

Fig. 1. Strukturen der Ionen $[\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5)]^+$ (ohne H-Atome) und HCl_2^- mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit, ausgenommen H). Beide Ionen befinden sich auf einer kristallographischen Spiegelebene, die durch die Atome Co, C(1) und C(4) sowie durch alle Atome des Anions verläuft.

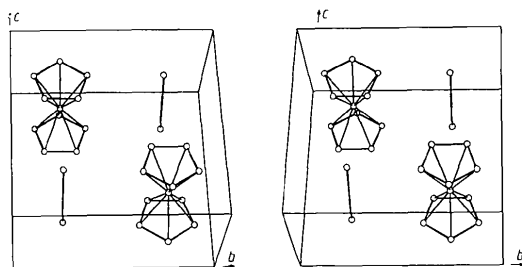


Fig. 2. Elementarzelle von $[\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]\text{HCl}_2$ (Stereobild, ohne H-Atome des Kations).

Tabelle 2 zusammengestellt. Kation und Anion sind in Fig. 1, die Elementarzelle in Fig. 2 gezeigt.

Verwandte Literatur. Cobaltocenium-Salze: Biegini, Calderazzo, Pampaloni & Zanazzi (1987); Hartl & Brüdgam (1989); Rohrmann, Herrmann, Herdtweck, Riede, Ziegler & Sergeson (1986); Riley & Davis (1978); Ruhlandt-Senge, Sens & Müller (1992).

Acta Cryst. (1992). C48, 743–745

Bis(méthanesulfonate) de Tétrammine-*trans*-dibromoplatine(IV) Monohydrate

PAR 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 1991, accepté le 25 septembre 1991)

Abstract. Tetraammine-*trans*-dibromoplatinum(IV) bis(methanesulfonate) monohydrate, $[\text{PtBr}_2(\text{NH}_3)_4] \cdot 2\text{CH}_3\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $M_r = 631.2$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 17.757(3)$, $b = 6.1899(6)$, $c = 15.637(5)$ Å, $\beta = 115.45(2)^\circ$, $V = 1552(1)$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 2.701$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu =$

Hydrogendichlorid-Salze: Atwood, Bott, Means, Coleman, Zhang & May (1990); Mootz, Poll, Wunderlich & Wussow (1981); Müller & Dörner (1982); Schroeder & Ibers (1968); Swanson & Williams (1970); Thewalt & Link (1991).

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur

- ATWOOD, S. L., BOTT, S. G., MEANS, C. M., COLEMAN, A. W., ZHANG, H. & MAY, T. M. (1990). *Inorg. Chem.* **29**, 467–470.
 BIEGINI, P., CALDERAZZO, F., PAMPALONI, G. & ZANAZZI, P. F. (1987). *Gazz. Chim. Ital.* **117**, 27.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 HARTL, H. & BRÜDGAM, I. (1989). *Z. Naturforsch. Teil B*, **44**, 936–941.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.
 MOOTZ, D., POLL, W., WUNDERLICH, H. & WUSSOW, H. G. (1981). *Chem. Ber.* **114**, 3499–3504.
 MÜLLER, U. & DÖRNER, H.-D. (1982). *Z. Naturforsch. Teil B*, **37**, 198–200.
 RILEY, P. E. & DAVIS, R. E. (1978). *J. Organomet. Chem.* **152**, 209–219.
 ROHRMANN, J., HERRMANN, W. A., HERDTWECK, E., RIEDE, J., ZIEGLER, M. & SERGESON, G. (1986). *Chem. Ber.* **119**, 3544–3557.
 RUHLANDT-SENSE, K., SENS, I. & MÜLLER, U. (1992). *Z. Naturforsch. Teil B*, **46**. Im Druck.
 SCHROEDER, L. W. & IBERS, J. A. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 594–599.
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program für die Kristallstrukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.
 SWANSON, J. S. & WILLIAMS, J. M. (1970). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **6**, 271–276.
 THEWALT, U. & LINK, U. (1991). *Z. Naturforsch. Teil B*, **44**, 293–295.

14.5 mm^{-1} , $F(000) = 1184$, $T = 293(1) \text{ K}$, $R = 0.026$ for 2171 unique reflections. The title compound is not isostructural with $[\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_4] \cdot 2\text{CH}_3\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ which has the symmetry $C2/m$. However, its structure is closely related to that of this compound. Both Pt atoms have octahedral environments. Bond

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents (Å²) et écarts-type
$$B_{eq} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (abc\cos\gamma)\beta_{12} + (accos\beta)\beta_{13} + (bccos\alpha)\beta_{23}]$$

	x	y	z	B _{eq}
Pt(1)	0,0	0,0	0,0	1,260 (7)
Br(1)	0,09928 (4)	0,2994 (1)	0,05708 (5)	2,00 (1)
N(1)	0,0716 (3)	-0,136 (1)	-0,0609 (4)	1,8 (1)
N(2)	0,0684 (3)	-0,155 (1)	0,1273 (4)	1,9 (1)
Pt(2)	0,0	0,0	½	1,307 (7)
Br(2)	0,08613 (4)	-0,2965 (1)	0,48551 (5)	2,11 (1)
N(3)	-0,0044 (3)	0,127 (1)	0,3754 (4)	2,0 (1)
N(4)	0,1076 (3)	0,168 (1)	0,5773 (4)	1,8 (1)
S(1)	0,5968 (1)	0,1140 (3)	0,2982 (1)	1,75 (4)
O(1)	0,5315 (3)	0,016 (1)	0,3169 (4)	2,8 (1)
O(2)	0,6022 (3)	0,0281 (9)	0,2137 (3)	2,4 (1)
O(3)	0,5907 (3)	0,3516 (9)	0,2952 (4)	2,6 (1)
C(1)	0,6934 (4)	0,046 (2)	0,3960 (6)	4,7 (2)
S(2)	0,19752 (9)	0,2570 (3)	0,3677 (1)	1,94 (4)
O(4)	0,1428 (4)	0,106 (1)	0,3009 (5)	4,7 (2)
O(5)	0,1770 (3)	0,279 (1)	0,4473 (4)	3,8 (1)
O(6)	0,2856 (3)	0,209 (1)	0,3987 (4)	2,9 (1)
C(2)	0,1807 (5)	0,513 (1)	0,3134 (6)	4,4 (2)
O(7)	0,7214 (3)	0,562 (1)	0,2604 (4)	3,9 (2)

lengths belong to the following ranges: 2.4468 (8)–2.4607 (8) Å for Pt—Br, 2.052 (5)–2.071 (7) Å for Pt—N, 1.758 (9)–1.791 (6) Å for S—C and 1.426 (7)–1.474 (6) Å for S—O. Numerous N—H···O and O—H···O hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

Partie expérimentale. Préparation: action de la vapeur de brome sur une solution aqueuse concentrée de bis(méthanesulfonate) de tétraammineplatine(II). Cristal approximativement parallélépipédique: 0,05 × 0,20 × 0,22 mm. *D_m* non mesurée. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions pour lesquelles 8,73 ≤ θ ≤ 17,64°. 0,049 ≤ (sin θ)/λ ≤ 0,650 Å⁻¹. Balayage θ/2θ d'amplitude s = [0,85 + 0,35tgθ]°. -21 ≤ h ≤ 20, 0 ≤ k ≤ 8, 0 ≤ l ≤ 20. Réflexions de contrôle de l'intensité: 620, 1206 et 132. Diminution de *I* au cours des mesures: 2,4%. Correction de décroissance. 3545 réflexions indépendantes mesurées, 1374 inobservées [*I* < 3σ(*I*)]. Méthode de l'atome lourd et série de Fourier des Δ*F*. Les atomes d'hydrogène n'ont pas été localisés. Affinement basé sur les *F*, programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, pp. 99 et 149). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* et β_{*ij*} de Pt, Br, S, O, N et C. Corrections d'absorption: programme *DIFABS* (Walker & Stuart, 1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,761 et 0,779, *R* = 0,026, *wR* = 0,032, *w* = 1/σ²(*F*), *S* = 1,18, *g* (coefficient d'extinction secondaire isotrope) = 4,8 (6) × 10⁻⁸, (Δ/σ)_{max} = 0,01, Δρ_{max} = 0,8 (2), Δρ_{min} = -0,9 (2) e Å⁻³. Programmes de calcul du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates,

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

Les distances signalées par une astérisque correspondent aux liaisons hydrogène

Pt(1)—Br(1)	2,4468 (8)	N(1)—O(1 ⁱ)	2,923 (8)
Pt(1)—N(1)	2,065 (7)	N(1)—O(3 ⁱⁱ)	2,987 (9)
Pt(1)—N(2)	2,068 (5)	N(1)—O(6 ⁱⁱⁱ)	2,874 (6)
Pt(2)—Br(2)	2,4607 (8)	N(2)—O(1 ⁱⁱⁱ)	3,062 (9)
Pt(2)—N(3)	2,071 (7)	N(2)—O(4)	2,940 (9)
Pt(2)—N(4)	2,052 (5)	N(2)—O(6 ⁱⁱⁱ)	2,916 (8)
S(1)—O(1)	1,445 (6)	N(3)—N(4 [*])	2,900 (9)
S(1)—O(2)	1,465 (6)	N(3)—O(2 ⁱⁱⁱ)	3,006 (8)
S(1)—O(3)	1,474 (6)	N(3)—O(3 ⁱⁱⁱ)	2,977 (8)
S(1)—C(1)	1,791 (6)	N(3)—O(5)	3,069 (8)
S(2)—O(4)	1,426 (7)	N(4)—O(2 ⁱⁱⁱ)	2,876 (9)
S(2)—O(5)	1,446 (7)	N(4)—O(5 ⁱⁱⁱ)	2,878 (9)
S(2)—O(6)	1,456 (5)	N(4)—O(7 ⁱⁱⁱ)	3,056 (8)
S(2)—C(2)	1,758 (9)	O(2)—O(7 ⁱⁱⁱ)	2,989 (8)
		O(3)—O(7)	2,910 (9)
Br(1)—Pt(1)—N(1)	89,2 (2)	O(2)—S(1)—O(3)	111,5 (4)
Br(1)—Pt(1)—N(2)	88,1 (2)	O(2)—S(1)—C(1)	106,0 (4)
N(1)—Pt(1)—N(2)	91,8 (2)	O(3)—S(1)—C(1)	106,9 (4)
Br(2)—Pt(2)—N(3)	88,3 (2)	O(4)—S(2)—O(5)	110,4 (4)
Br(2)—Pt(2)—N(4)	88,5 (2)	O(4)—S(2)—O(6)	114,0 (4)
N(3)—Pt(2)—N(4)	90,6 (2)	O(4)—S(2)—C(2)	108,3 (4)
O(1)—S(1)—O(2)	113,6 (3)	O(5)—S(2)—O(6)	111,4 (3)
O(1)—S(1)—O(3)	111,7 (4)	O(5)—S(2)—C(2)	106,0 (4)
O(1)—S(1)—C(1)	106,7 (4)	O(6)—S(2)—C(2)	106,3 (4)

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

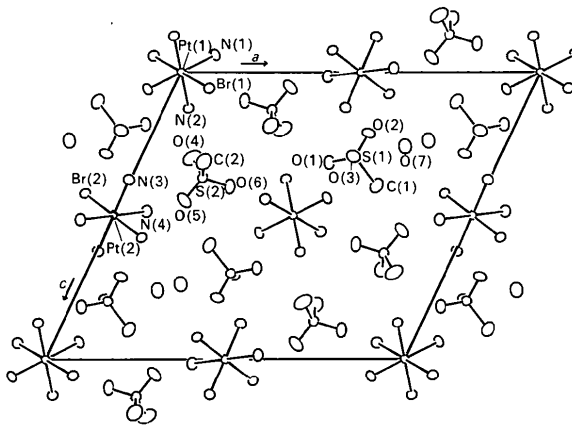


Fig. 1. Dessin de la structure vue selon [010].

Inc., 1982). Fig. 1: programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Ordinateur DEC VAX 3100.

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportés dans le Tableau 1,* les principales distances inter-

* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et des distances entre atomes appartenant à des ions ou à des molécules différents, ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 54695: 19 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. [Référence de CIF: DU0315]

atomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 représente la structure vue selon [010].

Littérature associée. Bis(méthanesulfonate) de tétraammine-*trans*-dichloroplatine(IV) monohydrate: Baldé, Khodadad & Rodier (1989). Dichlorure de *trans*-tétraamminedihydroxoplatine(IV): Toffoli, Khodadad & Rodier (1988). Bis(méthanesulfonate) de tétraammineplatine(II): Khodadad & Rodier (1989). Méthanesulfonate d'ammonium: Wei (1986). Désordre dans la structure du diamminedibromoplatine(II) diamminetétrabromoplatine(IV): Hall & Williams (1958).

Acta Cryst. (1992). **C48**, 745–747

Structure of *a*-Chloro-*b*-dichloromethylstannio-[*dc,ef*-bis(8-dimethylamino-1-naphthyl)]platinum(IV)

BY W. J. J. SMEETS AND A. L. SPEK*

Bijvoet Center for Biomolecular Research, Vakgroep Kristal- en Structuurchemie, University of Utrecht, Padualaan 8, 3584 CH Utrecht, The Netherlands

AND J. A. M. VAN BEEK AND G. VAN KOTEN*

Debye Research Institute, Department of Metal Mediated Synthesis, University of Utrecht, Padualaan 8, 3584 CH Utrecht, The Netherlands

(Received 20 July 1991; accepted 8 October 1991)

Abstract. Trichloro-1 κ^2 Cl,2 κ Cl-bis[8-dimethylamino-2 κ N)-naphthyl-2 κ C¹]-methyl-1 κ C-platinum(*Pt*—*Sn*) dichloromethane solvate, [PtSn(C₁₂H₁₂N)₂(CH₃)Cl₃].CH₂Cl₂, *M_r* = 860.56, orthorhombic, *P*2₁2₁2₁, *a* = 11.0716 (4), *b* = 11.6305 (4), *c* = 22.6463 (9) Å, *V* = 2916.1 (2) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.960 g cm⁻³, λ(Mo *K*α) = 0.71073 Å, μ = 61.8 cm⁻¹, *F*(000) = 1648, *T* = 294 K, *R* = 0.025 for 3239 unique observed diffractometer data with *I* > 2.5σ(*I*). The platinum(IV) centre is octahedrally bonded to two C,N-chelate bonded dman ligands, a Cl atom and a dichloromethyltin group [Pt—Sn = 2.5489 (5) Å].

Experimental. Data were collected at 294 K on an Enraf-Nonius CAD-4F diffractometer for a yellow block-shaped crystal (0.68 × 0.35 × 0.25 mm) mounted in a Lindemann-glass capillary to prevent loss of dichloromethane solvate. Unit-cell parameters were determined from a least-squares treatment of the SET4 setting angles of 25 reflections with 14.0 < θ < 17.8°. The unit-cell parameters were checked for the

* Authors to whom correspondence should be addressed.

Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
BALDÉ, L., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 859–861.
HALL, D. & WILLIAMS, P. P. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 624–626.
JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
KHODADAD, P. & RODIER, N. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 208–210.
TOFFOLI, P., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 2021–2022.
WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.
WEI, C. H. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 1839–1842.

presence of higher lattice symmetry (Spek, 1988). Intensity data for 3699 reflections were collected (*h* 0:14, *k* 0:14, *l* 0:29) in ω/2θ scan mode with Δω = (0.55 + 0.35tanθ)° using Zr-filtered Mo *K*α radiation. Data were corrected for Lp, for a linear decay (4.1%) of the reference reflections (134, 134̄) during the 56 h of X-ray exposure time and for absorption (*DIFABS*; Walker & Stuart, 1983), corrections in the range 0.84–1.11, resulting in 3239 unique reflections with *I* > 2.5σ(*I*). The Pt and Sn atoms were found with standard Patterson methods (*SHELXS86*; Sheldrick, 1986), other non-H atoms were located from subsequent difference Fourier analyses. Refinement on *F* was carried out by full-matrix least-squares techniques (*SHELX76*; Sheldrick, 1976). H atoms were introduced at calculated positions (C—H = 0.98 Å) and included in the refinement riding on their carrier atoms. All non-H atoms were refined with anisotropic thermal parameters; H atoms with one common isotropic thermal parameter [*U* = 0.068 (5) Å²]. The dichloromethane solvate molecule was refined with bond restraints. The absolute structure was checked by refinement with opposite *f''* anomalous-dispersion factors, resulting in *R* = 0.061,