

SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
SHELDRICK, G. M. (1990). *Acta Cryst. A* **46**, 467–473.

STEYNBERG, E. C., LAMPRECHT, G. J. & LEIPOLDT, J. G. (1987). *Inorg. Chim. Acta*, **133**, 33–37.
WEINMAYR, V. (1958). *Naturwissenschaften*, **45**, 311.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 84–85

Structure du *trans*-Dichlorobis(pyridine)palladium(II)

PAR B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale, UFR de Médecine et de Pharmacie, 34 rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Chimie Minérale (II), Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Paris XI, Rue J.-B. Clément, 92290 Châtenay-Malabry, France

ET F. ROBERT

Laboratoire de Chimie des Métaux de Transition, URA n° 419, Université Pierre et Marie Curie, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 24 janvier 1992, accepté le 16 avril 1992)

Abstract. [PdCl₂(C₅H₅N)₂], *M_r* = 335.51, monoclinic, *C2/c*, *a* = 8.774 (1), *b* = 15.474 (2), *c* = 8.635 (1) Å, β = 90.56 (1)°, *V* = 1172.3 (3) Å³, *Z* = 4, *D_m* = 1.87 (3), *D_x* = 1.90 Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha)$ = 0.7107 Å, μ = 1.991 mm⁻¹, *F*(000) = 656, *T* = 295 (1) K, final *R* = 0.033 for 1086 independent observed reflections. The title compound exhibits twofold internal geometry: the Pd atom, and the N(1), C(3), N(2) and C(6) atoms of two independent pyridine molecules lie on the binary axis. The complex consists of discrete molecules with Pd showing the usual square-planar coordination with two Cl atoms at 2.297 (1) Å, and two N atoms of the pyridine molecules at 2.024 (6) Å (av.). The Pd atoms are spaced at intervals of 5.835 (1) Å. The two pyridine molecules, defined by the *P1* mean plane [atoms N(1), C(1), C(2) and C(3)] and the *P2* mean plane [atoms N(2), C(4), C(5) and C(6)], make a dihedral angle of 160.0 (5)°. These mean planes make dihedral angles with the *P3* mean plane [defined by the atoms N(1), N(2), Pd and Cl] of 131.9 (3) and 68.1 (3)°, respectively.

Partie expérimentale. Les cristaux du composé cité en titre ont été obtenus lors d'un essai de synthèse d'un complexe du Pd^{II} avec le ténonitrozole en présence de pyridine. Masse volumique par flottaison. Cristal parallélépipédique: 0,22 × 0,30 × 0,38 mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que 5 ≤ θ ≤ 22°. 0,024 ≤ (sin θ)/ λ ≤ 0,703 Å⁻¹.

Balayage $\theta/2\theta$ d'amplitude $s = (0,8 + 0,35\text{tg}\theta)^\circ$. – 12 ≤ *h* ≤ 12, 0 ≤ *k* ≤ 21, 0 ≤ *l* ≤ 12. Réflexions de contrôle de l'intensité: 463 et 332. Variation des intensités de contrôle < 1%. 1713 réflexions indépendantes mesurées, 627 indépendantes inobservées [*I* ≤ 3 σ (*I*)]. *R_{int}* = 0,023. Résolution de la structure: méthodes directes à l'aide de *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Affinement basé sur les *F* à l'aide du programme *CRYSTALS* (Watkin, Carruthers & Betteridge, 1988). Coordonnées des H: série de Fourier des ΔF . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* de tous les atomes; *U_{ij}* de Pd, Cl, N et C; *U_{iso}* général initialement affecté aux atomes H. Corrections d'absorption (valeurs maxima et minima: 1,046 et 0,95) à l'aide du programme *DIFABS* (Walker & Stuart,

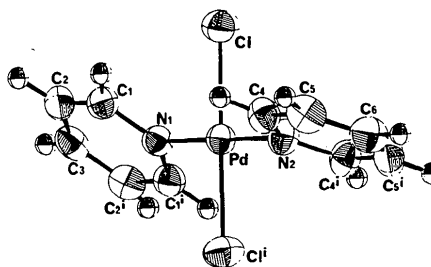


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température équivalent (\AA^2) et écarts-type

	$U_{eq} = \frac{1}{3}(\text{trace } U)$			U_{eq}
	x	y	z	
Pd	0,0000	0,12684 (4)	0,2500	0,0383
Cl	0,2614 (1)	0,1290 (2)	0,2668 (2)	0,0569
N(1)	0,0000	-0,0040 (4)	0,2500	0,0417
N(2)	0,0000	0,2575 (4)	0,2500	0,0455
C(1)	0,0942 (6)	-0,0489 (4)	0,1559 (6)	0,0456
C(2)	0,0969 (6)	-0,1379 (4)	0,1547 (6)	0,0501
C(3)	0,0000	-0,1813 (5)	0,2500	0,0485
C(4)	0,0565 (7)	0,3011 (4)	0,1299 (6)	0,0492
C(5)	0,0570 (7)	0,3908 (4)	0,1278 (7)	0,0570
C(6)	0,0000	0,4352 (6)	0,2500	0,0581

Tableau 2. Distances (\AA) et angles ($^\circ$)

Pd—Cl	2,297 (1)	Pd—N(1)	2,024 (6)
Pd—N(2)	2,023 (6)	N(1)—C(1)	1,356 (6)
N(2)—C(4)	1,336 (6)	C(1)—C(2)	1,377 (8)
C(2)—C(3)	1,336 (7)	C(4)—C(5)	1,388 (8)
C(5)—C(6)	1,359 (8)		
Cl—Pd—Cl	178,3 (1)	N(1)—Pd—Cl	90,83 (7)
N(2)—Pd—Cl	89,17 (7)	C(1)—N(1)—Pd	120,8 (3)
C(1)—N(1)—C(1')	118,3 (7)	C(4)—N(2)—Pd	120,3 (3)
C(4)—N(2)—C(4)	119,4 (7)	C(2)—C(1)—N(1)	121,9 (6)
C(3)—C(2)—C(1)	118,4 (6)	C(2)—C(3)—C(2')	121,1 (8)
C(5)—C(4)—N(2)	121,1 (6)	C(6)—C(5)—C(4)	119,6 (6)
C(5)—C(6)—C(5)	119,3 (8)		

Code de symétrie: (i) $-x, y, \frac{1}{2} - z$.

1983). $R = 0,033$, $wR = 0,033$ ($w = 1$); $S = 2,6$; valeur maximum du $\Delta/\sigma = 0,1$; aucun résidu significatif sur la série de Fourier des différences. Angles entre les plans moyens: *BP7C* (Ito & Sugawara, 1983).

Fig. 1: programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Ordinateur MicroVAX II. Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1, les distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2.* La Fig. 1 indique la numérotation utilisée pour désigner les atomes dans le complexe.

Littérature associée. Synthèse du *trans*-dichlorobis(pyridine)palladium(II) (Krauss & Brodkor, 1927). Formation du *trans*-dichlorobis(pyridine)palladium(II) par isomérisation thermique du *cis* (Kukushkin & Vlasova, 1983). Structures des *cis*- et

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des distances de van der Waals et des équations des différents plans moyens, et une vue stéréoscopique du contenu de la maille ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55396: 11 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: DU1002]

trans-dichlorobis(pyridine)platine(II) (Colamarino & Orioli, 1975). Synthèse et structure cristalline du *trans*-dichloro(diméthyl sulfoxyde)ténonitrozole)platine(II) (Viossat, Nguyen-Huy, Lancelot & Robba, 1991).

Références

- COLAMARINO, P. & ORIOLI, P. L. (1975). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1656–1659.
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *Best Plane Program*, 3ième version. The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- KRAUSS, F. & BRODKOR, B. (1927). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **165**, 73–78.
- KUKUSHKIN, YU. N. & VLASOVA, R. A. (1983). *Zh. Obshch. Khim.* **53**, 948.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN1/82. 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., NGUYEN-HUY, D., LANCELOT, J. C. & ROBBA, M. (1991). *Chem. Pharm. Bull.* pp. 3023–3024.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.
- WATKIN, D. J., CARRUTHERS, J. R. & BETTERIDGE, P. W. (1988). *CRYSTALS*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. de Oxford, Angleterre.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 85–87

$[\text{Rh}(\text{9}]\text{aneS}_3)(\text{CO})(\text{PPh}_3)]^+ \cdot \text{PF}_6^-$

BY ALEXANDER J. BLAKE,* MALCOLM A. HALCROW AND MARTIN SCHRÖDER

Department of Chemistry, The University of Edinburgh, West Mains Road, Edinburgh EH9 3JJ, Scotland

(Received 16 December 1991; accepted 30 April 1992)

Abstract. (Carbonyl)(triphenylphosphine-*P*)(1,4,7-trithiacyclononane-*S, S', S''*)rhodium hexafluoro-

phosphate, $[\text{Rh}(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{S}_3)(\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{P})(\text{CO})]\text{PF}_6$, $M_r = 718,45$, orthorhombic, *Pnma*, $a = 12,4367$ (8), $b = 12,7190$ (6), $c = 18,0229$ (8) \AA , $V = 2850,9$ \AA^3 , $Z = 4$, $D_x = 1,674$ Mg m^{-3} , $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0,71073$ \AA , $\mu =$

* Author to whom correspondence should be addressed.