

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 1297–1298

## Isotypie entre les Structures Cristallines des Tétrakis( $\mu$ -acétato)bis(méthanol)Dicuivre(II) et de Dirhodium(II)

VINCENT NOINVILLE

*Laboratoire de Physique (URA 200), Faculté des Sciences, Pharmaceutiques et Biologiques, 4 avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France*

BERNARD 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, 5 rue J. B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France*

(Reçu le 22 avril 1992, accepté le 4 janvier 1993)

### Abstract

The unit cell of tetra- $\mu$ -acetato-*O*:*O'*-bis[(methanol-*O*)rhodium(II)],  $[\text{Rh}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2(\text{CH}_3\text{OH})]_2$ , contains two discrete molecules, which present an inversion centre. Both title compounds consist of dinuclear centrosymmetric complexes. Each Rh atom exhibits a distorted octahedral polyhedron of coordination (type 4 + 2). This compound is isotypic with the Cu complex  $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2(\text{CH}_3\text{OH})]_2$ . The Cu atom is in a distorted octahedral coordination similar to the Rh atom.

### Commentaire

Le composé cité en titre a été obtenu de façon inattendue lors d'un essai de complexation de l'acétate de rhodium(II) (0,05 mmol) avec l'*o*-phénanthroline (0,05 mmol) en solution méthanolique (5 ml). La maille contient deux masses formulaires.

L'atome de rhodium est au centre d'un octaèdre déformé dont les positions équatoriales sont occupées par un atome d'oxygène d'un groupement acétate tandis que les positions axiales sont occupées par l'atome d'oxygène O(51) d'un ligand méthanol.

La distance Rh—Rh<sup>i</sup> [2,3777 (6) Å; code de symétrie: (i) 1 - x, - y, 1 - z] est tout à fait analogue à celle observée dans les autres tétracarboxylates de dirhodium(II) (Felthouse, 1982; Goodgame, Lawrence, Slawin, Williams & Stratford, 1986).

La liaison entre les atomes de rhodium et d'oxygène (en position axiale) devrait être comparée à celle observée dans le tétrapropionate de diméthanol dirhodium(II) dont la structure cristalline par diffraction des rayons X n'est pas connue à ce jour. En revanche, l'étude par spectroscopie d'absorption des rayons X (EXAFS) a montré que, dans ce dernier composé, la distance Rh—Rh<sup>i</sup> est égale à 2,369 (5) Å (Alberding, Farrell & Crozier, 1985).

L'empilement moléculaire est constitué d'entités dinucléaires reliées par des liaisons hydrogène O(51)—H(51)···O(2)<sup>i</sup> [2,812 (4) Å, 172,2 (2)°].

Cette structure est isotype de celle du tétrakis( $\mu$ -acétato)-bis(méthanol)dicuivre(II) (Rao & Manohar, 1979; Rao, Sathyanarayana & Manohar, 1983) où l'on retrouve, outre l'existence d'une interaction directe Cu<sup>II</sup>—Cu<sup>II</sup>, l'environnement octaédrique déformé de cet ion lié au méthanol d'une part, aux bras acétates d'autre part.

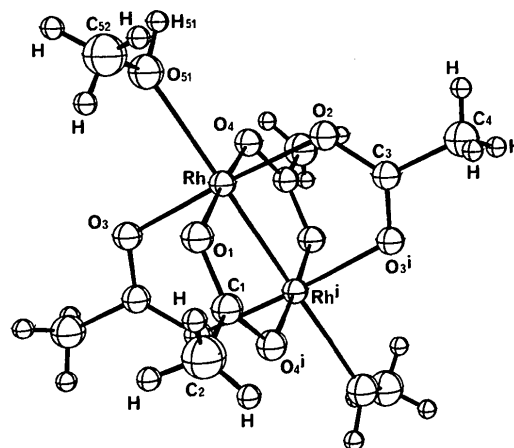


Fig. 1. View en perspective de la molécule.

### Partie expérimentale

#### Données cristallines

$[\text{Rh}_2(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_4(\text{CH}_4\text{O})_2]$

$M_r = 506,07$

Monoclinique

$P2_1/n$

$a = 8,088 (1) \text{ \AA}$

$b = 7,456 (2) \text{ \AA}$

$c = 13,371 (4) \text{ \AA}$

$\beta = 92,83 (2)^\circ$

$V = 805,5 (3) \text{ \AA}^3$

$Z = 2$

$D_x = 2,08 \text{ Mg m}^{-3}$

$D_m = 2,10 \text{ Mg m}^{-3}$

$D_m$  mesurée par pycnométrie

Mo  $K\alpha$  radiation

$\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

$\theta = 2,8 - 12^\circ$

$\mu = 2,074 \text{ mm}^{-1}$

$T = \text{ambiante}$

Parallélépipédique

$0,260 \times 0,208 \times 0,208 \text{ mm}$

Vert émeraude

#### Collection des données

Diffractomètre Syntex P2<sub>1</sub>

Balayage  $\theta$ - $2\theta$

$h = -14 \rightarrow 14$

$k = 0 \rightarrow 13$

Correction d'absorption: non  
 3914 réflexions mesurées  
 3914 réflexions indépendantes  
 1867 réflexions observées  
 $[I > 3\sigma(I)]$   
 $\theta_{\max} = 29^\circ$

$l = 0 \rightarrow 22$   
 3 réflexions de référence  
 (10 $\bar{1}$ , 00 $\bar{2}$ , 0 $\bar{1}$ 1)  
 mesurées tout les 60 réflexions  
 variation d'intensité: < 1%

(1971); programme *MACORTEP* (Michalowicz & Andre, 1991) utilisé pour le dessin de la structure.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène et des liaisons de van der Waals (< 3,60 Å) ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55944: 27 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: DU1013]

### Affinement

Affinement basé sur les  $F$   
 $R = 0,035$   
 $wR = 0,031$   
 $S = 1,5$   
 1867 réflexions  
 101 paramètres  
 $w = 1/\sigma^2(F)$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,6$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0,33 \text{ e } \text{Å}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0,28 \text{ e } \text{Å}^{-3}$   
 Facteurs de diffusion de  
*International Tables for*  
*X-ray Crystallography*  
 (1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å<sup>2</sup>)

	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
Rh	0,44429 (4)	0,13778 (4)	0,46885 (2)	0,0204 (1)
O(1)	0,5218 (4)	0,0654 (4)	0,3318 (2)	0,026 (2)
O(2)	0,6684 (3)	0,2534 (4)	0,5027 (2)	0,025 (2)
O(3)	0,2269 (3)	0,0071 (4)	0,4392 (2)	0,025 (2)
O(4)	0,3744 (4)	0,1956 (4)	0,6092 (2)	0,026 (2)
O(51)	0,3301 (4)	0,4018 (4)	0,4121 (2)	0,034 (2)
C(1)	0,5936 (5)	-0,0838 (6)	0,3219 (3)	0,025 (2)
C(2)	0,6440 (7)	-0,1335 (7)	0,2191 (3)	0,043 (3)
C(3)	0,7846 (5)	0,1572 (6)	0,5400 (3)	0,025 (2)
C(4)	0,9505 (5)	0,2455 (7)	0,5604 (4)	0,036 (3)
C(52)	0,3499 (7)	0,4546 (7)	0,3119 (4)	0,046 (3)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Environnement du Rh	Ligands acétate	
Rh—Rh <sup>i</sup>	2,3777 (6)	O(1)—C(1)
Rh—O(1)	2,039 (3)	C(1)—C(2)
Rh—O(2)	2,038 (3)	C(1)—O(4) <sup>i</sup>
Rh—O(3)	2,032 (3)	O(2)—C(3)
Rh—O(4)	2,032 (3)	C(3)—C(4)
Rh—O(51)	2,288 (3)	C(3)—O(3) <sup>i</sup>
		Ligand méthanol
		O(51)—C(52)
		1,415 (6)
		Ligands acétate
Rh <sup>i</sup> —Rh—O(1)	87,59 (8)	O(1)—C(1)—C(2)
O(1)—Rh—O(51)	93,8 (1)	C(4)—C(3)—O(3) <sup>i</sup>
Rh <sup>i</sup> —Rh—O(2)	88,30 (8)	O(1)—C(1)—O(4) <sup>i</sup>
O(2)—Rh—O(3)	176,2 (1)	Rh—O(1)—C(1)
Rh <sup>i</sup> —Rh—O(3)	87,90 (8)	C(2)—C(1)—O(4) <sup>i</sup>
O(2)—Rh—O(4)	89,4 (1)	Rh—O(2)—C(3)
Rh <sup>i</sup> —Rh—O(4)	88,72 (8)	O(2)—C(3)—C(4)
O(2)—Rh—O(51)	92,9 (1)	Rh—O(3)—C(3) <sup>i</sup>
Rh <sup>i</sup> —Rh—O(51)	178,16 (9)	O(2)—C(3)—O(3) <sup>i</sup>
O(3)—Rh—O(4)	90,3 (1)	Rh—O(4)—C(1) <sup>i</sup>
O(1)—Rh—O(2)	90,1 (1)	
O(3)—Rh—O(51)	90,9 (1)	Ligand méthanol
O(1)—Rh—O(3)	89,9 (1)	Rh—O(51)—C(52)
O(4)—Rh—O(51)	89,9 (1)	119,4 (3)
O(1)—Rh—O(4)	176,3 (1)	

Code de symétrie: (i) 1 - x, -y, 1 - z.

Correction des facteurs de Lorentz-polarisation; localisation de l'atome lourd par la méthode de Patterson puis affinement des positions atomiques et des facteurs de températures par la méthode des moindres carrés avec le programme de Busing

### Références

- Alberding, N., Farrell, N. & Crozier, E. D. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 384-388.  
 Busing, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683-684.  
 Felthouse, T. R. (1982). *Prog. Inorg. Chem.* **29**, 73-166.  
 Goodgame, D. M. L., Lawrence, A. S., Slawin, A. M. Z., Williams, D. J. & Stratford, I. J. (1986). *Inorg. Chim. Acta*, **125**, 143-149.  
 Michalowicz, A. & Andre, D. (1991). *MACORPTEP*. Dans *Logiciels pour la Chimie*, pp. 148-149. Paris: Société Française de Chimie.  
 Rao, V. M. & Manohar, H. (1979). *Inorg. Chim. Acta*, **34**, 213-214.  
 Rao, V. M., Sathyanarayana, D. N. & Manohar, H. (1983). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2167-2173.

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 1298-1300

### Structure of Dibromobis(2-chloroimidazole)copper(II)

GIOVANNI VALLE

*Centro di Studio sui Biopolimeri del CNR, Dipartimento di Chimica Organica, Università di Padova, Padova, Italy*

ANGELES SÁNCHEZ GONZÁLEZ

*Departamento de Química Inorganica, Universidad de Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, Spain*

RENATO ETTORRE\*

*Dipartimento di Chimica Inorganica, Metallorganica e Analitica, Università di Padova, Padova, Italy*

(Received 13 October 1992; accepted 1 February 1993)

### Abstract

The structure of [CuBr<sub>2</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>ClN<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] consists of discrete four-coordinate molecular units with two imidazole N(3) atoms and two bromide ions bonded to the metal. The coordination about the Cu atom is