

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. (1990), C46, 1733-1735

Structure du Chloro(diméthylsulfoxyde)[oxo-5 prolinato(2-)-O,N]platinate(II) de Potassium Oxo-5 Proline Monohydrate*

PAR B. VIOSSAT

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

A. MICHELET

Laboratoire de Chimie Minérale, UFR de Pharmacie, 1 Rue Gaston-Veil, 44035 Nantes CEDEX, France

ET 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 21 janvier 1990, accepté le 5 mars 1990)

Abstract. $\text{K}[\text{PtCl}(\text{C}_5\text{H}_5\text{NO}_3)(\text{C}_2\text{H}_6\text{OS})].\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $M_r = 622.0$, monoclinic $P2_1$, $a = 9.959(2)$, $b = 8.683(3)$, $c = 11.144(3)$ Å, $\beta = 92.98(3)^\circ$, $V = 962.3(8)$ Å³, $Z = 2$, $D_m = 2.08(4)$, $D_x = 2.15$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 7.87$ mm⁻¹, $F(000) = 600$, $T = 294(1)$ K, $R = 0.023$ for 1744 independent observed reflections. The asymmetric unit contains the complex anion $\{\text{PtLCI}[(\text{CH}_2)_2\text{SO}]\}^-$, K^+ cation, LH_2 and water molecule solvates ($\text{LH}_2 = 5\text{-oxoproline}$). The Pt atom exhibits a square-planar coordination with S and Cl atoms in *cis* positions. The amino-acid ligand is coordinated through N and O atoms of the amide function which takes the tautomeric imino-alcohol form. The Pt—N and Pt—O distances are normal [Pt—N = 1.989(6), Pt—O = 2.026(5) Å]. The coordination polyhedron of the K^+ ion comprises three O atoms from the complex anion, two O atoms from 5-oxoproline and one from the water molecule. Several hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

Partie expérimentale. Masse volumique par flottaison. Cristal parallélépipédique: $0,32 \times 0,18 \times 0,05$ mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal

* Ce travail a été réalisé dans le cadre du contrat DR8905 consenti par la Direction de la Recherche du Centre d'Etudes Pharmaceutiques de Châtenay-Malabry (Université de Paris XI).

avec 25 réflexions telles que $7,34 \leq \theta \leq 16,33^\circ$, $0,040 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,692$ Å⁻¹. Balayage $\theta/2\theta$ d'amplitude s ($^\circ$) = $0,75 + 0,35\text{tg}\theta$. $0 \leq h \leq 13$, $0 \leq k \leq 11$, $-14 \leq l \leq 14$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $\bar{4}00$, $\bar{1}\bar{4}\bar{1}$ et $\bar{1}\bar{2}\bar{5}$. $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle) = 0,0047. 2472 réflexions indépendantes mesurées, 728 inobservées [$I < 3\sigma(I)$]. Programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et série de Fourier des ΔF . H non localisés. Affinement basé sur les F , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: x , y , z et β_{ij} de Pt, K, Cl, S, O, N et C.

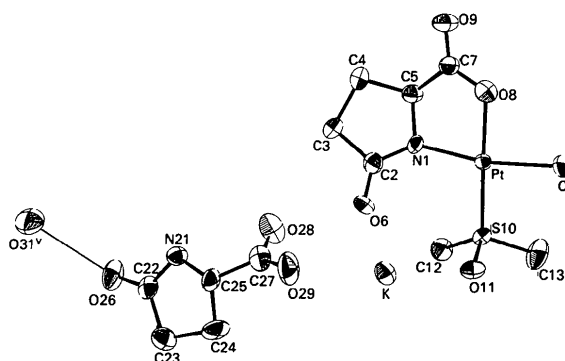


Fig. 1. Dessin des ions et des molécules constituant l'unité asymétrique et numéros attribués aux atomes qu'elle contient. [$(v) - 1 + x, y, z$].

Corrections d'absorption: programme *DIFABS* (Walker & Stuart, 1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,298 et 0,870. $R = 0,023$, $wR = 0,028$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,16$, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,01$, $|\Delta\rho|_{\max} = 0,9$ (1) e \AA^{-3} . Programmes de calcul du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Angles entre les plans moyens: *BP7C* (Ito & Sugawara, 1983). Ordinateur DEC PDP11/44.

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

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
Pt	0,99891 (4)	0,500*	-0,00139 (3)	1,752 (3)
Cl	1,2148 (2)	0,5341 (4)	-0,0614 (2)	3,46 (5)
N(1)	0,8021 (6)	0,4762 (9)	0,0150 (6)	2,1 (2)
C(2)	0,7142 (8)	0,525 (1)	0,0909 (8)	2,9 (2)
C(3)	0,5699 (9)	0,488 (2)	0,0394 (8)	3,6 (2)
C(4)	0,5882 (9)	0,460 (1)	-0,0957 (9)	3,8 (3)
C(5)	0,737 (1)	0,410 (1)	-0,0940 (8)	2,6 (2)
O(6)	0,7353 (7)	0,5897 (8)	0,1904 (6)	3,0 (1)
C(7)	0,8104 (8)	0,4704 (9)	-0,2011 (8)	2,0 (2)
O(8)	0,9337 (6)	0,510 (1)	-0,1765 (5)	2,8 (1)
O(9)	0,7579 (7)	0,4729 (8)	-0,3024 (5)	3,1 (2)
S(10)	1,0699 (2)	0,4846 (3)	0,1876 (2)	1,79 (3)
O(11)	1,0902 (7)	0,6323 (8)	0,2523 (6)	2,7 (1)
C(12)	0,967 (1)	0,366 (1)	0,2736 (9)	3,2 (2)
C(13)	1,225 (1)	0,381 (1)	0,203 (1)	4,1 (3)
N(21)	0,3059 (8)	0,685 (1)	0,4523 (7)	2,4 (1)
C(22)	0,2583 (9)	0,643 (1)	0,5604 (9)	2,5 (2)
C(23)	0,354 (1)	0,693 (2)	0,662 (1)	4,1 (3)
C(24)	0,483 (1)	0,737 (1)	0,5946 (9)	3,7 (2)
C(25)	0,4258 (8)	0,776 (1)	0,4695 (8)	2,5 (2)
O(26)	0,1503 (8)	0,5789 (9)	0,5693 (7)	4,3 (2)
C(27)	0,532 (1)	0,753 (2)	0,3784 (9)	4,1 (2)
O(28)	0,5205 (9)	0,620 (1)	0,3155 (8)	5,1 (2)
O(29)	0,6222 (8)	0,838 (1)	0,3665 (9)	5,8 (2)
O(31)	0,8817 (9)	0,626 (1)	0,4961 (8)	5,3 (2)
K	0,8787 (2)	0,8244 (3)	0,3002 (2)	3,02 (4)

* Coordonnée choisie arbitrairement.

Tableau 2. Longueurs des liaisons et distances K—O (Å) entre l'ion K⁺ et les atomes d'oxygène qui l'entourent, angles des liaisons et angles O—K—O (°) formés par les atomes constituant le polyèdre de coordination de l'ion K⁺

Pt—Cl	2,304 (2)	N(21)—C(25)	1,44 (1)
Pt—S(10)	2,190 (2)	C(22)—C(23)	1,50 (2)
Pt—N(1)	1,989 (6)	C(22)—O(26)	1,22 (1)
Pt—O(8)	2,026 (5)	C(23)—C(24)	1,56 (2)
S(10)—O(11)	1,480 (7)	C(24)—C(25)	1,52 (1)
S(10)—C(12)	1,77 (1)	C(25)—C(27)	1,52 (1)
S(10)—C(13)	1,79 (1)	C(27)—O(28)	1,35 (2)
N(1)—C(2)	1,32 (1)	C(27)—O(29)	1,17 (2)
N(1)—C(5)	1,46 (1)	K—O(6)	2,740 (7)
O(8)—C(7)	1,29 (1)	K—O(8)	2,873 (7)
C(2)—C(3)	1,55 (1)	K—O(11)	2,761 (7)
C(2)—O(6)	1,25 (1)	K—O(26 ^b)	2,669 (9)
C(3)—C(4)	1,54 (1)	K—O(29)	2,699 (8)
C(4)—C(5)	1,54 (1)	K—O(31)	2,78 (1)
C(5)—C(7)	1,52 (1)	O(28)—O(6)	2,63 (1)*
C(7)—O(9)	1,22 (1)	O(31)—O(9 ^{ab})	2,94 (1)*
N(21)—C(22)	1,36 (1)	O(31)—O(26 ^c)	2,79 (1)*
Cl—Pt—S(10)	91,58 (8)	C(22)—N(21)—C(25)	110,6 (7)
Cl—Pt—N(1)	168,3 (2)	N(21)—C(22)—C(23)	110,6 (8)
Cl—Pt—O(8)	88,4 (2)	N(21)—C(22)—O(26)	122,7 (9)
S(10)—Pt—N(1)	100,1 (2)	C(23)—C(22)—O(26)	127 (1)
S(10)—Pt—O(8)	178,9 (3)	C(22)—C(23)—C(24)	102,3 (8)
N(1)—Pt—O(8)	79,9 (3)	C(23)—C(24)—C(25)	102,7 (8)
Pt—S(10)—O(11)	116,4 (3)	N(21)—C(25)—C(24)	105,4 (8)
Pt—S(10)—C(12)	113,0 (3)	N(21)—C(25)—C(27)	116,1 (8)
Pt—S(10)—C(13)	111,1 (4)	C(24)—C(25)—C(27)	110,1 (8)
O(11)—S(10)—C(12)	108,0 (5)	C(25)—C(27)—O(28)	115 (1)
O(11)—S(10)—C(13)	106,9 (5)	C(25)—C(27)—O(29)	124 (1)
C(12)—S(10)—C(13)	100,1 (5)	O(28)—C(27)—O(29)	122 (1)
Pt—N(1)—C(2)	135,8 (6)	O(6)—K—O(8)	122,7 (2)
Pt—N(1)—C(5)	111,1 (5)	O(6)—K—O(11)	81,3 (2)
C(2)—N(1)—C(5)	112,2 (7)	O(6)—K—O(26 ^b)	142,2 (2)
Pt—O(8)—C(7)	116,5 (5)	O(6)—K—O(29)	71,1 (3)
N(1)—C(2)—C(3)	112,2 (7)	O(6)—K—O(31)	82,8 (3)
N(1)—C(2)—O(6)	109,3 (8)	O(8)—K—O(11)	74,0 (2)
C(3)—C(2)—O(6)	128,7 (8)	O(8)—K—O(26 ^b)	83,6 (2)
C(3)—C(2)—O(9)	122,0 (8)	O(8)—K—O(29)	139,0 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	103,8 (7)	O(8)—K—O(31)	138,0 (2)
C(3)—C(4)—C(5)	101,1 (7)	O(11)—K—O(26 ^b)	135,3 (3)
N(1)—C(5)—C(7)	106,5 (8)	O(11)—K—O(29)	145,3 (3)
N(1)—C(5)—C(2)	107,9 (7)	O(11)—K—O(31)	78,5 (3)
C(4)—C(5)—C(7)	113,2 (8)	O(26 ^b)—K—O(29)	71,5 (3)
O(8)—C(7)—C(5)	114,5 (7)	O(26 ^b)—K—O(31)	94,7 (3)
O(8)—C(7)—O(9)	123,3 (8)	O(29)—K—O(31)	77,5 (3)
C(5)—C(7)—O(9)	122,1 (8)		

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

* Liaison hydrogène.

Lorsqu'on remplace les coordonnées x, y, z de chacun des atomes respectivement par $1 - x, 1 - y$ et $1 - z$, on obtient, pour le facteur R , une valeur significativement plus élevée que celle indiquée ci-dessus. Ce résultat confirme la configuration S des atomes de carbone asymétriques présents dans l'anion et dans la molécule solvate d'oxo-5 proline.

La Fig. 1 représente le contenu de l'unité asymétrique et indique les numéros attribués aux atomes qu'elle contient. La Fig. 2 est une vue stéréoscopique de la structure. Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes

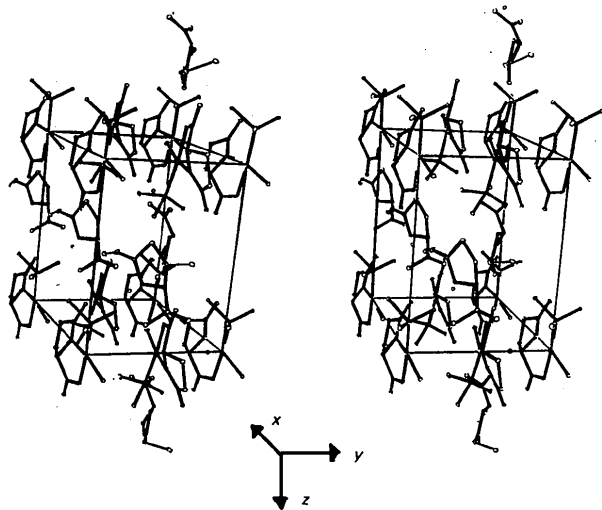


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure: b va de la gauche vers la droite, c du haut vers le bas et a de l'avant vers l'arrière de la feuille de papier.

équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1.* Les longueurs des liaisons, les angles valenciels, les distances K—O entre l'ion K^+ et les atomes d'oxygène qui constituent son polyèdre de coordination et les angles O—K—O formés par les atomes de ce polyèdre sont rapportés dans le Tableau 2.

Littérature associée. Structure cristalline et moléculaire de l'acide pyroglutamique (oxo-5 proline) (Pattabhi & Venkatesan, 1974). Ce mémoire décrit le racémique. Structure cristalline et moléculaire de l'allo-hydroxy-4 L-proline dihydrate (Shamala, Guru Row & Venkatesan, 1976). Structure de l'acide L-pyroglutamique (van Zoeren, Oonk & Kroon, 1978). Tétrabis(oxo-5 proline)platinate(II) de potassium] pentahydrate (Viossat, Rodier, Nguyen Huy Dung & Guillard, 1986). Diaquabis(oxo-5 proline)zinc(II) (Rodier, Céolin, Plat & Zumbihl, 1990). Bis(oxo-5 proline)platinate(II) de sodium dihydrate (Viossat, Khodadad & Rodier, 1990). Structure cristalline et moléculaire du diméthylsulfoxyde (Thomas, Shoemaker & Ericks, 1966). Trichloro(diméthylsulfoxyde)platinate(II) de bis(propanediamine-1,3-*N,N'*)-platine(II) (2/1) (Viossat, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1988). Structure cristalline et moléculaire du bis[μ -(oxo-5 proline-*N*¹,*O*⁵)]-bis[chloro(diméthyl-

sulfoxyde)platine(II)] trihydrate (Viossat, Khodadad, Rodier & Guillard, 1990).

Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. 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.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *BP7C*. The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- 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.
- PATTABHI, V. & VENKATESAN, K. (1974). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1085–1089.
- RODIER, N., CÉOLIN, R., PLAT, M. & ZUMBIHL, H. (1990). *Acta Cryst. C46*, 324–326.
- SHAMALA, N., GURU ROW, T. N. & VENKATESAN, K. (1976). *Acta Cryst. B32*, 3267–3270.
- THOMAS, R., SHOEMAKER, C. B. & ERICKS, K. (1966). *Acta Cryst. 12*–20.
- VIOSSAT, B., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1990). *Acta Cryst. C46*. A paraître.
- VIOSSAT, B., KHODADAD, P., RODIER, N. & GUILLARD, O. (1990). *Acta Cryst. C46*, 894–896.
- VIOSSAT, B., RODIER, N., NGUYEN HUY DUNG & GUILLARD, O. (1986). *Acta Cryst. C42*, 659–662.
- VIOSSAT, B., TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1988). *Acta Cryst. C44*, 92–94.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst. A39*, 159–166.
- ZOEREN, E. VAN, OONK, H. A. J. & KROON, J. (1978). *Acta Cryst. B34*, 1898–1900.

Acta Cryst. (1990). **C46**, 1735–1737

Structure of Chloro[(1,2,3,4,5- η)-cyclooctadienyl]hydridobis(triphenylphosphine)-rhenium Acetone Solvate

BY P. CHARPIN, M. NIERLICH, D. VIGNER, M. LANCE AND M. EPHRITIKHINE

CEN/Saclay, DLPC/SCM URA 331 CNRS, 91191 Gif sur Yvette CEDEX, France

(Received 30 March 1989; accepted 12 December 1989)

Abstract. $[Re(Cl)(H)(C_8H_{11})(C_{18}H_{15}P)_2].C_3H_6O$, $M_r = 912.5$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 20.287$ (3), $b = 9.866$ (3), $c = 22.194$ (5) Å, $\beta = 113.70$ (2)°, $V = 4067$ (3) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.490$ g cm⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 32.05$ cm⁻¹, $F(000) = 1840$, $T = 295$ K, final $R = 0.039$ for 2361 unique observed reflections. The Re, which has no imposed symmetry,

is coordinated to one Cl, one H, two P and five C of the cyclooctadienyl. The five metal-bonded C atoms are planar within ± 0.05 (2) Å and parallel to the P(1)—P(2)—Cl plane [dihedral angle 2(1)°]. The Re lies 1.60 (1) and 1.39 (1) Å from the C₅ plane and the P₂Cl plane respectively. The C₈ ring takes up a diplanar conformation with C(55), C(56) and C(57)