

118·4 (4)°; Bradbury, Hampton, Martone & Maverick, 1989; Maverick, Ivie, Waggenpack & Fronczek, 1990] and the range of arene-CH<sub>2</sub>-arene angles in ten diarylmethane structures (112·5–119·2°; Barnes, Paton, Damewood & Mislow, 1981).

Acknowledgement is made to the Donors of the Petroleum Research Fund, administered by the American Chemical Society, for support of this research.

#### References

- ADAMS, R. P., ALLEN, H. C. JR, RYCHLEWSKA, U. & HODGSON, D. J. (1986). *Inorg. Chim. Acta*, **119**, 67–74.
- AUF DER HEYDE, T. P. & NASSIMBENI, L. R. (1984). *Acta Cryst.* **B40**, 582–590.
- BARNES, J. C., PATON, J. D., DAMEWOOD, J. R. JR & MISLOW, K. (1981). *J. Org. Chem.* **46**, 4975–4979.
- BELFORD, R. C. E., FENTON, D. E. & TRUTER, M. R. (1974). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 17–24.
- BELFORD, R. L., CHASTEEN, N. D., HITCHMAN, M. L., HON, P.-K., PFLUGER, C. E. & PAUL, I. C. (1969). *Inorg. Chem.* **8**, 1312–1319.
- BERRY, R. S. (1960). *J. Chem. Phys.* **32**, 933–938.
- BRADBURY, J. R., HAMPTON, J. L., MARTONE, D. P. & MAVERICK, A. W. (1989). *Inorg. Chem.* **28**, 2392–2399.
- COLEMAN, J. E. & GETTINS, P. (1983). *Adv. Enzymol.* **55**, 381–452.
- 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 2.2.B. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- FRENZ, B. A. (1985). *Enraf-Nonius SDP/VAX Structure Determination Package*. Version 3.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- LIPPERT, E. L. & TRUTER, M. R. (1960). *J. Chem. Soc.* pp. 4996–5006.
- MAVERICK, A. W., BUCKINGHAM, S. C., YAO, Q., BRADBURY, J. R. & STANLEY, G. G. (1986). *J. Am. Chem. Soc.* **108**, 7430–7431.
- MAVERICK, A. W., IVIE, M. L. & FRONCZEK, F. R. (1990). *J. Coord. Chem.* In the press.
- MAVERICK, A. W., IVIE, M. L., WAGGENPACK, J. H. & FRONCZEK, F. R. (1990). *Inorg. Chem.* **29**, 2403–2409.
- MONTGOMERY, H. & LINGAFELTER, E. C. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 748–752.
- SOLANS, X., FONT-ALTABA, M., BRIANSO, J. L., LLOBET, A., TEIXIDOR, F. & CASABO, J. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1512–1514.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 2062–2065

## Bis(oxo-5 proline)platinate(II) de Sodium Dihydrate\*

PAR B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie minérale, UFR de Médecine et de Pharmacie, 34 Rue du Jardin des Plantes,  
86034 Poitiers 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 12 juillet 1989, accepté le 19 janvier 1990)

**Abstract.** Na<sup>+</sup>[Pt(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)<sub>2</sub>]<sup>-</sup>·2H<sub>2</sub>O, *M<sub>r</sub>* = 509·3, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>, *a* = 4·1665 (7), *b* = 10·770 (2), *c* = 16·139 (2) Å, β = 90·08 (1)°, *V* = 724·2 (3) Å<sup>3</sup>, *Z* = 2, *D<sub>x</sub>* = 2·34 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Mo *K*α) = 0·7107 Å, μ = 9·86 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 484, *T* = 294 (1) K, *R* = 0·036 for 1903 independent reflections. The Pt atom displays square-planar coordination. It is linked to two 5-oxoproline molecules. The anion is almost planar and its geometry is similar to that of the same anion in the potassium compound previously described [Viossat, Rodier, Nguyen-Huy Dung &

Guillard (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 659–662]. The amide function takes the tautomeric iminoalcohol form. The Na<sup>+</sup> cation, the two water molecules and two O atoms of the anion are subjected to statistical disorder. Each of them may occupy two positions with an occupancy factor of 50%. There is a relationship between occupied sites. O atoms coordinated to the Na<sup>+</sup> ion build either a distorted octahedron or a trigonal bipyramid. Numerous interatomic distances O(water)···O show evidence for hydrogen bonds.

\* Ce travail a été réalisé dans le cadre du contrat DR89-05 consenti par la Direction de la Recherche du Centre d'Etudes pharmaceutiques de Châtenay-Malabry (Université de Paris XI).

**Introduction.** L'étude structurale du bis(oxo-5 proline)platinate(II) de sodium dihydrate a été entreprise dans le cadre de la préparation et de l'étude des

composés de coordination formés par le platine avec l'acide pyroglutamique (oxo-5 proline). Elle fait suite à celle du tétra[bis(oxo-5 proline)platinate(II) de potassium] pentahydrate (Viossat, Rodier, Nguyen Huy Dung & Guillard, 1986). Le produit utilisé a été obtenu en chauffant pendant trois heures, vers 330 K, une solution aqueuse de  $K_2PtCl_4$  (1 mmol) additionnée d'un large excès d'acide pyroglutamique (6 mmol). On maintient le milieu réactionnel au voisinage de la neutralité en ajoutant du carbonate de sodium. L'évaporation lente de la solution aqueuse donne des cristaux qui sont lavés à l'éthanol.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique:  $0,135 \times 0,110 \times 0,075$  mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que  $6,99 \leq \theta \leq 16,83^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,050 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,703 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $0 \leq h \leq 5$ ,  $0 \leq k \leq 15$ ,  $-22 \leq l \leq 22$ . Réflexions de contrôle de l'intensité: 104, 135 et 006. Variations non significatives de  $I$  au cours des mesures.  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0049. 2195 réflexions indépendantes mesurées, 292 inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982), H liés à C(3), C(4), C(5), C(13), C(14) et C(15): positions calculées; autres H: non localisés. Corrections d'absorption empiriques (Walker & Stuart, 1983); valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,086 et 0,692. Affinement basé sur les  $F$ , programme à matrice entière. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigés de  $f'$  et de  $f''$ .  $R = 0,036$ ,  $wR = 0,041$ ,  $w = 1$  pour toutes les réflexions,  $S = 1,94$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,20$ ,  $|\Delta\rho|_{\max} = 3,1 (2) \text{ e \AA}^{-3}$ . Le pic résiduel le plus important est situé à  $0,62 \text{ \AA}$  de l'atome de platine. Le suivant correspond à une densité de  $1,1 (2) \text{ e \AA}^{-3}$ . Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Figs. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976). Ordinateur DEC PDP11/44.

Les études préliminaires (diagrammes d'oscillation et de Weissenberg) et la mesure des intensités ont fait intervenir plusieurs monocristaux issus de deux préparations. Tous sont de qualité très médiocre. Cela se traduit, pour chacun des paramètres cristallins, par un ensemble de valeurs dont la dispersion est inhabituelle. Ainsi, celles trouvées pour l'angle  $\beta$  vont de  $90,08 (1)$  à  $90,44 (4)^\circ$ . Toutefois, cette dispersion ne permet pas d'envisager la symétrie orthorhombique car les réflexions qui, dans cette hypothèse, deviendraient équivalentes, ont, le plus souvent, des intensités très inégales.

Na, O(6), O(19), O(20) et O(21) occupent chacun deux positions en désordre statistique. Les atomes présents sur ces deux positions sont désignés de la même façon; ils se distinguent par un prime affecté au symbole de l'un d'eux: Na et Na', O(6) et O'(6),....

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

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (abc\cos\gamma)\beta_{12} + (accos\beta)\beta_{13} + (bccos\alpha)\beta_{23}].$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$ ( $\text{\AA}^2$ )
Pt	0,1017 (1)	0,25*	0,26727 (2)	2,147 (5)
Na	-0,133 (3)	-0,170 (1)	0,5252 (7)	3,0 (2)
Na'	-0,270 (3)	0,144 (1)	0,5714 (9)	3,8 (3)
N(1)	0,194 (4)	0,343 (1)	0,1667 (8)	4,0 (3)
C(2)	0,243 (4)	0,332 (2)	0,0881 (9)	4,0 (3)
C(3)	0,323 (5)	0,449 (2)	0,044 (1)	5,2 (4)
C(4)	0,311 (7)	0,543 (2)	0,112 (1)	6,7 (5)
C(5)	0,400 (6)	0,458 (2)	0,188 (2)	6,8 (6)
O(6)	0,093 (5)	0,239 (3)	0,047 (1)	4,2 (4)
O'(6)	0,317 (7)	0,231 (3)	0,053 (1)	6,4 (7)
C(7)	0,253 (5)	0,504 (2)	0,271 (1)	4,3 (4)
O(8)	0,204 (2)	0,416 (1)	0,3218 (6)	3,1 (2)
O(9)	0,305 (3)	0,614 (1)	0,2915 (8)	4,7 (3)
N(11)	-0,024 (3)	0,078 (1)	0,2302 (8)	2,8 (2)
C(12)	0,067 (3)	0,010 (1)	0,1744 (8)	2,6 (2)
C(13)	-0,057 (4)	-0,125 (2)	0,190 (1)	4,3 (4)
C(14)	-0,152 (5)	-0,123 (2)	0,284 (1)	5,1 (4)
C(15)	-0,212 (3)	0,016 (1)	0,2955 (8)	2,5 (2)
O(16)	0,219 (3)	0,030 (1)	0,1088 (7)	4,9 (3)
C(17)	-0,130 (4)	0,068 (2)	0,379 (1)	3,7 (3)
O(18)	0,008 (3)	0,177 (1)	0,3789 (6)	3,7 (2)
O(19)	-0,129 (6)	-0,002 (2)	0,440 (1)	3,6 (4)
O'(19)	-0,282 (6)	0,035 (2)	0,444 (1)	4,2 (5)
O(20)	0,307 (5)	-0,155 (2)	0,506 (1)	3,7 (4)
O'(20)	0,436 (5)	-0,167 (2)	0,526 (1)	3,6 (4)
O(21)	0,154 (4)	0,149 (2)	0,564 (1)	2,9 (4)
O'(21)	0,288 (5)	0,119 (2)	0,557 (2)	3,9 (5)

\* Coordonnée choisie arbitrairement.

Les taux d'occupation trouvés pour tous ces sites diffèrent de 0,50 de moins de 0,03. Compte tenu des incertitudes, ils ont tous été pris égaux à 0,50.

**Discussion.** Les coordonnées atomiques relatives sont rapportées dans le Tableau 1,\* les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2. L'unité asymétrique contient un anion  $(PtL_2H)^-$ , ( $LH_2 =$  acide pyroglutamique), un cation  $Na^+$  et deux molécules d'eau. Sur les Fig. 1 et 2 qui représentent respectivement une vue de l'anion et une vue stéréoscopique de la structure, les atomes d'oxygène présents sur deux positions n'apparaissent qu'une seule fois. Sur la Fig. 2, les positions retenues pour ces atomes sont les positions compatibles avec celles qui ont été choisies pour Na et Na'. Les numéros des atomes de l'anion sont indiqués sur la Fig. 1. Les atomes des molécules d'eau portent les numéros 20 et 21.

La géométrie de l'anion ne diffère guère de celle de son homologue dans le tétra[bis(oxo-5 proline)-

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des distances des atomes de l'anion au plan moyen défini par les atomes d'azote et d'oxygène liés à l'atome de platine et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52985: 14 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

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

Pt—N(1)	1,94 (1)	C(5)—C(7)	1,56 (3)
Pt—O(8)	2,04 (1)	C(7)—O(8)	1,27 (2)
Pt—N(11)	2,01 (1)	C(7)—O(9)	1,24 (2)
Pt—O(18)	2,01 (1)	N(11)—C(12)	1,22 (2)
Na—O(8')	2,65 (1)	N(11)—C(15)	1,48 (2)
Na—O(18')	2,33 (2)	C(12)—C(13)	1,56 (2)
Na—O(19)	2,26 (2)	C(12)—O(16)	1,25 (2)
Na—O'(19)	2,63 (3)	C(13)—C(14)	1,57 (3)
Na—O(20 <sup>h</sup> )	2,36 (2)	C(14)—C(15)	1,53 (2)
Na—O'(20)	2,37 (2)	C(15)—C(17)	1,50 (2)
Na—O(21')	2,43 (2)	C(17)—O(18)	1,30 (2)
Na—O'(21')	2,71 (3)	C(17)—O(19)	1,24 (3)
Na—O(9')	2,24 (2)	C(17)—O'(19)	1,28 (3)
Na—O(19)	2,70 (3)	O(20)—O(18')	2,91 (2)*
Na—O'(19)	2,37 (3)	O(20)—O(19)	2,67 (3)*
Na—O(20 <sup>h</sup> )	2,51 (3)	O(20)—O'(19 <sup>h</sup> )	2,85 (3)*
Na—O'(20 <sup>h</sup> )	2,67 (3)	O'(20)—O(18')	2,93 (2)*
Na—O(21 <sup>h</sup> )	2,40 (2)	O'(20)—O(19 <sup>h</sup> )	2,89 (3)*
Na—O'(21)	2,35 (2)	O'(20)—O'(19 <sup>h</sup> )	2,80 (3)*
N(1)—C(2)	1,29 (2)	O'(20)—O'(21')	2,90 (3)*
N(1)—C(5)	1,55 (3)	O(21)—O(19)	2,84 (3)*
C(2)—C(3)	1,48 (3)	O(21)—O'(19)	2,93 (3)*
C(2)—O(6)	1,35 (3)	O'(21)—O(9')	2,98 (3)*
C(2)—O'(6)	1,27 (3)	O'(21)—O(19)	2,87 (3)*
C(3)—C(4)	1,50 (3)	O'(21)—O'(19 <sup>h</sup> )	2,71 (3)*
C(4)—C(5)	1,57 (3)	O'(21)—O'(20 <sup>h</sup> )	2,90 (3)*
N(1)—Pt—O(8)	82,5 (5)	C(5)—C(7)—O(9)	118 (2)
N(1)—Pt—N(11)	106,0 (5)	O(8)—C(7)—O(9)	125 (2)
N(1)—Pt—O(18)	172,3 (5)	Pt—O(8)—C(7)	114 (1)
O(8)—Pt—N(11)	171,3 (4)	Pt—N(11)—C(12)	134 (1)
O(8)—Pt—O(18)	89,9 (4)	Pt—N(11)—C(15)	110,2 (9)
N(11)—Pt—O(18)	81,5 (5)	C(12)—N(11)—C(15)	115 (1)
Pt—N(1)—C(2)	144 (1)	N(11)—C(12)—C(13)	110 (1)
Pt—N(1)—C(5)	110 (1)	N(11)—C(12)—O(16)	132 (2)
C(2)—N(1)—C(5)	101 (2)	C(13)—C(12)—O(16)	118 (1)
N(1)—C(2)—C(3)	116 (2)	C(12)—C(13)—C(14)	103 (1)
N(1)—C(2)—O(6)	118 (2)	C(13)—C(14)—C(15)	100 (1)
N(1)—C(2)—O'(6)	124 (2)	N(11)—C(15)—C(14)	106 (1)
C(3)—C(2)—O(6)	120 (2)	N(11)—C(15)—C(17)	110 (1)
C(3)—C(2)—O'(6)	117 (2)	C(14)—C(15)—C(17)	116 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	102 (2)	C(15)—C(17)—O(18)	116 (1)
C(3)—C(4)—C(5)	99 (2)	C(15)—C(17)—O(19)	119 (2)
N(1)—C(5)—C(4)	100 (2)	C(15)—C(17)—O'(19)	121 (2)
N(1)—C(5)—C(7)	103 (2)	O(18)—C(17)—O(19)	123 (2)
C(4)—C(5)—C(7)	113 (2)	O(18)—C(17)—O'(19)	118 (2)
C(5)—C(7)—O(8)	112 (2)	Pt—O(18)—C(17)	116,3 (9)

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

\* Les distances susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène sont signalées par une astérisque: elles ont été retenues lorsqu'elles sont inférieures à 3,00 Å.

platinate(II) de potassium] pentahydrate (Viostat *et al.*, 1986). L'atome de platine a un environnement de type plan-carré. Il est lié à chacune des molécules d'acide pyroglutamique par l'intermédiaire de l'atome d'azote amidique et par l'un des atomes d'oxygène du groupement carboxylique. Le quadrilatère N(1)O(8)N(11)O(18) formé par ces atomes est plan. Le paramètre  $\chi^2$  relatif à son plan moyen (plan  $\pi$ ) est égal à 0. Pt est à 0,026 (1) Å du plan  $\pi$  dont les autres atomes sont éloignés au plus de 0,50 Å à l'exception de O'(6) [0,69 (3) Å], de O(16) [0,97 (1) Å] et de O'(19) [0,65 (2) Å]. L'anion (PtL<sub>2</sub>H)<sup>-</sup> est donc grossièrement plan.

N(1), C(2), C(7), N(11), C(12) et C(17) présentent l'hybridation  $sp^2$ . Les distances N(1)—C(2) [1,29 (2) Å] et N(11)—C(12) [1,22 (2) Å] indiquent que la fonction amide est sous la forme tautomère imino-alcool, tandis que la comparaison de C(2)—O(6) [1,35 (3) Å] et de C(12)—O(16) [1,25 (2) Å] suggère que, lors de la formation de l'anion, O(6) conserve son proton et O(16) perd le sien. Ces distances montrent aussi qu'il existe sur N(1)—C(2)—O(6) [ou sur N(1)—C(2)—O'(6)] et sur N(11)—C(12)—O(16) des orbitales délocalisées. Les longueurs trouvées pour certaines liaisons s'écartent des valeurs communément admises ou présentent une dispersion importante. C'est le cas, par exemple, pour N(1)—C(5) et pour les liaisons  $Csp^3-Csp^3$  et  $Csp^2-Csp^3$ . La première mesure 1,55 (3) Å, les longueurs des secondes sont comprises entre 1,50 (3) et 1,57 (3) Å et celles des troisièmes entre 1,48 (3) et 1,56 (3) Å. Toutefois, en raison des erreurs dont elles sont entachées, toutes sont compatibles, à une exception près, avec les longueurs de leurs homologues respectives dans le tétra[bis(oxo-5 proline)platinate(II) de potassium] pentahydrate déjà cité. L'exception concerne Pt—N(1) [1,94 (1) Å]. Celle-ci paraît anormalement courte si on la compare à Pt—N(11) [2,01 (1) Å] et aux distances Pt—N

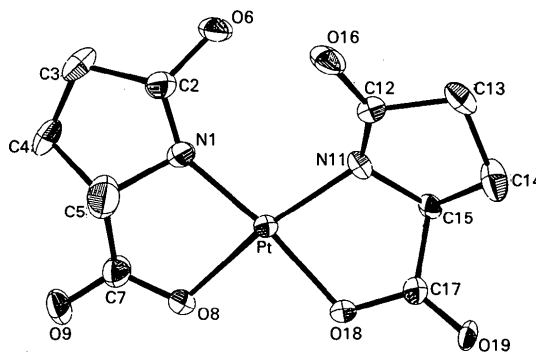


Fig. 1. Dessin de l'anion [Pt(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)]<sup>-</sup> et numéros attribués à ses atomes. Une seule position est représentée pour chacun des atomes O(6) et O(19).

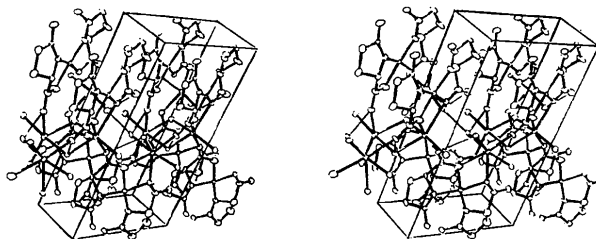


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure. Pour les atomes d'oxygène présents sur deux sites, les positions représentées sont les plus probables, compte tenu des positions choisies pour Na et Na'. L'origine est à l'arrière, en bas et à gauche de la figure, b est horizontal, a est dirigé vers l'avant et c vers le haut.

rencontrées dans le *cis*-dichloro(diméthylsulfoxyde)(picoline-2)platine(II) (Melanson & Rochon, 1977) [2,06 (1) Å] et dans le trichloro(diméthylsulfoxyde)platinate(II) de bis(propanediamine-1,3-*N,N'*)-platine(II) (2/1) (Viossat, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1988) [2,04 (1) et 2,06 (1) Å].

Le long de la droite  $\text{Na}\cdots\text{Na}^{\text{iv}}$  [(iv): 1 +  $x$ ,  $y$ ,  $z$ ], ou dans son voisinage immédiat, on rencontre successivement, dans le sens où  $x$  croît, les positions ...O(20<sup>ii</sup>), O'(20<sup>ii</sup>), Na, O(20), O'(20), Na<sup>iv</sup>, O(20<sup>iv</sup>), O'(20<sup>iv</sup>), .... Les distances Na—O(20) [1,87 (2) Å] et Na—O'(20<sup>ii</sup>) [1,80 (2) Å] interdisent l'occupation de O(20) et de O'(20<sup>ii</sup>) lorsque l'atome de sodium est présent et inversement. Dans cette direction, Na peut avoir pour proches voisins O(20<sup>ii</sup>) et O'(20) qui en sont distants respectivement de 2,36 (2) et de 2,37 (2) Å. Mais si O'(20) est occupé, Na<sup>iv</sup> est vide. Dans cette hypothèse, on rencontre ensuite des atomes sur O(20<sup>iv</sup>), Na<sup>vii</sup> et O'(20<sup>vii</sup>) [(vii): 2 +  $x$ ,  $y$ ,  $z$ ]. O(19) et O'(19) ne peuvent être occupées simultanément. Il en est de même pour O(21<sup>i</sup>) et O'(21<sup>i</sup>) distants seulement de 0,65 (3) Å. L'environnement de Na comprend donc les atomes d'oxygène présents sur O(20<sup>ii</sup>), O'(20), O(8<sup>i</sup>), O(18<sup>i</sup>), O(19) ou O'(19), O(21<sup>i</sup>) ou O'(21<sup>i</sup>), soit six atomes qui réalisent un octaèdre déformé. Les distances Na—O(19) [2,26 (2) Å] et Na—O(21<sup>i</sup>) [2,43 (2) Å] sont plus courtes respectivement que Na—O'(19) [2,63 (3) Å] et Na—O'(21<sup>i</sup>) [2,71 (3) Å]. Elles sont donc associées à des interactions plus fortes que les dernières. Autrement dit, dans le voisinage de Na, la présence d'un atome d'oxygène est plus probable en O(19) et en O(21<sup>i</sup>) qu'en O'(19) et en O'(21<sup>i</sup>).

Le même raisonnement peut être répété à propos de Na'. Le long de la droite  $\text{Na}'\cdots\text{Na}'^{\text{iv}}$  ou dans son voisinage et dans le sens où  $x$  est croissant, se trouvent les positions ...O(21<sup>ii</sup>), O'(21<sup>ii</sup>), Na', O(21), O'(21), Na<sup>iv</sup>, .... Si Na' est occupé, O'(21<sup>ii</sup>) et O(21)

sont vides [ $\text{Na}'\cdots\text{O}'(21^{\text{ii}}) = 1,87 (2) \text{ \AA}$  et  $\text{Na}'\cdots\text{O}(21) = 1,77 (2) \text{ \AA}$ ]. Donc, l'atome de Na a pour proches voisins O(21<sup>ii</sup>) et O'(21) qui en sont distants, le premier de 2,40 (2) Å et le second de 2,35 (2) Å. Autour de Na', on trouve aussi les atomes d'oxygène présents sur O(9<sup>i</sup>), O(19) ou O'(19), O(20<sup>iii</sup>) ou O'(20<sup>iii</sup>). L'ensemble réalise une bipyramide à base trigonale dont les sommets sont O(21<sup>ii</sup>) et O'(21). La comparaison de  $\text{Na}'\cdots\text{O}'(19)$  [2,37 (3) Å] et de  $\text{Na}'\cdots\text{O}(20^{\text{iii}})$  [2,51 (3) Å] avec respectivement  $\text{Na}'\cdots\text{O}(19)$  [2,70 (3) Å] et  $\text{Na}'\cdots\text{O}'(20^{\text{iii}})$  [2,67 (3) Å] indique que, dans l'entourage de Na', les occupations de O'(19) et de O(20<sup>iii</sup>) sont plus probables que celles de O(19) et de O'(20<sup>iii</sup>).

De nombreuses distances interatomiques intermoléculaires O $\cdots$ O sont susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène. Toutes font intervenir au moins un atome d'oxygène d'une molécule d'eau. Elles ont été rapportées dans le Tableau 2 lorsqu'elles sont inférieures à 3,00 Å.

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, E.-U.  
*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, E.-U.  
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. 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.  
 MELANSON, R. & ROCHON, F. D. (1977). *Acta Cryst.* B33, 3571–3573.  
 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.

*Acta Cryst.* (1990). C46, 2065–2068

## Structure of Bis(amidinothiourea)palladium Chloride

BY KINKINI CHAKRABARTY, T. KAR AND S. P. SEN GUPTA

*Department of Materials Science, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta – 700032, India*

(Received 1 March 1987; accepted 5 February 1990)

**Abstract.**  $[\text{Pd}(\text{SC}_2\text{N}_4\text{H}_6)_2]\text{Cl}_2 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 440.64$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 9.401 (2)$ ,  $b = 13.540 (2)$ ,  $c = 12.172 (2) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 101.15 (1)^\circ$ ,  $V = 1520.1 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $D_x = 1.925 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $Z = 4$ ,  $F(000) = 876$ ,  $\text{Mo K}\alpha$ ,  $\lambda =$

$0.7107 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 1.83 \text{ mm}^{-1}$ , room temperature,  $R = 0.065$  for 2582 observed reflections. The structure analysis has shown that the Pd atom is *cis*-planar coordinated by two S and two N atoms from two