

Table 2. Selected bond lengths (Å) and bond angles (°)

V—O(1)	1.984 (5)	P(2)—O(5 ^{III})	1.511 (5)
V—O(2)	2.004 (5)	P(2)—O(7)	1.617 (5)
V—O(3)	2.009 (5)	Cs—O(1 ^I)	2.978 (5)
V—O(4)	1.969 (5)	Cs—O(1 ^{II})	3.126 (5)
V—O(5)	2.019 (5)	Cs—O(2 ^{IV})	3.253 (6)
V—O(6)	2.062 (5)	Cs—O(3 ^{VI})	3.114 (5)
P(1)—O(1)	1.522 (5)	Cs—O(3 ^V)	3.273 (5)
P(1)—O(4 ^{III})	1.491 (5)	Cs—O(4 ^I)	3.395 (5)
P(1)—O(6 ^V)	1.507 (5)	Cs—O(5 ^{VII})	2.979 (5)
P(1)—O(7 ^{VI})	1.610 (5)	Cs—O(6 ^V)	3.304 (5)
P(2)—O(2)	1.495 (5)	Cs—O(6 ^{VI})	3.104 (5)
P(2)—O(3 ^{II})	1.514 (5)	Cs—O(7 ^{VI})	3.301 (5)
O(1)—V—O(2)	88.62 (22)	O(5)—V—O(6)	170.5 (2)
O(1)—V—O(3)	173.93 (21)	O(1)—P(1)—O(4 ^{III})	112.5 (3)
O(1)—V—O(4)	94.85 (21)	O(1)—P(1)—O(6 ^V)	109.4 (3)
O(1)—V—O(5)	86.73 (20)	O(1)—P(1)—O(7 ^{VI})	107.3 (3)
O(1)—V—O(6)	84.94 (20)	O(4 ^{III})—P(1)—O(6 ^V)	114.1 (3)
O(2)—V—O(3)	85.69 (22)	O(4 ^{III})—P(1)—O(7 ^{VI})	106.2 (3)
O(2)—V—O(4)	175.23 (23)	O(6 ^V)—P(1)—O(7 ^{VI})	106.8 (3)
O(2)—V—O(5)	93.50 (21)	O(2)—P(2)—O(3 ^{II})	114.5 (3)
O(2)—V—O(6)	90.94 (21)	O(2)—P(2)—O(5 ^{III})	114.0 (3)
O(3)—V—O(4)	90.71 (22)	O(2)—P(2)—O(7)	105.9 (3)
O(3)—V—O(5)	95.71 (20)	O(3 ^{II})—P(2)—O(5 ^{III})	109.8 (3)
O(3)—V—O(6)	93.03 (20)	O(3 ^{II})—P(2)—O(7)	104.5 (3)
O(4)—V—O(5)	89.97 (21)	O(5 ^{III})—P(2)—O(7)	107.5 (3)
O(4)—V—O(6)	86.12 (20)	P(1 ^{III})—O(7)—P(2)	126.2 (3)

Symmetry codes: (i) $2.0-x, -y, 2.0-z$; (ii) $1.0-x, -1-y, 1-z$; (iii) $x, -0.5-y, -0.5+z$; (iv) $x, -0.5-y, 0.5+z$; (v) $2.0-x, 0.5+y, 1.5-z$; (vi) $x, 1.0+y, z$; (vii) $1.0-x, 0.5+y, 1.5-z$.

angles in Table 2.* A view of the structure of CsVP_2O_7 along the c axis is shown in Fig. 1.

Related literature. CsVP_2O_7 is isostructural with CsMoP_2O_7 (Lii & Haushalter, 1987).

* Lists of structure factors and anisotropic thermal parameters have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 51798 (11 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1211–1213

Structure Cristalline des Bis(dichromate) de Bismuth et de Thallium et Bis(dichromate) d'Ammonium et de Bismuth

PAR Y. GERAULT, A. RIOU ET Y. CUDENNEC

Laboratoire de Chimie des Matériaux Inorganiques et de Cristallographie, 20, Avenue des Buttes de Coesmes, 35043 Rennes CEDEX, France

(Reçu le 1 décembre 1988, accepté le 17 février 1989)

Abstract. $\text{BiTl}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$, $M_r = 845.3$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 8.310$ (11), $b = 17.092$ (7), $c = 8.645$ (7) Å, $\beta = 91.65$ (4)°, $V = 1227.3$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 4.52$ (1), $D_x = 4.574$ (12) Mg m⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 30.44$ mm⁻¹, $F(000) = 1488$, room temperature, $R = 0.07$ for 1680 reflections. $\text{Bi}(\text{NH}_4)(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$, M_r

0108-2701/89/081211-03\$03.00

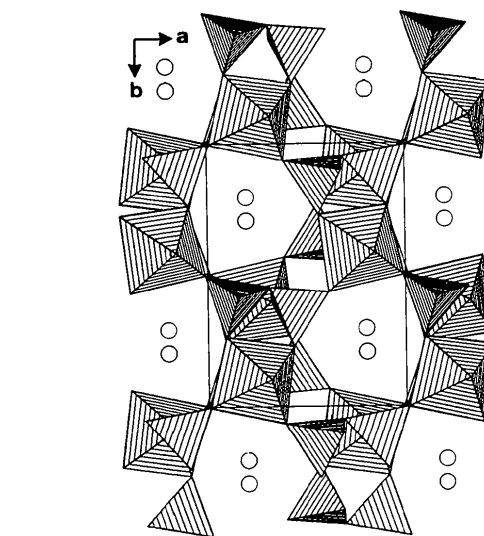


Fig. 1. STRUPL084 drawing (Fischer, 1985) displaying the framework of CsVP_2O_7 , and the tunnels occupied by Cs^+ ions. The c axis is perpendicular to this plane. In this polyhedral representation of the structure, the corners of the octahedra and tetrahedra are O^{2-} ions, the V and P ions are at the center of each octahedron and tetrahedron, respectively, and the circles represent the Cs^+ ions.

We thank Mr Y. S. Wen for helping to collect intensity data.

References

- FISCHER, R. X. (1985). *J. Appl. Cryst.* **18**, 258–262.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 LARSON, A. C., LEE, F. L., LE PAGE, Y. & GABE, E. J. (1986). *The NRC VAX Crystal Structure System*. National Research Council of Canada, Ottawa, Canada.
 LII, K. H. & HAUSHALTER, R. C. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 2036–2038.

© 1989 International Union of Crystallography

= 659.00, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 8.298$ (7), $b = 17.020$ (7), $c = 8.719$ (9) Å, $\beta = 91.53$ (4)°, $V = 1230.8$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 3.52$ (1), $D_x = 3.556$ (9) Mg m⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 17.17$ mm⁻¹, $F(000) = 1208$, room temperature, $R = 0.06$ for 1279 reflections. These structures are isotopic with BiRb(Cr₂O₇)₂. The structure contains [BiO₈] polyhedra linked together by [Cr₂O₇] groups to build complex layers in the ab plane. All the layers are linked by Tl⁺ or NH₄⁺ ions.

Partie expérimentale. Le mode de préparation de ces composés a été publié antérieurement (Lecerf, Cudennec, Riou & Gerault, 1981). Les monocristaux de NH₄Bi(Cr₂O₇)₂ ont été préparés en portant à 277 K environ la solution saturée filtrée obtenue lors de la préparation de ces composés à la température ambiante. Ces cristaux sont rouges de forme prismatique à section pratiquement octogonale. Les monocristaux de TlBi(Cr₂O₇)₂ sont obtenus comme ceux de RbBi(Cr₂O₇)₂ par une lente évaporation à 325 K d'une solution contenant 1 mol de RbBi(Cr₂O₇)₂ et 6 mol de CrO₃. Ces cristaux sont en forme de plaquettes pseudo hexagonales tronquées. Les paramètres ont été affinés sur diffractomètre automatique à partir de 25 réflexions comprises entre 5 et 10° et la masse volumique mesurée par la méthode de la poussée d'Archimède. La similitude des résultats obtenus avec ceux observés dans l'étude du composé du rubidium (Gerault, Riou & Cudennec, 1984), nous a conduit à envisager une isotopie structurale.

Les intensités utilisées dans ces déterminations structurales ont été collectées sur un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 entre 2 et 30°. La stabilité dans le temps a été contrôlée par le suivi de l'évolution de trois réflexions standards ($3\bar{2}0$, $2\bar{2}\bar{1}$, $20\bar{2}$) pour le composé de l'ammonium et ($22\bar{3}$, 242 , 240) pour celui du thallium. Dans le domaine $-10 < h < 10$; $0 < k < 20$; $0 < l < 11$, 2557 réflexions ont été collectées pour le composé de l'ammonium et 2685 pour le composé du thallium. Pour le composé du thallium la variation d'intensité a été inférieure à 1%, par contre pour le composé de l'ammonium, il est apparu un lent noircissement du cristal au cours de l'enregistrement du à la photo sensibilité de ce cristal aux rayons X; il a donc été nécessaire de soumettre les données brutes à une correction de forme parabolique afin de tenir compte de ce phénomène. Ces intensités brutes ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation ainsi que de l'absorption ($6,74 < T < 23,04$). Les dimensions des cristaux utilisés sont de $0,228 \times 0,114 \times 0,114$ mm pour le composé de l'ammonium et de $0,066 \times 0,066 \times 0,150$ mm pour celui du thallium.

La détermination structurale a été conduite sur la base de l'isotypie avec le composé du rubidium. Les calculs ont été effectués sur un ordinateur PDP 11/60 avec la chaîne de programme Enraf-Nonius SDP

Tableau 1. Paramètres atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents de Bi(NH₄)(Cr₂O₇)₂

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B _{eq} (Å ²)
Bi	0,28853 (7)	0,87576 (6)	-0,00355 (8)	1,98 (2)
Cr(1)	0,0837 (3)	0,1840 (2)	0,2120 (3)	2,01 (8)
Cr(2)	0,3700 (3)	0,0525 (2)	0,2703 (4)	1,93 (7)
Cr(3)	0,1656 (3)	0,7045 (2)	0,2381 (3)	2,04 (8)
Cr(4)	0,4092 (3)	0,5584 (2)	0,2061 (3)	1,83 (7)
O(1)	-0,127 (2)	0,756 (1)	-0,077 (2)	2,7 (3)
O(2)	0,234 (2)	0,004 (1)	-0,130 (2)	3,1 (4)
O(3)	0,302 (2)	0,5989 (9)	-0,189 (2)	2,4 (3)
O(4)	0,472 (2)	0,8980 (9)	-0,226 (2)	2,8 (3)
O(5)	0,375 (2)	0,9641 (9)	0,201 (2)	3,1 (4)
O(6)	0,162 (1)	0,1450 (9)	-0,281 (2)	2,7 (3)
O(7)	0,041 (1)	0,919 (1)	0,075 (2)	2,7 (3)
O(8)	0,226 (2)	0,7966 (9)	0,202 (1)	2,6 (3)
O(9)	0,058 (2)	0,705 (1)	0,380 (2)	3,3 (4)
O(10)	0,570 (1)	0,834 (1)	0,096 (2)	2,9 (3)
O(11)	0,112 (1)	0,8404 (9)	-0,204 (2)	2,3 (3)
O(12)	0,374 (2)	0,723 (1)	-0,371 (2)	3,4 (4)
O(13)	0,642 (2)	0,952 (1)	-0,452 (2)	3,4 (4)
O(14)	0,002 (2)	0,014 (1)	-0,342 (2)	3,8 (4)
N	0,249 (2)	0,376 (1)	0,500 (2)	3,6 (6)

Tableau 2. Paramètres atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents de BiTl(Cr₂O₇)₂

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B _{eq} (Å ²)
Bi	0,2879 (1)	0,87642 (5)	-0,0055 (1)	1,39 (2)
Cr(1)	0,0832 (4)	0,1841 (2)	0,2180 (5)	1,25 (7)
Cr(2)	0,3681 (4)	0,0525 (2)	0,2746 (5)	1,35 (7)
Cr(3)	0,1670 (4)	0,7040 (2)	0,2388 (5)	1,42 (7)
Cr(4)	0,4125 (4)	0,5592 (2)	0,2062 (5)	1,33 (7)
O(1)	-0,126 (2)	0,755 (1)	-0,085 (3)	3,0 (4)
O(2)	0,232 (2)	0,0040 (9)	-0,139 (2)	2,4 (4)
O(3)	0,298 (2)	0,600 (1)	-0,192 (2)	1,9 (3)
O(4)	0,467 (2)	0,899 (1)	-0,229 (2)	2,3 (4)
O(5)	0,368 (2)	0,963 (1)	0,209 (2)	3,2 (4)
O(6)	0,166 (2)	0,146 (1)	-0,284 (2)	2,0 (3)
O(7)	0,042 (2)	0,918 (1)	0,071 (2)	2,0 (3)
O(8)	0,227 (2)	0,7953 (9)	0,197 (2)	1,8 (3)
O(9)	0,060 (2)	0,708 (1)	0,384 (2)	3,2 (4)
O(10)	0,568 (2)	0,834 (1)	0,093 (2)	2,2 (4)
O(11)	0,113 (2)	0,840 (1)	-0,211 (2)	2,2 (4)
O(12)	0,377 (3)	0,721 (1)	-0,379 (2)	3,8 (5)
O(13)	0,641 (2)	0,952 (1)	-0,457 (2)	2,5 (4)
O(14)	-0,005 (3)	0,016 (1)	-0,342 (2)	4,0 (5)
Tl	0,2372 (2)	0,37558 (8)	0,5004 (1)	3,09 (3)

(Frenz, 1978), les facteurs de diffusion atomique ont été relevés dans les tables publiées par Cromer & Waber (1965). Pour l'affinement final des 182 variables basé sur une méthode de moindres carrés à matrice totale il a été retenu 1279 réflexions pour le composé de l'ammonium et 1680 réflexions pour celui du thallium considérées comme significatives [$I > \sigma(I)$]. Les valeurs des coefficients de confiance se stabilisent aux valeurs suivantes pour le composé de l'ammonium: $R(F) = 0,06$, $wR = 0,07$, $p = 0,08$, $\Delta/\sigma < 0,01$ et $\Delta\rho < 0,4$ e Å⁻³ et pour celui de thallium: $R(F) = 0,07$, $wR = 0,09$, $p = 0,06$, $\Delta/\sigma < 0,02$ et $\Delta\rho < 0,4$ e Å⁻³; $w = 1/\sigma^2(F)$.

Les valeurs finales des coordonnées atomiques et des coefficients d'agitation thermique équivalents sont consignées dans les Tableaux 1 et 2.*

* 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 51813: 19 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.

Références

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 FRENZ, B. A. (1978). Dans *Computing in Crystallography*, édité par H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 64–71. Delft Univ. Press.
 GERAULT, Y., RIOU, A. & CUDENNEC, Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 220–222.
 LECERF, A., CUDENNEC, Y., RIOU, A. & GERAULT, Y. (1981). *C. R. Acad. Sci.* **292**, 969–972.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1213–1214

trans-Dichlorobis(cyclohexylamine)palladium(II)

BY SANG-OH OH

College of Natural Science, Kyungpook National University, Taegu 635, Korea

AND KOSHIRO TORIUMI* AND KAZUO SAITO†

Institute for Molecular Science, Okazaki National Research Institutes, Okazaki 444, Japan

(Received 16 February 1989; accepted 13 March 1989)

Abstract. [PdCl₂(C₆H₁₃N)₂], $M_r = 375.68$, orthorhombic, *Pnca*, $a = 9.039$ (1), $b = 26.242$ (4), $c = 6.612$ (1) Å, $V = 1568.4$ (4) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.59$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 1.482$ mm⁻¹, $F(000) = 768$, $T = 298$ K, $R = 0.0219$ for 1473 observed reflections [$|F| > 3\sigma(F)$]. The complex molecule is the *trans* isomer of a square-planar structure, and the central Pd^{II} is coordinated by two Cl and two amino N atoms, lying on a center of symmetry.

Experimental. The title compound was prepared by refluxing a methanol solution of dichlorobis(dimethyl sulfoxide)palladium(II) (Price, Williamson, Schramm & Wayland, 1972) and cyclohexylamine at 323 K for 5 to 15 min and setting aside for 2 weeks. A yellow needle crystal with dimensions 0.44 × 0.16 × 0.08 mm was used for X-ray diffractometry; Rigaku AFC-5R diffractometer, graphite-monochromated Mo *K* α radiation; cell dimensions from least-squares fit of 25 reflections with $25 < 2\theta < 30^\circ$. Data collected by ω scans of 3° min^{-1} in ω ; $2\theta_{\text{max}} = 60^\circ$, h 0–12, k –36–36, l 0–9; no significant crystal movement or decay; numerical absorption correction based on Gaussian integration, minimum and maximum transmission factors 0.791, 0.890; 5511 reflections measured, 1473 independent reflections with $|F| > 3\sigma(F)$ observed, $R_{\text{int}} = 0.0155$ for 1348 symmetry-related pairs.

Structure solved by Patterson and Fourier methods; refined (on F) by a block-diagonal least-squares method, 131 parameters; H atoms included with isotropic thermal factors; $R = 0.0219$, $wR = 0.0305$, $S = 1.16$; $w = [\sigma_c^2 + (0.020|F_o|)^2]^{-1}$; max. (shift/ σ) = 0.3; max., min. of ΔF synthesis 0.40 and –0.46 e Å⁻³; atomic f for neutral Pd, Cl, N, C and spherical H, and anomalous-scattering corrections from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); all computer programs from UNICSIII (Sakurai & Kobayashi, 1979) and ORTEP (Johnson, 1965).

Atomic parameters are given in Table 1,† and distances and angles are listed in Table 2. Fig. 1 shows the molecular structure with the atomic numbering scheme.

Related literature. The compound is one of a series of anticancer drugs of *cis*-dichlorodiamineplatinum(II) complexes (Rosenberg, VanCamp, Trosko & Mansour, 1969). Palladium(II) complexes were also found to possess such an activity (Inagaki & Kidani, 1978). One of the authors has synthesized various palladium(II) complexes such as [PdCl(chexa)₂(dmsu)]Cl, [PdCl(cpen)₂(tmsu)]Cl, and others containing nucleic acid

† Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, positional and isotropic thermal parameters of H atoms, and a packing diagram have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 51821 (8 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

* To whom all correspondence should be addressed.

† Present address: Natural Science Building, International Christian University, Osawa, Mitaka-shi, Tokyo 181, Japan.