

geometry of the title compound, being similar to that of [Co(dppep)(SPh)<sub>2</sub>] (Wei, Hong, Huang & Liu, 1991) is a distorted trigonal bipyramid with a five-coordinate Co atom.

The mean Co—P distance (2.160 Å) in the title compound is significantly shorter than that of 2.345 (6) Å in [Co(dppp)(SPh)<sub>2</sub>] [dppp = Ph<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>PPh<sub>2</sub>] or 2.237 (5) Å in [Co(dppep)(SPh)<sub>2</sub>] (Wei, Hong, Huang & Liu, 1991). The Co—S distance in the title compound (2.302 Å) is slightly longer than the mean Co—S distance of 2.256 Å found in [Co(dppep)(SPh)<sub>2</sub>].

This work was partly supported by a National Natural Science Foundation Grant.

#### References

- BLOWER, P. J. & DILWORTH, J. R. (1987). *Coord. Chem. Rev.* **76**, 121–185.  
 CANICH, J. A. M., COTTON, F. A., DUNBAR, K. R. & FALVELLO, L. R. (1988). *Inorg. Chem.* **27**, 804–811.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)  
 FRENZ, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP – A Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Solution*. In *Computing in Crystallography*, edited by H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI. Delft Univ. Press.  
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.  
 WEI, G. W., HONG, M. C., HUANG, Z. Y. & LIU, H. Q. (1991). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* p. 3145.  
 WEI, G. W., LIU, H. Q., HUANG, Z. Y., HONG, M. C., HUANG, L. R. & KANG, B. S. (1991). *Polyhedron*, **10**, 553–560.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 2132–2135

## Structure du Trihydrogène Hydroxy-1 Ethanedi(phosphonate)-1,1 de Strontium Tétrahydrate

PAR R. ROCHDAOUI, J.-P. SILVESTRE ET NGUYEN QUY DAO\*

Laboratoire de Chimie et Physico-Chimie Moléculaires, URA 0441 du CNRS, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry CEDEX, France

M.-R. LEE

Laboratoire de Cristalochimie du Solide, Université Pierre et Marie Curie, 4 Place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05, France

ET A. NEUMAN

Laboratoire de Chimie Structurale Biomoléculaire, URA 1430 du CNRS, Université de Paris Nord, 74 rue Marcel Cachin, 93012 Bobigny CEDEX, France

(Reçu le 25 novembre 1991, accepté le 3 avril 1992)

**Abstract.** Bis[trihydrogen 1-hydroxy-1,1-ethanediyl-bis(phosphinato)(1-)]strontium tetrahydrate, [Sr(C<sub>2</sub>H<sub>7</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)<sub>2</sub>].4H<sub>2</sub>O, *M*<sub>r</sub> = 569.72, monoclinic, C2/c, *a* = 18.411 (9), *b* = 12.769 (6), *c* = 8.323 (5) Å, β = 100.72 (6)°, *V* = 1922 (25) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D*<sub>m</sub> = 1.95, *D*<sub>x</sub> = 1.969 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 7.97 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 1152, room temperature, *R* = 0.049 for 1006 independent reflections. The Sr atom is eightfold coordinated to two monodentate and two tridentate hdp<sup>-</sup> ligands. The structure is made up of chains of edge-sharing SrO<sub>8</sub> polyhedra along the [001] direction. These chains are linked together through hydrogen bonds involving the water molecules.

**Introduction.** Ce travail entre dans le cadre d'une étude structurale systématique des complexes susceptibles de se former entre cations métalliques et acides organophosphorés à fonction hydroxydiphosphonique.†

**Partie expérimentale.** Le complexe [Sr{C(CH<sub>3</sub>)(OH)(P<sub>2</sub>O<sub>6</sub>H<sub>3</sub>)<sub>2</sub>}.4H<sub>2</sub>O est obtenu sous forme de monocristaux prismatiques incolores par évaporation lente à température ambiante d'une solution aqueuse résultant de l'attaque de carbonate de strontium par l'acide hydroxyéthylidenediphosphonique (HEDP)

† Etude intégrée dans une Action de Recherche Coordonnée pluridisciplinaire soutenue par le PIRSEM-CNRS et l'AFME portant sur la synthèse et la mise au point de nouveaux extractants hydroxydiphosphonés à hautes performances.

\* Auteur pour correspondance.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique équivalents ( $\text{\AA}^2$ )
$$B_{eq} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{eq}$
Sr	0	0,0341 (1)	0,25	2,1 (1)
P(1)	0,0824 (1)	0,1962 (2)	-0,0230 (3)	2,5 (1)
P(2)	0,1926 (1)	0,0697 (2)	0,2228 (3)	2,5 (1)
C(1)	0,1419 (4)	0,1929 (6)	0,1798 (10)	2,8 (3)
C(2)	0,1919 (4)	0,2870 (7)	0,2058 (10)	3,9 (4)
O(C1)	0,0893 (3)	0,1922 (4)	0,2880 (7)	3,3 (2)
O(1)	0,0274 (3)	0,1092 (3)	-0,0332 (6)	2,4 (2)
O(2)	0,0448 (3)	0,3047 (4)	-0,0383 (7)	3,5 (2)
O(3)	0,1317 (3)	0,1936 (4)	-0,1557 (6)	2,9 (2)
O(4)	0,2413 (3)	0,0548 (8)	0,0987 (7)	3,2 (2)
O(5)	0,1358 (3)	-0,0120 (4)	0,2298 (7)	2,7 (2)
O(6)	0,2403 (3)	0,0884 (4)	0,3941 (6)	3,5 (3)
O(W1)	0,1081 (3)	0,5491 (5)	0,3464 (10)	6,2 (3)
O(W2)	0,1043 (4)	0,3489 (6)	0,5058 (10)	8,5 (4)

dans le rapport molaire  $\text{SrCO}_3\text{:HEDP} = 1/2$ . Dans ce cas l'acide HEDP se comporte comme un acide monovalent alors qu'il est divalent dans le cas du complexe de calcium  $[\text{CaC}(\text{CH}_3)(\text{OH})(\text{PO}_3\text{H})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dont la structure a été précédemment résolue (Uchtmann, 1972).

Densité expérimentale évaluée par flottaison dans un mélange diiodométhane/phtalate d'éthyle; cristal de dimensions (mm):  $0,125 \times 0,150 \times 0,500$ . Intensités collectées sur diffractomètre à quatre cercles Philips PW 1100 équipé d'un monochromateur en graphite; méthode de mesure des intensités:  $\theta/2\theta$ . Paramètres de la maille affinés par moindres carrés en utilisant 25 réflexions dans le domaine  $20 < 2\theta < 30^\circ$ ;  $\theta_{\text{max}} = 68^\circ$ ;  $-17 \leq h \leq 17$ ,  $-12 \leq k \leq 12$ ,  $0 \leq l \leq 9$ ; vitesse de balayage  $0,01^\circ \text{ s}^{-1}$ ; correction de Lorentz et de polarisation; correction empirique d'absorption à partir de mesures azimutales (Walker & Stuart, 1983), valeurs extrêmes de correction de l'absorption: 1,226 et 0,873; trois réflexions (642, 531, 712) de contrôle d'intensité et d'orientation testées toutes les 2 h, correction linéaire de la décroissance de  $0,09\% \text{ h}^{-1}$ ; 2140 réflexions mesurées dont 1038 indépendantes et 1006 telles que  $I > 3\sigma(I)$ ;  $R_{\text{int}} = 0,048$ ; pas de correction d'extinction primaire et secondaire; facteurs de diffusion des atomes neutres issus de *SHELX76* (Sheldrick, 1976) pour les atomes autres que le strontium et de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, Tableaux 2.2B et 2.3.1) pour l'atome neutre de strontium, avec correction des effets de la dispersion anormale ( $f' = -0,465$  et  $f'' = 1,82$ ).

L'atome de strontium est localisé à l'aide de la fonction de Patterson et les autres atomes par synthèses de Fourier-différence successives suivies d'affinements basés sur *F* et utilisant la matrice totale; les atomes d'hydrogène autres que ceux des molécules d'eau sont positionnés à partir de la dernière synthèse de Fourier-différence et non-affinés; les atomes d'hydrogène de l'eau sont placés en tenant compte des liaisons  $\text{O}\cdots\text{O}$  et des valeurs classiques des liaisons  $\text{O}(\text{W})\text{—H}$ ; 123 paramètres affinés;  $R = 0,049$ ;

Tableau 2. Distances ( $\text{\AA}$ ), angles de liaison ( $^\circ$ ) et liaisons hydrogène ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

Polyèdre $\text{SrO}_6$			
Sr—O(1 <sup>iii</sup> )	2,554 (5)	Sr—O(5 <sup>ii</sup> )	2,604 (5)
Sr—O(1 <sup>i</sup> )	2,554 (5)	Sr—O(5)	2,604 (5)
Sr—O(C1 <sup>ii</sup> )	2,585 (5)	Sr—O(1 <sup>ii</sup> )	2,678 (5)
Sr—O(C1)	2,585 (5)	Sr—O(1)	2,678 (5)
Groupement diphosphonate			
P(1)—O(1)	1,494 (5)	O(1)—P(1)—O(2)	112,0 (3)
P(1)—O(2)	1,543 (5)	O(1)—P(1)—O(3)	115,0 (3)
P(1)—O(3)	1,556 (5)	O(2)—P(1)—O(3)	105,8 (3)
P(2)—O(4)	1,500 (5)	O(4)—P(2)—O(5)	116,7 (3)
P(2)—O(5)	1,485 (5)	O(4)—P(2)—O(6)	109,9 (3)
P(2)—O(6)	1,548 (6)	O(5)—P(2)—O(6)	111,0 (3)
C(1)—P(1)	1,835 (9)	C(1)—P(1)—O(1)	108,5 (3)
C(1)—P(2)	1,831 (8)	C(1)—P(1)—O(2)	106,2 (3)
C(1)—O(C1)	1,440 (9)	C(1)—P(1)—O(3)	109,0 (3)
C(1)—C(2)	1,505 (10)	C(1)—P(2)—O(4)	109,0 (3)
		C(1)—P(2)—O(5)	106,2 (3)
		C(1)—P(2)—O(6)	103,2 (3)
		P(1)—C(1)—P(2)	113,3 (4)
		P(1)—C(1)—O(C1)	102,7 (4)
		P(2)—C(1)—O(C1)	104,5 (5)
		P(1)—C(1)—C(2)	111,0 (6)
		P(2)—C(1)—C(2)	112,5 (5)
		C(2)—C(1)—O(C1)	112,3 (6)

## Liaisons hydrogène

<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>B—C</i>	<i>C...D</i>	<i>B...D</i>	<i>B—C...D</i>
O(6)—H(6)...	O(4 <sup>iii</sup> )		1,12	1,40	2,497 (7)	165
O(3)—H(3)...	O(5 <sup>iii</sup> )		1,24	1,28	2,513 (7)	172
O(W1)—H(1W1)...	O(W2)		1,06	1,84	2,887 (9)	169
O(W1)—H(2W1)...	O(4 <sup>i</sup> )		0,98	1,91	2,725 (8)	139
O(C1)—H(OCl)...	O(W2)		0,99	1,69	2,679 (9)	172
O(2 <sup>i</sup> )—H(2 <sup>i</sup> )...	O(W1)		1,02	1,48	2,487 (8)	173
O(W2)—H(2W2)...	O(2 <sup>i</sup> )		0,95	1,98	2,864 (9)	154
O(W20)—H(1W2)			0,93			

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

$wR = 0,055$ ;  $w = 1/\sigma^2(F)$ ;  $S = 4,06$ ;  $\Delta/\sigma_{\text{max}} = 0,023$  [pour  $x$  de O(W2)]; les fluctuations de densité électronique sur la dernière carte de Fourier-différence sont comprises entre 2,14 et  $-0,46 \text{ e \AA}^{-3}$ ; programme *SHELX76* (Sheldrick, 1976); ordinateur IBM 4381; programme *ORTEP* (Johnson, 1965) avec calculateur GOULD PN 9050.

**Discussion.** Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique équivalents sont donnés dans le Tableau 1.\* Le Tableau 2 comporte les valeurs des principales distances interatomiques ainsi que celles des principaux angles de liaison.

Le strontium, en position spéciale  $(0 \ y \ \frac{1}{2})$ , est coordonné à huit atomes d'oxygène (Fig. 1) distants de moins de 2,7  $\text{\AA}$ . Les atomes O(1), O(1<sup>i</sup>), O(1<sup>iii</sup>) et O(1<sup>ii</sup>), projetés dans le plan (100), se situent aux sommets d'un trapèze, les écarts à ce plan étant de  $\pm 0,504 \text{ \AA}$ . Les quatre autres atomes d'oxygène

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55343: 9 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: DU0334]

O(C1), O(C1<sup>ii</sup>), O(5<sup>ii</sup>), O(5) forment également un trapèze mais de plan moyen (004), les écarts à ce plan étant de 0,17 Å pour O(5) et O(5<sup>ii</sup>) et de 0,32 Å pour O(C1) et O(C1<sup>ii</sup>). Sr est relié à deux coordinats HEDP<sup>-</sup> par liaison monodentée et à deux autres coordinats HEDP<sup>-</sup> par liaison tridentée (Fig. 1). Chaque coordiat HEDP<sup>-</sup> est lié à deux cations strontium (Fig. 1).

Les polyèdres SrO<sub>8</sub> forment des enchaînements linéaires d'axe [001] avec mise en commun des arêtes de type O(1)—O(1<sup>i</sup>) (Fig. 1). De plus, des ponts hydrogène inter-coordinats O(6)⋯O(4<sup>iii</sup>) = 2,497 (7) et O(5)⋯O(3<sup>iii</sup>) = 2,513 (7) Å renforcent ces enchaînements (Fig. 2). La cohésion de la structure est assurée par des ponts hydrogène (Fig. 2) faisant intervenir deux molécules d'eau qui relient les enchaînements (SrO<sub>8</sub>-HEDP<sub>2</sub>)<sub>∞</sub> selon O(C1)⋯O(W2)⋯O(W1)⋯O(2<sup>v</sup>), l'atome d'oxygène O(W1) étant par ailleurs lié à O(4<sup>vi</sup>) par une autre liaison hydrogène [O(W1)⋯O(4<sup>vi</sup>) = 2,725 (8) Å]. Chaque pont relie ainsi trois enchaînements qui se correspondent par les translations *b* et *a*/2 + *b*/2 (Fig. 2).

Cette structure ménage des tunnels d'axe [001], délimités par les atomes O(2), O(2<sup>ii</sup>), O(W1), O(W2) et leurs équivalents centrosymétriques. Ces tunnels pourraient accueillir des molécules d'eau.

Selon la direction de vision P(1)⋯P(2), les groupements PO<sub>3</sub> sont en position éclipsée (écart maximal de 7°). Ils se différencient par les longueurs des liaisons P—O. Pour P(1) on relève une liaison courte P(1)=O(1) de 1,494 (5) Å dont l'atome d'oxygène participe à la coordination de deux Sr (Fig. 1), et deux liaisons longues: P(1)—O(2) [1,543 (5) Å] où O(2) est donneur de liaison hydrogène dans le pont

hydrogène dont le symétrique O(2<sup>v</sup>)⋯O(W1) est visible Fig. 2, P(1)—O(3) [1,556 (5) Å] où O(3) est donneur *vis-à-vis* d'un coordiat HEDP<sup>-</sup> (Fig. 2). Pour P(2) on relève deux liaisons courtes (Fig. 2): P(2)=O(4) [1,500 (5) Å] où O(4) est accepteur de deux liaisons hydrogène et P(2)—O(5) [1,485 (5) Å] où O(5) — également accepteur d'une liaison hydrogène — est impliqué dans la coordination du Sr mais une seule liaison longue P(2)—O(6) [1,548 (6) Å] où O(6) est lié par un pont hydrogène avec O(4<sup>iii</sup>) d'un HEDP<sup>-</sup> voisin. Dans cette structure on observe (Fig. 2) la présence d'une distance O⋯O très courte [O(3)⋯O(5<sup>iii</sup>) = 2,513 (7) Å] pour laquelle la dernière carte de Fourier-différence révèle la présence d'un atome d'hydrogène à peu près à mi-distance et faisant un angle proche de 180° avec les atomes d'oxygène. Ce genre de liaison remarqué dans plusieurs complexes de l'acide HEDP, notamment dans le cas de [Rb{C(CH<sub>3</sub>)(OH)(P<sub>2</sub>O<sub>6</sub>H<sub>3</sub>)}.2H<sub>2</sub>O (Charpin, Lance, Nierlich, Vignier, Lee, Silvestre & Nguyen Quy Dao, 1988), a été étudié de manière plus approfondie par diffraction des neutrons sur ce même composé (Silvestre, Bkouche-Waksman, Heger & Nguyen Quy Dao, 1990). Par analogie et compte tenu de la longueur de la liaison P(1)—O(3) il semble très probable que dans le complexe du Sr l'atome d'hydrogène H(3) ne soit pas en position médiane mais plus proche et lié à O(3).

Nous remercions la Société PROTEX (France) pour la fourniture de l'acide hydroxyéthylidenedi-phosphonique qu'elle commercialise sous le nom de Masquol P210.

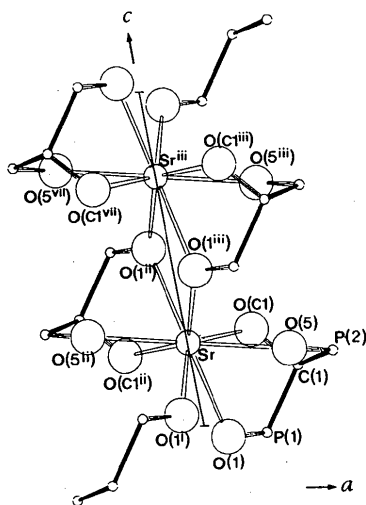


Fig. 1. Environnement du strontium (projection partielle parallèlement à *y*). Code de symétrie: (i)  $-x, -y, -z$ ; (ii)  $-x, y, \frac{1}{2} - z$ ; (iii)  $x, -y, \frac{1}{2} + z$ ; (vii)  $-x, -y, 1 - z$ .

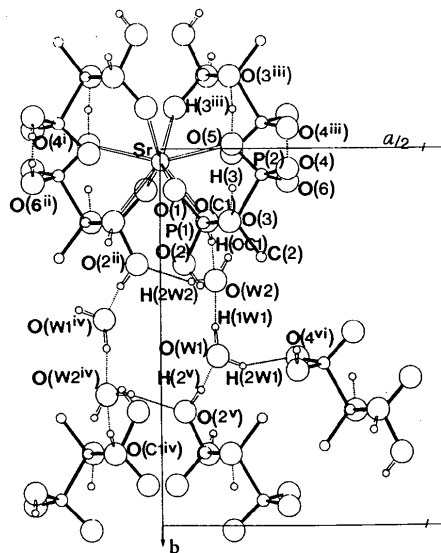


Fig. 2. Projection partielle de la structure dans le plan *xy*. Code de symétrie: (i)  $-x, -y, -z$ ; (ii)  $-x, y, \frac{1}{2} - z$ ; (iii)  $x, -y, \frac{1}{2} + z$ ; (iv)  $-x, 1 - y, 1 - z$ ; (v)  $x, 1 - y, \frac{1}{2} + z$ ; (vi)  $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ .

## Références

- CHARPIN, P., LANCE, M., NIERLICH, M., VIGNIER, D., LEE, M.-R., SILVESTRE, J.-P. & NGUYEN QUY DAO (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 990–992.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, E.-U.

- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.  
 SILVESTRE, J.-P., BKOUICHE-WAKSMAN, I., HEGER, G. & NGUYEN QUY DAO (1990). *New J. Chem.* **14**, 29–35.  
 UCHTMAN, V. A. (1972). *J. Phys. Chem.* **76**, 1304–1310.  
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 2135–2137

## Bis(cyclopentadienyl) Actinide(IV) Compounds. I. The Structure of Dichlorobis(pentamethyl- $\eta^5$ -cyclopentadienyl)uranium(IV) and Dichlorobis(pentamethyl- $\eta^5$ -cyclopentadienyl)thorium(IV)

BY M. R. SPIRLET,\* J. REBIZANT AND C. APOSTOLIDIS

*Commission of the European Communities, JRC, Institute for Transuranium Elements, Postfach 2340, D. 7500 Karlsruhe, Germany*

AND B. KANELLAKOPOULOS

*Institut für Heisse Chemie, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Postfach 3640, D. 7500 Karlsruhe, Germany*

(Received 30 October 1991; accepted 26 March 1992)

**Abstract.**  $[\text{UCl}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{15})_2]$ ,  $M_r = 579.40$ , orthorhombic, *Fmm2*,  $a = 14.913$  (3),  $b = 17.348$  (3),  $c = 8.168$  (2) Å,  $V = 2113$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.821$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$  Å,  $\mu = 7.5385$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1104$ ,  $T = 295$  (1) K,  $R = 0.049$  for 436 observed reflections [ $I > 3\sigma(I)$ ].  $[\text{ThCl}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{15})_2]$ ,  $M_r = 573.41$ , orthorhombic, *Fmm2*,  $a = 14.939$  (4),  $b = 17.535$  (5),  $c = 8.201$  (2) Å,  $V = 2148$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.773$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$  Å,  $\mu = 7.4334$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1096$ ,  $T = 295$  (1) K,  $R = 0.045$  for 548 observed reflections [ $I > 3\sigma(I)$ ]. The two complexes are isostructural. The coordination geometry about the actinide atom is that of a distorted tetrahedron of symmetry  $C_{2v}$ , formed by the two Cl atoms and the centroids of the two cyclopentadienyl ligands. The corresponding bond angles in the two molecules are remarkably alike. The molecular geometry appears to be heavily influenced by intramolecular non-bonded interactions.

**Introduction.**  $\text{MX}_2(\text{C}_5\text{H}_5)_2$  compounds are rather unstable for the actinide elements. While the structures of a number of  $\text{Ti}^{4+}$  and  $\text{Zr}^{4+}$  compounds of this type have been reported (Bruce, 1978, 1979), the only actinide compound for which both a synthesis and structure have been reported is bis(cyclopenta-

dienyl)bis(tetrahydroborato)uranium,  $[\text{U}(\text{C}_5\text{H}_5)_2(\text{BH}_4)_2]$  (Zanella, de Paoli, Bombieri, Zanotti & Rossi, 1977); attempts to prepare  $[\text{UCl}_2(\text{C}_5\text{H}_5)_2]$  have not yet succeeded.

Alkylation of the cyclopentadienyl rings greatly improves the solubility and crystallizability of the resulting actinide complexes and the following bis(pentamethylcyclopentadienyl)actinide(IV) complexes have been synthesized and characterized by X-ray diffraction:  $[\text{Th}\{\text{C}_5(\text{CH}_3)_5\}\text{Cl}\{\text{COCH}_2(\text{CH}_3)_3\}]$  (Fagan, Manriquez, Marks, Day, Vollmer & Day, 1980);  $[\text{Th}\{(\text{CH}_3)_5\text{C}_5\}_2\{\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3\}_2]$  (Bruno, Smith, Fair, Schultz, Marks & Williams, 1986);  $[\text{Th}\{(\text{CH}_3)_5\text{C}_5\}_2\{\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_3\}_2]$  (Bruno, Marks & Day, 1983). We report here the syntheses and structures of  $[\text{UCl}_2\{\text{C}_5(\text{CH}_3)_5\}]$  and  $[\text{ThCl}_2\{\text{C}_5(\text{CH}_3)_5\}]$ . The structure of a pyrazole adduct of  $[\text{U}\{\text{C}_5(\text{CH}_3)_5\}\text{Cl}_2]$  (Eigenbrot & Raymond, 1982) has also been reported.

**Experimental.** Synthesis of the title complexes was by reaction of uranium (or thorium) tetrachloride and potassium pentamethylcyclopentadienyl in stoichiometric proportions and extraction with *n*-pentane. Single crystals were obtained by sublimation under high vacuum at 373 K (393 K). (Where details for thorium are different they are given in parentheses.) Crystals  $0.30 \times 0.30 \times 0.25$  mm ( $0.30 \times 0.07 \times 0.07$  mm) were sealed in thin-walled glass capillaries

\* On leave from the University of Liège, Belgium.