calculées pour certaines liaisons s'écartent nettement des longueurs considérées comme normales pour leurs homologues respectives. Le test de l'optique non linéaire (Jerphagnon, 1972), réalisé au Laboratoire du Centre National d'Etudes des Télécommunications à Bagnèux, est favorable à la centrosymétrie. En outre, il a été vérifié, à l'aide d'un goniomètre optique, que les six faces parallèles à l'axe d'allongement (axe c), que l'on peut observer sur un monocristal, sont parallèles entre elles deux à deux. Le groupe spatial le plus probable est donc le groupe C<sub>2/m</sub>. Ce résultat nous a conduit à vérifier avec soin la teneur en azote du produit étudié. Celle-ci est de 10,15% selon l'analyse élémentaire et de 10,33% selon la formule indiquée ci-dessus. Le remplacement de la molécule d'ammoniac correspondant à N(12) par un coordinat non azoté ayant une masse molaire comparable, ferait diminuer la teneur en azote d'environ 2,6%, c'est-à-dire d'une quantité nettement supérieure à l'incertitude.

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

La structure est formée de cations [Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>, d'anions (CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>)<sup>-</sup> et de molécules d'eau. Les deux atomes métalliques sont centres de symétrie. Ils sont chacun un environnement octaédrique. En raison de la centrosymétrie, le quadrilatère formé par les atomes d'azote est plan. Il est aussi, dans les deux cas, très

\* Les listes des facteurs de structure, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et des distances inférieures à 3,6 Å entre atomes appartenant à des entités chimiques différentes et non citées à propos des liaisons hydrogène ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 51680: 12 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.

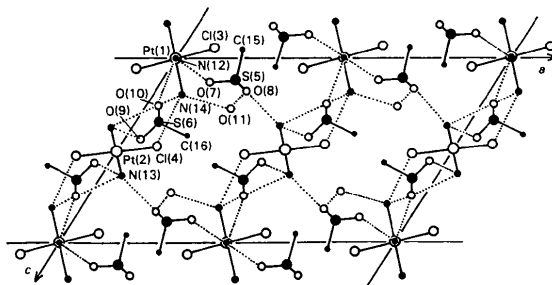


Fig. 1. Dessin de la structure vue selon [010]. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

proche d'un carré. En effet, les liaisons Pt(1)—N(12) et Pt(1)—N(14) sont perpendiculaires entre elles et ont pratiquement la même longueur, tandis que leurs homologues issues de Pt(2) sont identiques et font entre elles un angle de 90,6 (2)°. Les angles Cl—Pt—N (Tableau 2) indiquent que, dans le polyèdre de coordination de chaque atome métallique, la droite Cl—Pt—Cl est presque perpendiculaire au plan des atomes d'azote. Les distances Pt—N ont pour longueurs extrêmes 2,049 (4) et 2,059 (4) Å et les distances Pt—Cl 2,302 (2) et 2,309 (2) Å. On trouve des longueurs comparables pour leurs homologues respectives dans les trois formes isomères du diamminedichlorodihydroxyplatine(IV) (Kuroda, Neidle, Ismail & Sadler, 1983), dans le chlorure de *trans*-dichlorobis(propandiamine-1,3)platine(IV) tétrahydrate (Delafontaine, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1988) ou dans le bipyridyl-2,2' tétrachloroplatine(IV) (Hambley, 1986). Ainsi, dans les trois variétés du premier composé cité, les longueurs extrêmes des liaisons Pt—N sont de 2,028 (6) et de 2,056 (5) Å et celles des liaisons Pt—Cl de 2,303 (1) et de 2,325 (3) Å.

Les deux anions méthanesulfonate ont des géométries très voisines. Tous les deux admettent le plan  $y = \frac{1}{2}$  pour plan de symétrie. De plus, les différences les plus importantes entre les longueurs et les angles des liaisons homologues restent comparables aux incertitudes. Les distances S—O appartiennent à l'intervalle 1,439 (7)–1,464 (6) Å. Les mêmes distances mesurent 1,440 (2) et 1,443 (2) Å dans le méthanesulfonate d'ammonium (Wei, 1986) et sont comprises entre 1,429 (5) et 1,456 (4) Å dans le méthanesulfonate

de calcium (Charbonnier, Faure & Loiseleur, 1977). Pour les distances S—C, on trouve 1,770 (7) et 1,774 (8) Å dans le composé étudié, 1,750 (3) Å dans  $\text{NH}_4(\text{CH}_3\text{SO}_3)$ , 1,760 (8) et 1,748 (6) Å dans  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{SO}_3)_2$ .

Outre les interactions entre les ions, la cohésion de la structure fait intervenir de nombreuses liaisons hydrogène. Ces liaisons ont été représentées sur la Fig. 1. Leurs longueurs sont rapportées dans le Tableau 2.

Nous remercions le Laboratoire du Centre National d'Études des Télécommunications pour l'aide qu'il nous a apportée dans la détermination du groupe spatial.

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- CHARBONNIER, F., FAURE, R. & LOISELEUR, H. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1478–1481.
- DELAFONTAINE, J.-M., TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 263–265.
- 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 Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- JERPHAGNON, J. (1972). *Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr.* **95**, 262–267.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- KURODA, R., NEIDLE, S., ISMAIL, M. I. & SADLER, P. J. (1983). *Inorg. Chem.* **22**, 3620–3624.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.
- WEI, C. H. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 1839–1842.

*Acta Cryst.* (1989). **C45**, 861–864

## Structure of (*p*-Chlorophenyl)bis(quinolin-8-olato)(*p*-tolyl)tin(IV)

BY CHEN WEI, NG WEE KONG AND V. G. KUMAR DAS

*Department of Chemistry and Institute of Advanced Studies, University of Malaya, 59100 Kuala Lumpur, Malaysia*

GEOFFREY B. JAMESON

*Department of Chemistry, Georgetown University, Washington, DC 20057, USA*

AND RAY J. BUTCHER

*Department of Chemistry, Howard University, Washington, DC 20059, USA*

(Received 4 July 1988; accepted 1 December 1988)

**Abstract.**  $[\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl})(\text{C}_7\text{H}_7)(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2]$ ,  $M_r = 2716$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.45$ ,  $D_x = 1.49$  g cm<sup>-3</sup>, 609.7, monoclinic,  $C2/c$ ,  $a = 11.708$  (1),  $b = 17.869$  (3),  $c = 13.007$  (2) Å,  $\beta = 93.65$  (2)°,  $V = 0.7107$  Å),  $\mu = 9.72$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1224$ ,  $T = 297$  K,

0108-2701/89/060861-04\$03.00

© 1989 International Union of Crystallography