

$C2/m$ was established by Mizuno, Ukei & Sugawara (1959) and Mizuno (1960).]

Fig. 2 presents a view of the environment of a (central) bromine in the bromide structure up to 3.5 Å from bromine, with those atoms lying within 3.2 Å of bromine being connected to it by sight lines. This figure clearly shows that, contrary to Stroganov *et al.* (1961), there is no O atom in this structure within 2.84 Å of the bromine but that there are seven O atoms lying within 3.5 Å rather than two as stated by those authors. The pattern of the remaining bromine–oxygen distances reported there is also quite different. Moreover, their value for Co—O(1) (2.24 Å) is too large, while their value for Co—Br (2.49 Å) is too small.

So far as we are aware, the first documentation concerning the isomorphism of these cobalt bromide and chloride hexahydrates was provided in a private communication from G. C. Verschoor cited by Metselaar & De Klerk (1973). They reported that at room temperature the cell dimensions of the monoclinic bromide salt are $a = 11.029$, $b = 7.178$ and $c = 6.908$ Å (each estimated to be accurate to one part per thousand) with $\beta = 124.71$ (4)°. It will be noted that these values are in good agreement with the values reported here, deviating typically by slightly more than the combined uncertainties. Prior to this report of Metselaar & De Klerk (1973), and remarkably, after it as well, the isomorphism was apparently merely assumed or misderived from the report of Stroganov *et al.* (1961) notwithstanding their explicit assertion of the lack of isomorphism. As a consequence of the invariable assessment that the chloride and bromide are isomorphic, no alterations to the conclusions of the numerous papers on the magnetic properties of cobalt bromide hexa-

hydrate (beginning with the report of antiferromagnetism in this salt by Forstat, Taylor & Spence, 1959) are required. This is rather surprising since the sole published structural study was incorrect.

We thank Dr Trueblood for providing a copy of the program *THMA11*. Partial support of this research through the purchase of the diffractometer system by NIH Grant #1-S10-RR02707-01 is gratefully acknowledged.

References

- BLACKBURN, A. C., GALLUCCI, J. C. & GERKIN, R. E. (1990). *Acta Cryst.* **B46**, 712–716.
 CHIARI, G. & FERRARIS, G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2331–2341.
 FERRARIS, G. & FRANCHINI-ANGELA, M. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 3572–3583.
 FORSTAT, H., TAYLOR, G. & SPENCE, R. D. (1959). *Phys. Rev.* **116**, 897–898.
 HIRSHFELD, F. L. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 239–244.
 JEFFREY, G. A. (1987). *The Nanometer World of Hydrogen Bonds*, pp. 193–221. In *Patterson and Pattersons*, edited by J. P. GLUSKER, B. K. PATTERSON & M. ROSSI. Oxford Univ. Press.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 METSELAAR, J. W. & DE KLERK, D. (1973). *Physica*, **65**, 208–212.
 MIZUNO, J. (1960). *J. Phys. Soc. Jpn*, **15**, 1412–1420.
 MIZUNO, J., UKEI, K. & SUGAWARA, T. (1959). *J. Phys. Soc. Jpn*, **14**, 383.
 Molecular Structure Corporation (1988). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*, Version 2.1. MSC, 3200A Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
 SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 63–76.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 STROGANOV, E. V., ANDREEV, S. N., KOŽINA, I. I. & SOLOV'EV, V. W. (1961). *Vestn. Leningr. Univ. Ser. Mat. Fiz. Khim.* **16**, 114–119.
 TRUEBLOOD, K. N. (1986). *THMA11*. Program for analysis of anisotropic displacement parameters.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 286–289

Polymerer Cadmium(II)-Komplex mit Di(pyrazolidino)thiophosphorsäure-O-phenylester als dreizähniem *S,N,N*-Ligand

VON UDO ENGELHARDT, BRIGITTE STROMBURG UND CHRISTINE RENZ-KREIKEBOHM

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, Fabockstr. 34-36, D-1000 Berlin 33, Deutschland

(Eingegangen am 28. April 1990; angenommen am 24. Juli 1990)

Abstract. Poly- μ -chloro-{chloro[*O*-phenyl di-(pyrazolidino)thiophosphate-*S,N,N*]cadmium(II)}, $[\text{CdCl}_2(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{N}_4\text{OPS})]$, $M_r = 481.65$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 12.387$ (3), $b = 7.523$ (2), $c = 18.585$ (3) Å, $\beta = 96.09$ (2)°, $V = 1722$ (3) Å³, $Z = 4$, $D_x =$

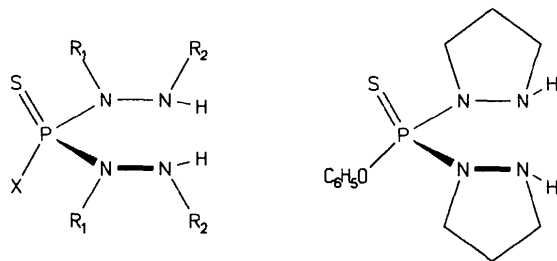
1.858 Mg m^{-3} , $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069 \text{ Å}$, $\mu = 1.78 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 960$, $T = 293 \text{ K}$, $R = 0.041$ ($wR = 0.024$) for 4114 unique contributing reflections. The title compound has been prepared from alcoholic solutions of the ligand and $\text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in a

0108-2701/91/020286-04\$03.00

© 1991 International Union of Crystallography

1:1 molar ratio. The structure is formed by two infinite chains of (Cd—Cl—) units in the **b** direction having 2₁ symmetry. Each Cd atom is coordinated by one additional terminal Cl atom and by one molecule of the title ligand connected through an S and two β -N atoms of the pyrazolidino groups, forming a cage of chelate rings. The six-membered P(NN)₂Cd ring adopts a boat conformation with ecliptic conformations around the NN bonds. The distorted coordination octahedra are linked by common corners (Cl bridges). Bond distances: Cd—S 2.998 (1), Cd—N 2.468 (3) and 2.386 (3), Cd—Cl (terminal) 2.497 (1), Cd—Cl (bridge) 2.615 (1) and 2.676 (1), P—S 1.931 (1), P—N 1.659 (3) and 1.638 (3), N—N 1.467 (4) and 1.471 (4) Å.

Einleitung. Di(1,2-dimethylhydrazido)thiophosphorsäure-*O*-phenyl-ester (1a) als potentiell dreizähliger *S,N,N*-Ligand bindet in einem dimeren, über Cl verbrückten Komplex [Cd₂Cl₄L₂] über S und nur eine der Hydrazidogruppen. In anderen Metallkomplexen mit Thiophosphorsäurehydrazidoderivaten findet man teilweise nur *N*-Koordination, so z.B. in einem Komplex des CdCl₂ mit *N*-Hexamethylthiophosphoryltrihydrazid (1b) (Engelhardt & Renz-Kreikebohm, 1989; Engelhardt, Stromburg & Renz-Kreikebohm, 1990).



(1a) : $R_1 = R_2 = \text{Me}$; $X = \text{—O—Ph}$

(1b) : $R_1 = R_2 = \text{Me}$; $X = \text{—N}(R_1)\text{—N}(R_2)\text{—H}$.

Da Cadmium als giftiges Schwermetall in biologischer Matrix sowohl über Schwefel- als auch über Stickstofffunktionen von Polypeptiden fixiert werden dürfte, sind die Bindungsverhältnisse auch in einfacheren Modellverbindungen von Interesse. Der von uns erstmals dargestellte Ligand (2) bildet mit CdCl₂ einen farblosen kristallinen Komplex der analytischen Zusammensetzung [CdCl₂(L)], über dessen Struktur hier berichtet wird.

Experimentelles. Der Ligand Di(pyrazolidino)-thiophosphorsäure-*O*-phenylester wurde in unserem Laboratorium analog zur bekannten Darstellung der entsprechenden Di(hexahydropyridazino)-Verbindung synthetisiert (Engelhardt & Stromburg, 1989) und anschließend in alkoholischer Lösung mit CdCl₂·H₂O im molaren Verhältnis 1:1

Tabelle 1. *Relative Atomkoordinaten und Mittelwerte der thermischen Parameter* $U_{\text{äq}}$ ($\text{Å}^2 \times 10^3$, nach Hamilton, 1959)

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
Cd	0,42760 (2)	0,48219 (3)	0,81446 (1)	28,8 (1)
Cl(1)	0,42646 (7)	0,1771 (1)	0,74697 (5)	39,2 (5)
Cl(2)	0,56036 (8)	0,3758 (1)	0,91581 (5)	43,8 (5)
S	0,19803 (8)	0,3942 (1)	0,83817 (5)	39,1 (6)
P	0,18257 (7)	0,6468 (1)	0,82184 (5)	28,9 (5)
N(1)	0,2028 (2)	0,7147 (4)	0,7394 (1)	30 (2)
N(2)	0,3095 (2)	0,6494 (4)	0,7229 (2)	33 (2)
N(3)	0,2610 (2)	0,7578 (4)	0,8826 (2)	32 (2)
N(4)	0,3721 (2)	0,6916 (4)	0,8997 (2)	35 (2)
O	0,0672 (2)	0,7350 (3)	0,8234 (1)	36 (1)
C(1)	-0,0079 (3)	0,6973 (5)	0,8723 (2)	23 (2)
C(2)	0,0162 (3)	0,7321 (6)	0,9454 (2)	45 (2)
C(3)	-0,0642 (4)	0,7026 (7)	0,9917 (3)	58 (3)
C(4)	-0,1648 (4)	0,6434 (6)	0,9638 (3)	51 (3)
C(5)	-0,1857 (3)	0,6139 (6)	0,8921 (3)	53 (3)
C(6)	-0,1078 (3)	0,6384 (5)	0,8452 (2)	39 (2)
C(7)	0,1201 (3)	0,6669 (6)	0,6775 (2)	40 (2)
C(8)	0,1867 (3)	0,6206 (6)	0,6168 (2)	40 (2)
C(9)	0,2874 (3)	0,5403 (6)	0,6572 (2)	39 (2)
C(10)	0,2608 (4)	0,9559 (5)	0,8868 (2)	45 (3)
C(11)	0,3652 (4)	0,9947 (6)	0,9336 (2)	49 (2)
C(12)	0,4395 (3)	0,8557 (6)	0,9087 (2)	45 (2)

unter Rückfluß umgesetzt. Beim Einengen der Lösung und langsamem Abkühlen fällt die Verbindung in Form farbloser Kristalle aus. Ungefähre Gitterparameter und Raumgruppe aus Drehkristall- und Weissenbergaufnahmen, automatisches Vierkreisdiffraktometer CAD-4 (Enraf-Nonius, genaue Gitterparameter aus 25 Reflexen ($8 < \theta < 12^\circ$). Meßbereich $17 \geq h \geq 0$, $0 \geq k \geq -9$, $25 \geq l \geq -26$, $(\sin \theta / \lambda)_{\text{max}} 0,7028 \text{ Å}^{-1}$, drei Standardreflexe (335, 531, 331) alle 90 min, Intensitätsabnahme während der gesamten Meßzeit 3,2%, lineare Korrektur, Kristallabmessungen $0,3 \times 0,3 \times 0,6 \text{ mm}$, Volumen $0,054 \text{ mm}^3$, empirische Absorptionskorrektur mit Hilfe des Programms DIFABS (Walker & Stuart, 1983), Transmissionsfaktoren $0,938 \geq A \geq 0,884$, 5041 Reflexe gemessen, davon 4851 kristallographisch unabhängig, 737 mit $I < 2\sigma(I)$ 'unbeobachtet', 527 davon mit $|F_c| > |F_o|$ wurden bei der Verfeinerung unter Minimierung von $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ mit einbezogen. Lösung der Struktur mit direkten Methoden, Programm MULTAN (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977), einige C-Atomlagen und die H-Atomlagen aus Differenz-Fourier-Synthesen. Die Verfeinerung aller 276 Parameter einschließlich eines isotropen Extinktionsfaktors $g = 0,11 (6)$ (Larson, 1967) und anisotropen Temperaturfaktoren (H Atome isotrop) und mit einer Gewichtung $w = 1/[\sigma(F_o)]^2$ ergrub $R = 0,041$, $wR = 0,024$ ($R_f = \sum |I - \langle I \rangle| / \sum I = 0,015$ für äquivalente Reflexe), $(\Delta \sigma)_{\text{max}}$ im letzten Verfeinerungszyklus 0,15, Restelektronendichte: $-1,0 < \Delta \rho < 1,1 \text{ e Å}^{-3}$. Atomformfaktoren für neutrale Atome (Cromer & Mann, 1968), H Atome (Stewart, Davidson & Simpson, 1965). f' und f'' für alle Atome außer H aus *International Tables for X-ray*

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å), Bindungswinkel und Interplanarwinkel (°)

Cd—Cl(1)	2,615 (1)	Cd—S	2,998 (1)
Cd—Cl(1')	2,676 (1)	Cd—N(2)	2,468 (3)
Cd—Cl(2)	2,497 (1)	Cd—N(4)	2,386 (3)
P—S	1,931 (1)	N(1)—N(2)	1,471 (4)
P—N(1)	1,659 (3)	N(3)—N(4)	1,467 (4)
P—N(3)	1,638 (3)	N(1)—C(7)	1,500 (5)
P—O	1,579 (3)	N(2)—C(9)	1,473 (5)
O—C(1)	1,397 (4)	N(3)—C(10)	1,492 (5)
		N(4)—C(12)	1,489 (5)
C(1)—C(2)	1,386 (5)	C(7)—C(8)	1,509 (6)
C(2)—C(3)	1,400 (7)	C(8)—C(9)	1,512 (6)
C(3)—C(4)	1,372 (7)	C(10)—C(11)	1,508 (6)
C(4)—C(5)	1,348 (7)	C(11)—C(12)	1,498 (7)
C(5)—C(6)	1,380 (7)	Mittelwert	1,507 (5)
C(6)—C(1)	1,360 (5)		
Mittelwert	1,374 (17)		
Winkel im Cd-Oktaeder			
Cl(1)—Cd—Cl(1')	104,20 (3)	Winkel in den Liganden	
Cl(1)—Cd—Cl(2)	92,87 (3)	Cd—Cl(1)—Cd(1')	135,70 (4)
Cl(2)—Cd—Cl(1')	94,41 (3)	Cd—S—P	80,75 (4)
Cl(1)—Cd—S	85,39 (3)	S—P—O	119,0 (1)
Cl(1)—Cd—N(2)	98,28 (8)	S—P—N(1)	115,2 (1)
Cl(2)—Cd—S	112,20 (3)	S—P—N(3)	110, (6)
Cl(2)—Cd—N(4)	85,64 (8)	O—P—N(1)	96,5 (1)
Cl(1)—Cd—N(4)	100,2 (8)	O—P—N(3)	104,2 (1)
Cl(1)—Cd—N(2)	78,73 (8)	N(1)—P—N(3)	116,0 (2)
S—Cd—N(2)	73,23 (8)	P—O—C(1)	126,4 (2)
S—Cd—N(4)	72,77 (8)	O—C(1)—C(2)	120,7 (3)
N(2)—Cd—N(4)	85,96 (10)	O—C(1)—C(6)	117,9 (3)
		Im Phenyrling	(Mittelwert)
		C—C—C	120,0 (1,2)
P—N(1)—N(2)	108,5 (2)	P—N(3)—N(4)	116,8 (2)
P—N(1)—C(7)	118,4 (2)	P—N(3)—C(10)	122,8 (2)
N(2)—N(1)—C(7)	108,4 (3)		
Winkelsumme um N(1)	335,3 (4)	N(4)—N(3)—C(10)	109,5 (3)
		Winkelsumme um N(3)	349,1 (4)
N(1)—N(2)—C(9)	105,5 (3)	N(3)—N(4)—C(12)	104,2 (3)
N(1)—N(2)—H(1)	111 (2)	N(3)—N(4)—H(7)	101 (3)
C(9)—N(2)—H(1)	103 (2)	C(12)—N(4)—H(7)	105 (2)
Cd—N(2)—H(1)	107 (2)	Cd—C(12)—H(7)	116 (3)
Cd—N(2)—N(1)	120,4 (2)	Cd—N(4)—N(3)	114,2 (2)
Cd—N(2)—C(9)	109,4 (2)	Cd—N(4)—C(12)	115,1 (2)
N(1)—C(7)—C(8)	104,2 (3)	N(3)—C(10)—C(11)	102,6 (3)
C(7)—C(8)—C(9)	102,0 (3)	C(10)—C(11)—C(12)	101,8 (4)
N(2)—C(9)—C(8)	105,1 (3)	N(4)—C(12)—C(11)	104,9 (3)
Interplanarwinkel			
P—N(1)—N(2)—Cd	-2,7 (3)	P—N(3)—N(4)—Cd	14,7 (3)
C(7)—N(1)—C(2)—C(9)	-8,3 (4)	C(10)—N(3)—N(4)—C(12)	-4,2 (4)
N(2)—N(1)—C(7)—C(8)	-15,9 (4)	N(4)—N(3)—C(10)—C(11)	-20,9 (4)
N(1)—C(7)—C(8)—C(9)	32,9 (4)	N(3)—C(10)—C(11)—C(12)	37,1 (4)
C(7)—C(8)—C(9)—N(2)	-38,8 (4)	C(10)—C(11)—C(12)—N(4)	-41,0 (4)
N(1)—N(2)—C(9)—C(8)	29,4 (4)	N(3)—N(4)—C(12)—C(11)	28,1 (4)

$$(i) -x + 1, y - \frac{1}{2}, -z + \frac{1}{2}.$$

Crystallography (1962, Bd. III, S. 214), Programmsystem *XTAL2.6* (Hall & Stewart, 1989).

Diskussion. Tabelle 1 enthält die Lageparameter der Atome der asymmetrischen Einheit (ohne H-Atome), Tabelle 2 relevante Bindungsabstände und -winkel sowie ausgewählte Interplanarwinkel (Torsionswinkel).*

* Eine Liste der H-Atomlagen und ihrer isotropen Temperaturfaktoren, der Bindungsabstände und -winkel unter Beteiligung der H-Atome, der Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren und der beobachteten und berechneten Strukturformfaktoren sind bei dem British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 53423 (37 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Die asymmetrische Einheit wird durch ein Cd^{II}-Atom und seine Ligandensphäre gebildet (Fig. 1). Eine polymere Kette aus dieser Einheit und einer zweiten mit den Koordinaten (i): $1 - x, -\frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ [durch die zweizählige Schraubenachse erzeugt und über Cl(1) mit der ersten verbrückt] erstreckt sich in Richtung der *b*-Achse (Fig. 2). Eine zweite entsprechende Kette wird durch das Symmetriezentrum erzeugt. Das Cd ist verzerrt oktaedrisch koordiniert, wobei zwei Brücken-Cl-Atome, das endständige Cl(2) und die Atome S, N(2) und N(4) des dreizählig fungierenden Liganden die Koordinationssphäre bilden; Verzerrungsparameter $D_\alpha = [\sum_{i=1}^{12} (\alpha_i - 90)^2 / 12]^{1/2} = 11,7^\circ$. Die Struktur unterscheidet sich diesbezüglich deutlich von der eines früher von uns dargestellten und untersuchten dimeren, über zwei Chloridionen verbrückten Cd-Komplexes mit Di(1,2-dimethylhydrazido)-thiophosphorsäurephenylester als Ligand (Engelhardt & Renz-Kreikebohm, 1989). Dort war eine der Hydrazidogruppen nicht direkt an der Koordinationssphäre des Cd beteiligt, so daß eine verzerrt tetragonal-pyramidale Koordination entstanden war. Auffällig ist in beiden Strukturen der sehr kleine Winkel am koordinierten Schwefel

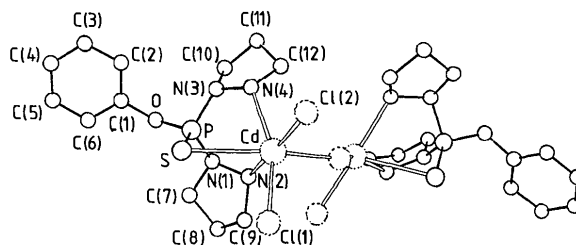


Fig. 1. Koordinationssphäre des Cadmiums mit Numerierung der asymmetrischen Einheit. [Die Numerierung der nicht gezeichneten H-Atome folgt dem Schema: H(1) und H(7) an N(2) bzw. N(4); H(2) bis H(6) an C(2) bis C(6); H(7), H(71)···bis H(121), H(122) an C(7) bis C(12).] ORTEP-Zeichnung (Johnson, Davenport, Hall & Dreissig, 1989).

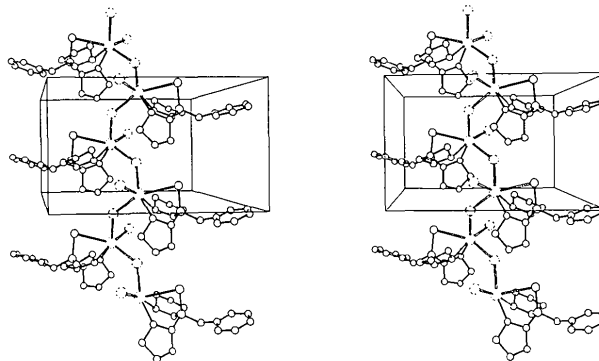


Fig. 2. Elementarzelle mit einer der beiden Helices; Blick auf die *ab*-Ebene. ORTEP-Stereoezeichnung (Johnson, Davenport, Hall & Dreissig, 1989).

mit dort $91,1(1)^\circ$, in der hier vorgestellten Struktur $80,74(4)^\circ$. Dieser durch die Ligandengeometrie bedingte ungünstig kleine Cd—S—P- Winkel führt zu einer deutlichen Vergrößerung des Cd—S-Bindungsabstandes auf $2,998(1) \text{ \AA}$. Die Cd—Cl- und Cd—N-Abstände sind demgegenüber in beiden Strukturen von ähnlicher Größe und vergleichbar denen in anderen Cd-Komplexen (Engelhardt & Renz-Kreikebohm, 1989; man vergleiche die dort gegebene Zusammenstellung). Die durch die Koordination des Schwefels am Cadmium-Zentralatom erzwungene Boot-Konformation des sechsgliedrigen $\text{P}(\text{N}—\text{N})_2\text{Cd}$ -Chelatringes führt zu nahezu ekliptischen Anordnungen um die N—N-Bindungen mit sehr kleinen Interplanarwinkeln (Torsionswinkeln) PNNCd und CNNC (Tabelle 2) und zu einem bemerkenswert kurzen Cd—P-Kontaktabstand von nur $3,295(1) \text{ \AA}$. Die Pyrazolidin-Ringe besitzen eine schwach gewellte, klassische Briefumschlag-Konformation. Die ungünstigen ekliptischen Substituentenanordnungen um die N—N-Bindungen dürften mit für die relativ großen N—N-Bindungsabstände von rund $1,47 \text{ \AA}$ verantwortlich sein. Schwache Kontakte bestehen innerhalb der Ketten über $\text{NH}\cdots\text{Cl}$ -Wechselwirkungen: $\text{N}(2)—\text{H}(1)\cdots\text{Cl}(1^i)$ mit $r\text{Cl}(1^i)\cdots\text{H}(1)$ $2,89(3)$ und $r\text{N}(2)\cdots\text{Cl}(1^i)$ $3,266(3) \text{ \AA}$ sowie zwischen den Ketten über: $\text{N}(4)—\text{H}(7)\cdots\text{Cl}(2^{ii})$ mit $r\text{H}(7)\cdots\text{Cl}(2^{ii})$ $2,62(4)$

und $\text{N}(4)\cdots\text{Cl}(2^{ii})$, $3,479(3) \text{ \AA}$ [(i) $1-x$, $-\frac{1}{2}+y$, $\frac{1}{2}-z$; (ii) $1-x$, $1-y$, $-z$].

Herrn Prof. Hartl danken wir für die freundliche Hilfe bei den Intensitätsmessungen. Dem Fonds der Chemischen Industrie gilt unser Dank für finanzielle Unterstützung.

Literatur

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 ENGELHARDT, U. & RENZ-KREIKEBOHM, C. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1679–1683.
 ENGELHARDT, U. & STROMBURG, B. (1989). *Phosphorus Sulfur Silicon*, **41**, 235–250.
 ENGELHARDT, U., STROMBURG, B. & RENZ-KREIKEBOHM, C. (1990). Unveröffentlichte Ergebnisse.
 HALL, S. R. & STEWART, S. M. (1989). Redakteure. *XTAL2.6 Users Manual*. Univ. Western Australia, Australien, und Maryland, VStA.
 HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
 JOHNSON, C. K., DAVENPORT, G., HALL, S. & DREISSIG, W. (1989). *ORTEP*. In *XTAL2.6 Users Manual*.
 LARSON, A. C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 664–669.
 MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCO, J.-P. (1977). *MULTAN77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. York, England, und Louvain, Belgien.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 289–292

Structure of the Hydrogen-Bonded Binuclear Complex Trisodium Trihydrogen Bis[tris(glycolato)aluminate(III)]

BY H. VAN KONINGSVELD

Laboratory of Applied Physics, Delft University of Technology, Lorentzweg 1, 2628 CJ Delft, The Netherlands

AND F. R. VENEMA

Laboratory of Organic Chemistry, Delft University of Technology, Julianalaan 136, 2628 BL Delft, The Netherlands

(Received 23 May 1990; accepted 18 July 1990)

Abstract. $\text{Na}_3\text{H}_3[\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_3)_3]_2$, $M_r = 570.2$, cubic, $P4_132$, $a = 12.872(2) \text{ \AA}$, $V = 2133(1) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $D_x = 1.782 \text{ g cm}^{-3}$, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073 \text{ \AA}$, $\mu = 3.0 \text{ cm}^{-1}$, $F(000) = 1160$, $T = 295 \text{ K}$. The structure has been refined to $R = 0.029$ for 530 unique reflections with $I > 2.0\sigma(I)$ and 64 variables. The nearly octahedral 1:3 Al^{III} -glycolate complex has facial geometry. Half of the hydroxy sites are deprotonated, leading to a very short symmetrical hydro-

gen bond between twofold related hydroxy sites with $\text{O}\cdots\text{O} = 2.425(4) \text{ \AA}$, and the bridging H atom on the twofold axis. Three such hydrogen bonds connect two *fac* Al^{III} -glycolate complexes into a binuclear complex along a common threefold axis. The binuclear complexes are packed into three dimensions by $\text{O}\cdots\text{Na}$ interactions. The Na atom is coordinated to the O atoms of the carboxylate group to give a highly distorted octahedron.