PECORARI, P., RINALDI, M. & COSTI, M. P. (1989). J. Heterocycl. Chem. 26, 1701-1705.

PECORARI, P., RINALDI, M., COSTI, M. P. & ANTOLINI, L. (1991). J. Heterocycl. Chem. 28, 891–897. SHELDRICK, G. M. (1976). SHELX76. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
SHELDRICK, G. M. (1986). SHELXS86. Program for the solution of crystal structures. Univ. of Göttingen, Germany.

Acta Cryst. (1992). C48, 2029-2031

## Penta[bis(5-oxoprolinato)platinate(II) d'Ammonium] 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 16 decembre 1991, accepté le 17 mars 1992)

Abstract. Pentaammonium penta[bis(5-oxoprolinato-N,O)platinate(II)] monohydrate, 5{NH<sub>4</sub>[Pt(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>- $N_2O_6$ ]].H<sub>2</sub>O,  $M_r = 2359.7$ , monoclinic,  $P2_1$ , a =11.278 (5), b = 15.195 (5), c = 19.92 (1) Å,  $\beta =$ 91.60 (4)°, V = 3412 (4) Å<sup>3</sup>, Z = 2,  $D_m = 2.30$  (5),  $D_x$  $= 2.297 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\lambda$ (Mo  $K\overline{\alpha}$ ) = 0.7107 Å,  $\mu =$  $10.42 \text{ mm}^{-1}$ , F(000) = 2240, T = 293 (1) K, R =0.038 for 5062 independent observed reflections. Each Pt atom displays a square-planar cis coordination. It is linked to two N and two O atoms which belong respectively to the amide and the carboxylic groups of two glutamic acid molecules. The ranges of bond lengths are 1.98 (1)-2.03 (1) Å for Pt-O and 1.94 (1)-2.03 (1) Å for Pt-N. All complex anions  $[Pt(C_{10}H_{11}N_2O_6)]^-$  are almost planar and their geometry very similar to those previously described for the same anion. In each ligand, the amide function takes the tautomeric iminoalcohol form. The  $NH_{4}^{+}$  cations are surrounded by four, five or six O atoms which constitute distorted polyhedra (tetrahedron, pyramid with a square base, bipyramid with a triangular base, octahedron). The water molecule is involved in three hydrogen bonds, one of them being bifurcated.

**Partie expérimentale.** Préparation: On chauffe pendant quatre jours, vers 320 K, une solution aqueuse de L-pyroglutamate d'ammonium (2 mmol) additionnée de tétrachloroplatinate d'ammonium (1 mmol) dont le pH est maintenu vers 7,5. Masse volumique par flottaison. Plaquette:  $0,06 \times 0,11 \times 0,30$  mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que 7,24  $\leq \theta \leq 13,50^{\circ}$ .  $0,049 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,595 \text{ Å}^{-1}$ . Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s = (1,20 + 0,35tg\theta)^{\circ}$ .  $0 \leq h \leq 13$ ,  $0 \leq k \leq 18$ ,  $-23 \leq l \leq 23$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $\overline{400}$ , 400 et  $\overline{342}$ . Diminution de *I* au cours des mesures: 3,4%. Correc-

tions de décroissance. 6551 réflexions indépendantes mesurées, 1489 inobservées  $[I \le 2\sigma(I)]$ . Programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H liés à C(3), C(4), C(5), C'(3), C'(4) et C'(5): positions calculées, autres H non 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, 149). Paramètres affinés: x, y, z et  $\beta_{ii}$  de Pt, O, N et C.  $B(H) = B_{eq}$  de l'atome lié à H augmenté de 1 Å<sup>2</sup>. Corrections d'absorption: programme DIFABS (Walker & Stuart, 1983). Valeurs maximale et minimale du coefficient de correction: 1,208 et 0,773. R = 0,038, wR = 0,036,  $w = 1/\sigma^2(F), \quad S = 0.97, \quad (\Delta/\sigma)_{max} = 0.02, \quad \Delta\rho_{max} = 1,0 (2), \quad \Delta\rho_{min} = -0.9 (2) \text{ e } \text{Å}^{-3}.$  Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: 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 longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 représente l'un des anions [Pt( $C_{10}H_{11}N_2O_6$ )]<sup>-</sup> et la Fig. 2 le contenu de la maille. Les numéros attribués aux atomes présents dans les cinq anions s'obtiennent en ajoutant les nombres 10, 20, 30, 40 ou 50 aux

<sup>\*</sup> Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des angles de torsion, des distances C—H, des distances N—H et O—H susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène, des distances entre des atomes appartenant à des entités chimiques différentes et des distances des atomes aux plans moyens des anions ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 55300 (47 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbcy Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: DU0338]

## Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs<br/>de température isotropes équivalents (Ų) et

## Tableau 1. (suite)

	1	écarts_tvi	10	_ /		x	y	Z		B <sub>éq</sub>
ccur is-iype					N(51) 0,19 C(52) 0.19	1 (1) 2 (2)	0,280 (1)	0,1299	(6)  )	2,8 (3) 3 7 (4)
$B_{ea} =$	$B_{eq} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + ab(\cos\gamma)\beta_{12} + ac(\cos\beta)\beta_{13}$			C(52) 0,17 C(53) 0,31	9 (2)	0,395 (2)	0,135 (1	0	5.6 (6)	
~ ,		$+ bc(\cos\alpha)f$	3 <sub>23</sub> ].	( // 15	C(54) 0,39	2 (2)	0,315 (1)	0,136 (1	i)	4,8 (5)
			201		C(55) 0,30	5 (1)	0,250 (1)	0,1102	(9)	3,5 (4)
	x	у	z	$B_{\epsilon_q}$	O(56) 0,10 C(57) 0.22	13 (1) 13 (1)	0,4127 (9)	0,1481	(7)	4,4 (3)
Pt(10)	0,39245 (5)	0,250*	0,32736 (3)	2,03 (1)	O(58) 0,52	3(1)	0,136(1) 0,120(1)	0,1367	(9) (7)	4,1 (4) 4 8 (3)
N(11)	0,480 (1)	0,3648 (9)	0,3430 (7)	3,0 (3)	O(59) 0,22	52 (9)	0,1117 (8)	0,1477	(6)	2.8 (3)
C(12)	0,456 (2)	0,435 (1)	0,3/34 (9)	3,3 (4)	N'(51) - 0,08	3 (Ì)	0,2381 (8)	0,1508	(6)	2,1 (3)
C(13)	0,571 (2)	0,460 (1)	0,392(1) 0.377(1)	4,1 (5)	C'(52) -0,13	6 (1)	0,304 (1)	0,1227	(9)	3,1 (4)
C(15)	0.610 (1)	0.352 (1)	0.3278 (9)	3.0 (4)	C'(53) -0,26	8 (1)	0,302 (1)	0,128 (1	)	3,2 (4)
O(16)	0,360 (1)	0,4647 (9)	0,3913 (7)	4,8 (3)	C'(54) = -0.29	2(1)	0,207(1)	0,1501	(9)	2,8 (4)
C(17)	0,643 (1)	0,261 (1)	0,3311 (8)	2,7 (3)	O'(56) = 0.08	3(1)	0,178 (1)	0,1848	(7)	3,1 (4) 4 0 (3)
O(18)	0,7473 (9)	0,2412 (9)	0,3412 (7)	4,0 (3)	C'(57) -0,13	5 (2)	0.088(1)	0,1807	(9)	3.2 (4)
O(19)	0,5597 (8)	0,2026 (8)	0,3217 (6)	3,0 (3)	O'(58) -0,19	6 (1)	0,0243 (9)	0,1929	(7)	4,0 (3)
C'(12)	0,224(1) 0.153(1)	0.349(1)	0.3319 (8)	2,7 (3)	O'(59) -0,02	06 (9)	0,0735 (8)	0,1679	(6)	3,0 (3)
C'(13)	0,023 (1)	0,318 (1)	0,3323 (9)	2,9 (4)	N(60) 0,56	7(1)	0,0395 (9)	0,2395	(7)	2,9 (3)
C'(14)	0,025 (1)	0,220 (1)	0,328 (1)	3,6 (4)	N(61) 0,35 N(62) 1.16	5 (1) 7 (1)	0,958(1) 0.342(1)	0,3948	(7) (8)	2,7 (3)
C'(15)	0,156 (1)	0,203 (1)	0,3517 (7)	2,0 (3)	N(63) 0.15	9(1)	0.933(1)	0,1911	(9)	4.8 (4)
O'(16)	0,185 (1)	0,4244 (9)	0,3223 (7)	4,4 (3)	N(64) - 0,05	2(1)	-0,037 (1)	0,3446	(9)	4,7 (4)
O'(18)	0,213(1)	0,122 (1)	0,3212 (9)	2,3 (3)	O(65) 0,23	4 (1)	0,569 (1)	0,6198	(9)	7,6 (4)
O'(19)	0.325 (1)	0,1282 (8)	0.3111 (6)	3.5 (3)						
Pt(20)	0,64585 (6)	0,15877 (6)	0,96098 (3)	3,00 (1)			. 0			
N(21)	0,534 (1)	0,063 (1)	0,9849 (7)	3,3 (4)	Tableau 2.	Longueu	ers (A), c	ingles de.	s liaisor	ıs (°) et
C(22)	0,526 (2)	0,009 (1)	1,032 (1)	3,7 (5)		Ū	écarte-ti	no		
C(23)	0,408 (2)	-0,037 (1)	1,035 (1)	4,7 (5)			ecur 13-1	<i>pe</i>		
C(24) C(25)	0,330 (2)	0,020 (1)	0,988 (1)	3,0 (4)		Anion 1	Anion 2	Anion 3	Anion A	Anion 5
0(26)	0.611(1)	-0.019(1)	1.0734 (8)	5,8 (5)	Pt = N(1)	2 03 (1)	1 99 (2)	2 00 (2)	1 07 (1)	201(1)
C(27)	0,398 (1)	0,167 (1)	0,9346 (8)	2,8 (4)	$Pt \rightarrow O(9)$	2,03 (1)	2.02(1)	2,00 (1)	2 03 (1)	2,01 (1)
O(28)	0,297 (1)	0,196 (1)	0,9249 (7)	5,1 (3)	Pt-N'(1)	1,96 (1)	2,02 (1)	2,00 (1)	1.94 (1)	1.99 (1)
O(29)	0,4906 (9)	0,2168 (9)	0,9336 (6)	4,0 (3)	PtO'(9)	2,02 (1)	2,03 (1)	2,03 (1)	1,98 (1)	2,02 (1)
N'(21)	0,811 (1)	0,115 (1)	0,9845 (7)	3,4 (3)	N(1)—C(2)	1,28 (2)	1,26 (3)	1,26 (3)	1,31 (2)	1,29 (2)
C <sup>(22)</sup>	0,859 (2)	0,036 (1)	1,0002 (9)	3,9 (5)	N(1)—C(5)	1,52 (2)	1,43 (2)	1,52 (2)	1,54 (2)	1,43 (2)
C'(23)	1,012 (2)	0,043 (1)	0,994 (1)	3,4 (4)	C(2) - C(3)	1,50 (3)	1,51 (3)	1,50 (3)	1,48 (2)	1,51 (3)
C'(25)	0.901 (2)	0.178(2)	0.974 (1)	4.5 (5)	C(2) = O(6) C(3) = C(4)	1,22 (2)	1,31 (2)	1,29 (2)	1,32 (2)	1,28 (2)
O'(26)	0,799 (1)	-0,0296 (9)	1,0173 (8)	4,8 (4)	C(4) - C(5)	1,50 (3)	1,54 (3)	1,55 (3)	1,54 (3)	1,47(3)
C'(27)	0,854 (1)	0,250 (2)	0,9271 (9)	3,8 (4)	C(5)-C(7)	1,44 (2)	1,49 (3)	1,52 (3)	1,53 (3)	1,53 (3)
O'(28)	0,923 (1)	0,304 (1)	0,8988 (7)	4,8 (3)	C(7)—O(8)	1,23 (2)	1,24 (2)	1,19 (2)	1,21 (2)	1,26 (2)
O'(29)	0,7413 (9)	0,2604 (8)	0,9248 (6)	3,4 (3)	C(7)—O(9)	1,29 (2)	1,29 (2)	1,35 (2)	1,26 (2)	1,32 (2)
N(31)	0,34223 (6)	0,23005(5) 0.137(1)	0,74535(3)	2,71(1)	N'(1) - C'(2)	1,37 (2)	1,35 (3)	1,32 (3)	1,37 (2)	1,28 (2)
C(32)	0.218 (2)	0.063 (1)	0.7738 (9)	4.0 (5)	C(2) - C'(3)	1,40 (2)	1,42 (3)	1,50 (2)	1,45 (2)	1,50 (2)
C(33)	0,095 (2)	0,025 (2)	0,766 (1)	6,3 (6)	C'(2) = O'(6)	1,21 (2)	1,25 (3)	1,30 (3)	1,34(2) 1.28(2)	1,25 (2)
C(34)	0,017 (2)	0,104 (2)	0,745 (1)	5,4 (6)	C'(3)—C'(4)	1,50 (3)	1,54 (3)	1,54 (3)	1,50 (3)	1,53 (2)
C(35)	0,109 (1)	0,166 (1)	0,7143 (8)	3,4 (4)	C'(4)-C'(5)	1,56 (2)	1,49 (3)	1,53 (2)	1,51 (2)	1,60 (2)
O(36) C(37)	0,305 (1)	0,0148 (8)	0,7954 (7)	4,2 (3)	C'(5) - C'(7)	1,53 (2)	1,53 (3)	1,48 (3)	1,55 (2)	1,43 (3)
O(38)	-0.005(1)	0,2988 (9)	0,7258 (7)	5,9 (4) 4 8 (3)	C'(7) = O'(8)	1,24 (2)	1,26 (2)	1,25 (2)	1,24 (2)	1,21 (2)
O(39)	0,194 (1)	0,3074 (9)	0,7324 (7)	4,1 (3)		1,27 (2)	1,20 (2)	1,29 (2)	1,29 (2)	1,55 (2)
N'(31)	0,502 (1)	0,182 (1)	0,7623 (7)	2,8 (3)	N(1)-Pt-O(9)	82,1 (5)	80,3 (5)	82,0 (6)	80,4 (6)	81,2 (5)
C'(32)	0,550 (2)	0,103 (1)	0,7611 (8)	3,9 (5)	N(1)—Pt—N'(1)	106,1 (5)	107,0 (6)	105,5 (6)	107,9 (6)	106,2 (6)
C(33) C(34)	0,682 (2)	0,116 (1)	0,764 (1)	3,7 (4)	N(1) - Pt - O'(9)	172,8 (5)	171,0 (5)	171,8 (5)	172,4 (4)	172,2 (5)
C(34)	0,592 (1)	0,214(1) 0,252(1)	0,7275 (8)	3,0 (3)	O(9) - Pt - N(1) O(9) - Pt - O'(9)	1/0,8 (6)	1/2,7 (5)	1/2,0 (6)	1/1,4 (5)	1/2,6 (5)
O'(36)	0,499 (1)	0,0322 (7)	0,7560 (7)	3,7 (3)	N'(1) - Pt - O'(9)	811(5)	92,1 (4) 80 7 (5)	30,4 (4) 82,2 (6)	79.4 (5)	91,1 (0) 81 1 (5)
C'(37)	0,553 (2)	0,338 (1)	0,750 (Ì)	3,5 (4)	Pt-N(1)-C(2)	133 (1)	136 (1)	138 (1)	138 (1)	136 (1)
O'(38)	0,621 (1)	0,4019 (9)	0,7434 (6)	3,6 (3)	Pt—N(1)—C(5)	109 (1)	110 (1)	110 (1)	113 (1)	114 (Ì)
U'(39) Pr(40)	0,442 (1)	0,3473 (8)	0,7367 (7)	3,6 (3)	C(2) - N(1) - C(5)	115 (1)	113 (2)	112 (2)	107 (1)	110 (1)
PI(40) N(41)	0,13100(3) 0.023(1)	0,27483 (3)	0,54038 (3)	2,10(1)	N(1) - C(2) - C(3)	107 (2)	114 (2)	112 (2)	116 (1)	108 (2)
C(42)	0,023 (2)	0.090 (1)	0,5407 (9)	2,9 (4)	C(3) - C(2) - O(6)	130 (2)	126(2) 117(2)	126 (2)	121(2) 123(2)	126 (2)
C(43)	-0,094 (1)	0,048 (1)	0,5468 (9)	2,8 (4)	C(2) - C(3) - C(4)	107 (2)	102 (2)	104 (2)	101(1)	106 (2)
C(44)	-0,174 (2)	0,127 (1)	0,555 (1)	4,3 (5)	C(3)-C(4)-C(5)	101 (1)	103 (1)	101 (2)	104 (1)	101 (2)
C(45)	-0,108 (1)	0,202 (1)	0,5192 (8)	3,0 (4)	N(1)-C(5)-C(4)	103 (1)	105 (1)	104 (2)	102 (1)	107 (2)
C(40)	-0.123(1)	0,0430 (8)	0,5449 (7)	4,2 (3) 3 1 (4)	N(1) - C(5) - C(7)	111 (1)	110 (2)	110(1)	108 (1)	108 (1)
O(48)	-0.2188(9)	0.3199 (9)	0,5614 (8)	4.9 (3)	C(4) - C(3) - C(7)	119(1)	124 (2)	124 (2)	117 (1)	113 (1)
O(49)	-0,025 (1)	0,3376 (9)	0,5526 (7)	3,8 (3)	C(5)-C(7)-O(9)	118 (1)	114 (1)	111 (2)	114 (1)	115 (1)
N′(41)	0,293 (1)	0,2308 (9)	0,5337 (6)	2,5 (3)	O(8)-C(7)-O(9)	123 (2)	122 (2)	124 (2)	127 (2)	121 (2)
C <sup>*</sup> (42)	0,345 (1)	0,161 (1)	0,5029 (7)	1,9 (3)	PtO(9)C(7)	115 (1)	116 (1)	118 (1)	120 (1)	116 (1)
C (43)	0,480 (1)	0,176 (1)	0,5002 (9)	2,9 (4)	Pt-N'(1)-C'(2)	137 (1)	135 (1)	138 (1)	136 (1)	136 (1)
C'(45)	0,792(1) 0.386(1)	0.285(1)	0,5200 (9)	2,7 (3)	「「「」N(I)—U(3) 「(2)」N(1)」「(3)	113,3 (9)	114(1)	110(1)	108 (1)	110,1 (9)
O'(46)	0,291 (1)	0,0942 (8)	0,4784 (6)	3,0 (3)	N'(1) - C'(2) - C'(3)	108 (1)	108 (2)	107 (2)	110 (1)	112 (1)
C'(47)	0,337 (1)	0,381 (1)	0,5642 (9)	2,5 (4)	N'(1)-C'(2)-O'(6)	126 (1)	124 (2)	127 (2)	125 (1)	124 (1)
O'(48)	0,402 (1)	0,4454 (9)	0,5732 (7)	4,3 (3)	C'(3)-C'(2)-O'(6)	125 (2)	128 (2)	126 (2)	124 (1)	122 (1)
O'(49)	0,2231 (9)	0,3845 (7)	0,5560 (6)	3,0 (3)	C'(2)—C'(3)—C'(4)	107 (1)	105 (2)	109 (2)	102 (1)	103 (1)
r(())	0,07000 (5)	0,18219 (3)	0,14/38 (3)	2,41 (1)	C'(3) - C'(4) - C'(5) N'(1) - C'(5) - C'(4)	100 (1)	100 (2)	98 (1) 105 (1)	103 (1)	103 (1)
	* Coord	donnée choisie ar	N'(1)—C'(5)—C'(7)	109 (1)	110 (1)	111 (1)	106 (1)	113 (1)		
							· · ·	<b>N</b> -7	N-7	·-/





Fig. 2. Vue de la maille en perspective.

Fig. 1. Dessin de l'un des anions  $[Pt(C_{10}H_{11}N_2O_6)]^-$  et noms des atomes qu'il contient.

numéros indiqués sur la Fig. 1 pour les atomes homologues. Le premier chiffre du numéro désigne ainsi l'anion auquel l'atome appartient. Dans un même anion, les atomes des deux coordinats ont les mêmes numéros. Pour les différencier, un prime a été ajouté aux symboles utilisés pour nommer les atomes de l'un d'entre eux. Les atomes d'azote des ions ammonium portent les numéros 60 à 64 et l'atome d'oxygène de la molécule d'eau le numéro 65.

Seule, l'étude des environnements a permis d'identifier ce dernier. Les ions ammonium ont pour proches voisins quatre, cinq ou six atomes d'oxygène situés à des distances comprises entre 2,67 (2) et 3,09 (2) Å. L'ion édifié autour de N(60) a pour polyèdre de coordination une pyramide ayant pour base un quadrilatère irrégulier ou un tétraèdre dont l'un des sommets serait dédoublé. On trouve respectivement un octaèdre irrégulier et un tétraèdre pour les ions formés par N(61) et N(62) et une bipyramide à base triangulaire pour ceux réalisés par N(63) et N(64). La molécule d'eau paraît impliquée dans deux liaisons O—H…O dont l'une doit être, compte tenu de la proximité de O'(48) et de O'(49), une liaison bifurquée, et dans une liaison N-H···O issue de N(64).

La détermination de la structure du penta [bis(5oxoprolinato)platinate(II) d'ammonium] monohydrate a été entreprise dans le cadre de la synthèse et de l'étude des composés de coordination formés par le platine(II) avec les acides aminés.

Littérature associée. Structure du tétra[bis(5-oxoprolinato)platinate(II) de potassium] pentahydrate (Viossat, Rodier, Nguyen-Huy Dung & Guillard, 1986), et structure du bis(5-oxoprolinato)platinate(II) de sodium dihydrate (Viossat, Khodadad & Rodier, 1990).

## Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). SDP Structure Determination Package. College Station, Texas, EU.
- JOHNSON, C. K. (1976). ORTEPII. 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). 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.
- VIOSSAT, B., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1990). Acta Cryst. C46, 2062-2065.
- VIOSSAT, B., RODIER, N., NGUYEN-HUY DUNG & GUILLARD, O. (1986). Acta Cryst. C42, 659–662.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). Acta Cryst. A39, 159-166.