

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 1370–1372

## Diamminechloro(5-oxoprolinato)platine(II)

B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté mixte de Médecine et de Pharmacie, 34 Rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

P. KHODADAD ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale et de Cristallographie, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

(Reçu le 1 octobre 1992, accepté le 4 janvier 1993)

### Abstract

The Pt atom displays a square-planar *cis*-coordination with two N atoms from the NH<sub>3</sub> groups, one N atom from the 5-oxoprolinato ligand and one Cl atom. The 5-oxopyrrolidine group is almost planar and its least-squares plane makes an angle of 67.5 (2)° with that defined by the four atoms linked to Pt. The amide function exhibits the tautomeric iminoalcohol form. It loses the proton of the OH group while the carboxylic acid retains its proton. The structure can be regarded as being composed of two layers of molecules parallel to the [001] plane. Molecules belonging to the same layer are linked together by hydrogen bonds O—H...O, N—H...O and N—H...Cl.

### Commentaire

Le composé étudié a été obtenu en ajoutant NaHCO<sub>3</sub> à une solution chlorhydrique de diammine-(5-oxoprolinato)platine(II) jusqu'à ce que le pH soit voisin de 4,5. La détermination de sa structure s'inscrit dans le cadre de la synthèse et de l'étude des composés de coordination formés par le platine(II) avec les acides aminés et, en particulier, avec l'acide L-pyroglutamique (5-oxoproline). Plusieurs composés de cette famille ont déjà été décrits (Viossat, Rodier, Nguyen Huy & Guillard, 1986; Viossat, Khodadad, Rodier & Guillard, 1990; Viossat, Michelet, Khodadad & Rodier, 1990; Viossat, Khodadad & Rodier, 1990, 1991a, 1991b).

Sa molécule peut être considérée comme dérivant de celle du 'cis-platine' [*cis*-diamminedichloroplatine(II)] par remplacement d'un atome de chlore par une molécule de 5-oxoproline. L'acide aminé est coordiné au métal par l'atome d'azote de la fonction amide. L'environnement de l'atome de platine comprend

ainsi trois atomes d'azote et un atome de chlore qui forment un quadrilatère relativement proche d'un carré. En effet, le paramètre  $\chi^2$  relatif au plan moyen défini par ces quatre atomes [Plan *P*(I)] est égal à 1. En outre, les distances Pt—N et Pt—Cl appartiennent à l'intervalle 1,992 (7)–2,291 (2) Å et les angles formés par les droites joignant Pt à deux sommets contigus du quadrilatère sont compris entre 88,1 (3) et 91,9 (3)°.

Les distances des atomes d'oxygène, d'azote et de carbone constituant le groupement 5-oxopyrrolidine au plan moyen *P*(II) calculé avec les mêmes atomes ne dépassent pas 0,13 (1) Å. Pt est situé à 0,008 (1) Å de *P*(I) et à 0,025 (1) Å de *P*(II). Si *P*(III) désigne le plan moyen défini par C(5), C(7), O(8) et O(9), les angles dièdres *P*(I)*P*(II), *P*(I)*P*(III) et *P*(II)*P*(III) valent respectivement 67,5 (2), 84,9 (4) et 66,2 (3)°.

N(1)—C(2) [1,30 (1) Å] est une double liaison. Donc, la fonction amide est sous la forme tautomère iminoalcool. Les distances C(7)—O(8) et C(7)—O(9) [1,19 (1) et 1,31 (1) Å, respectivement] indiquent que O(9) conserve son proton et, par suite, que O(6) perd le sien.

La Fig. 2 représente la projection de la structure sur la face (001). Les traits les plus fins joignent les atomes susceptibles d'être associés par des liaisons hydrogène. La liaison qui unit N(10) à Cl<sup>ii</sup> (ii:  $-1+x, y, z$ ) n'apparaît pas sur ce dessin car elle

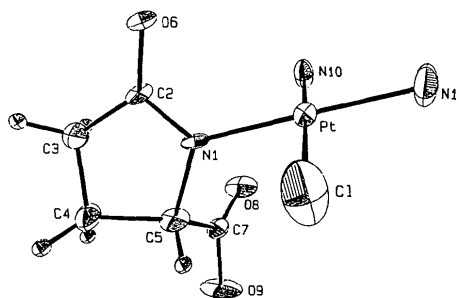


Fig. 1. Dessin de la molécule et numéros attribués à ses atomes.

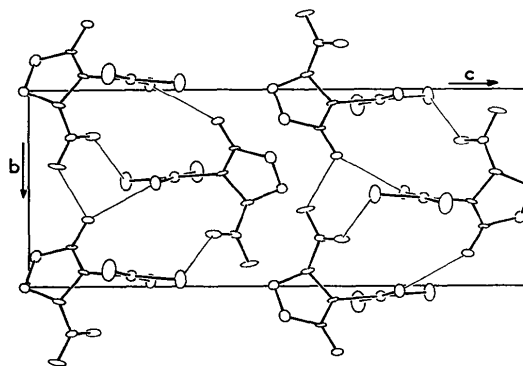


Fig. 2. Vue de la structure selon [100].

s'établit entre deux molécules superposées. La présence de ces liaisons permet de considérer la structure comme formée de deux couches de molécules parallèles à la face (001).

### Partie expérimentale

#### Données cristallines

[Pt(C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>3</sub>)Cl(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]

$M_r = 391,7$

Orthorhombique

$P2_12_12_1$

$a = 6,975 (2) \text{ \AA}$

$b = 7,482 (3) \text{ \AA}$

$c = 19,122 (7) \text{ \AA}$

$V = 998 (1) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 2,61 \text{ Mg m}^{-3}$

$D_m = 2,54 (3) \text{ Mg m}^{-3}$

Radiation Mo  $K\alpha$

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

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

$6,93 \leq \theta \leq 16,61^\circ$

$\mu = 14,5 \text{ mm}^{-1}$

$T = 294 \text{ K}$

Parallélépipédique

$0,30 \times 0,12 \times 0,09 \text{ mm}$

Incolore

#### Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4

Balayage  $\theta/2\theta$

Correction d'absorption:

analytique, par intégration

$T_{\min} = 0,055$ ,  $T_{\max} = 0,467$

1413 réflexions mesurées

1413 réflexions

indépendantes

1185 réflexions observées

$[I \geq 3\sigma(I)]$

$\theta_{\max} = 28^\circ$

$h = 0 \rightarrow 9$

$k = 0 \rightarrow 9$

$l = 0 \rightarrow 25$

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité:

-1,9% (correction de décroissance)

#### Affinement

Affinement basé sur les  $F$

$R = 0,027$

$wR = 0,037$

$S = 1,48$

1185 réflexions

Les coordonnées des atomes

d'hydrogène ont été calculées

$w = 1/\sigma^2(F)$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,01$

$\Delta\rho_{\max} = 0,9 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -1,1 \text{ e \AA}^{-3}$

Correction d'extinction:

Stout & Jensen (1968)

Coefficient d'extinction:  $g =$

$4,2 (2) \times 10^{-7}$

Facteurs de diffusion de

*International Tables for*

*X-ray Crystallography*

(1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents ( $\text{\AA}^2$ ) et écarts-type

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}$
Pt	0,74864 (6)	0,94559 (4)	0,20649 (1)	1,600 (5)
Cl	1,0515 (4)	0,9168 (6)	0,1616 (2)	3,91 (7)
N(1)	0,636 (1)	0,9276 (9)	0,1109 (4)	1,3 (1)
C(2)	0,529 (1)	0,801 (1)	0,0862 (5)	1,3 (2)
C(3)	0,455 (1)	0,847 (2)	0,0138 (5)	2,1 (2)
C(4)	0,572 (2)	1,004 (1)	-0,0087 (5)	2,0 (2)
C(5)	0,658 (1)	1,076 (1)	0,0606 (5)	1,8 (2)
O(6)	0,485 (1)	0,6611 (9)	0,1192 (4)	2,2 (1)
C(7)	0,546 (1)	1,240 (1)	0,0858 (5)	1,8 (2)
O(8)	0,421 (1)	1,236 (1)	0,1284 (4)	2,9 (1)
O(9)	0,608 (1)	1,388 (1)	0,0569 (5)	3,9 (2)
N(10)	0,476 (1)	0,974 (1)	0,2445 (4)	2,1 (2)
N(11)	0,864 (4)	0,965 (2)	0,3042 (4)	3,1 (2)

Tableau 2. Longueurs ( $\text{\AA}$ ), angles des liaisons ( $^\circ$ ) et écarts-type

Pt—Cl	2,291 (3)	C(4)—C(5)	1,55 (1)
Pt—N(1)	1,992 (7)	C(5)—C(7)	1,53 (1)
Pt—N(10)	2,046 (8)	C(7)—O(8)	1,19 (1)
Pt—N(11)	2,039 (9)	C(7)—O(9)	1,31 (1)
N(1)—C(2)	1,30 (1)	O(9)—O(6 <sup>i</sup> )	2,52 (1)
N(1)—C(5)	1,48 (1)	N(10)—Cl <sup>ii</sup>	3,386 (9)
C(2)—C(3)	1,52 (1)	N(10)—O(6 <sup>iii</sup> )	2,97 (1)
C(2)—O(6)	1,26 (1)	N(10)—O(8 <sup>iv</sup> )	3,10 (1)
C(3)—C(4)	1,49 (2)	N(11)—O(8 <sup>iv</sup> )	2,92 (1)
Cl—Pt—N(1)	90,7 (2)	N(1)—C(2)—O(6)	124,3 (8)
Cl—Pt—N(10)	178,7 (3)	C(3)—C(2)—O(6)	124,3 (8)
Cl—Pt—N(11)	89,3 (3)	C(2)—C(3)—C(4)	104,8 (8)
N(1)—Pt—N(10)	88,1 (3)	C(3)—C(4)—C(5)	103,9 (8)
N(1)—Pt—N(11)	179,7 (4)	N(1)—C(5)—C(4)	104,7 (7)
N(10)—Pt—N(11)	91,9 (3)	N(1)—C(5)—C(7)	110,1 (8)
Pt—N(1)—C(2)	127,7 (6)	C(4)—C(5)—C(7)	110,3 (8)
Pt—N(1)—C(5)	120,4 (6)	C(5)—C(7)—O(8)	124,9 (9)
C(2)—N(1)—C(5)	111,8 (8)	C(5)—C(7)—O(9)	112,0 (8)
N(1)—C(2)—C(3)	111,3 (8)	O(8)—C(7)—O(9)	123,0 (9)

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

La masse volumique a été mesurée par flottaison. Affinement par programme à matrice complète. Le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) a été utilisé pour résoudre la structure, le programme *ABSCOR* (Coppens, Leiserowitz & Rabinovitch, 1965) pour effectuer les corrections d'absorption et le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976) pour réaliser les Figs. 1 et 2. Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Ils ont été mis en oeuvre sur un ordinateur DEC VAX 3100.

Il a été vérifié qu'en remplaçant les coordonnées  $(x, y, z)$  de chacun des atomes respectivement par  $(1-x, 1-y, 1-z)$ , on obtient pour le facteur  $R$  une valeur significativement plus élevée que celle indiquée ci-dessus. L'atome de carbone C(5) possède la configuration  $S$ .

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances interatomiques intermoléculaires et des distances des atomes aux plans moyens ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71018: 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: DU1027]

### Références

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Coppens, P., Leiserowitz, L. & Rabinovich, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035-1038.
- 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.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410-412. Londres: MacMillan.
- Virossat, B., Khodadad, P. & Rodier, N. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 2062-2065.

- Viossat, B., Khodadad, P. & Rodier, N. (1991a). *Acta Cryst.* C47, 179–180.  
 Viossat, B., Khodadad, P. & Rodier, N. (1991b). *Acta Cryst.* C47, 1714–1716.  
 Viossat, B., Khodadad, P., Rodier, N. & Guillard, O. (1990). *Acta Cryst.* C46, 894–896.  
 Viossat, B., Michelet, A., Khodadad, P. & Rodier, N. (1990). *Acta Cryst.* C46, 1733–1735.  
 Viossat, B., Rodier, N., Nguyen Huy, D. & Guillard, O. (1986). *Acta Cryst.* C42, 659–662.

= 2.194 (6) Å and  $\varphi = 7.7 (2)^\circ$ . The structures of tetraaryl compounds of Group 14 elements hitherto determined by X-ray diffraction have recently been compared (Charissé, Roller & Dräger, 1992).

*Acta Cryst.* (1993). C49, 1372–1373

## Redetermination of Tetraphenyllead

HANS PREUT AND FRIEDO HUBER

*Anorganische Chemie II, Universität Dortmund, Postfach 500500, D-4600 Dortmund 50, Germany*

(Received 18 December 1992; accepted 17 February 1993)

### Abstract

The redetermination with diffractometer data corroborates the results of a prior study [Busetti, Mammi, Signor & del Pra (1967). *Inorg. Chim. Acta*, 1, 424–428] which was performed on the basis of 70 observed ( $hk0$ ) and 38 observed ( $h0l$ ) film reflections recorded with a microdensitometer. The bonding sphere around Pb in  $(C_6H_5)_4Pb$  is practically a regular tetrahedron with a maximum deviation of  $0.8^\circ$  from the ideal angle and a mean value of  $109.5 (2)^\circ$ .

### Comment

Following earlier attempts to solve the crystal structure of  $(C_6H_5)_4Pb$  (George, 1927; Giacomello, 1938; Zhdanov & Ismailzade, 1949, 1950) a structure description of the tetrahedral molecule was given by Busetti, Mammi, Signor & del Pra (1967). In this paper only the position of a regular hexagonal phenyl ring (C—C 1.397 Å) was varied systematically in order to find the lowest  $R$  value for 70 observed ( $hk0$ ) and 38 observed ( $h0l$ ) film reflections recorded with a microdensitometer; the position of the crystallographically independent phenyl ring is described by four parameters:  $\alpha = 55.8^\circ$  [half bond angle C(1)—Pb(1)—C(1b)],  $\omega = 58.9^\circ$  [angle between the plane through the phenyl ring and the plane through the atoms C(1), Pb(1), C(1b)],  $d = 2.19 (3) \text{ \AA}$  (Pb—C bond length) and  $\varphi = 7.5^\circ$  [angle between the  $b$  axis and the line through the projection of the atoms Pb(1), C(1) and C(4) on plane  $ab$ ]. The present work corroborates the results of Busetti, Mammi, Signor & del Pra (1967); the corresponding values in our results are:  $\alpha = 55.2 (2)^\circ$ ,  $\omega = 58.4 (2)^\circ$ ,  $d$

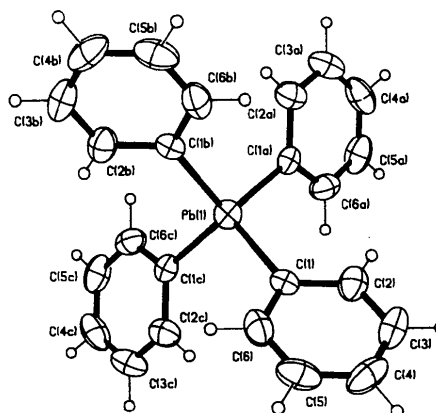


Fig. 1. General view (SHELXTL-Plus graphic) of the molecule, showing the atom-numbering scheme. Anisotropic ellipsoids represent 50% probability boundaries. H atoms are represented as spheres of arbitrary radii.

### Experimental

#### Crystal data

$[Pb(C_6H_5)_4]$   
 $M_r = 515.62$   
 Tetragonal  
 $P4_21c$   
 $a = 12.151 (2) \text{ \AA}$   
 $c = 6.545 (1) \text{ \AA}$   
 $V = 966.4 (3) \text{ \AA}^3$   
 $Z = 2$   
 $D_x = 1.772 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo  $K\alpha$  radiation  
 $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$   
 Cell parameters from 32 reflections  
 $\theta = 6.15\text{--}12.65^\circ$   
 $\mu = 8.8 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 293 (1) \text{ K}$   
 Block  
 $0.22 \times 0.18 \times 0.16 \text{ mm}$   
 Colourless

#### Data collection

Nicolet R3m/V diffractometer  
 $2\theta/\omega$  scans  
 Absorption correction: empirical  
 $T_{\min} = 0.73$ ,  $T_{\max} = 1.00$   
 3660 measured reflections  
 861 independent reflections  
 766 observed reflections  
 $[F > 3.0\sigma(F)]$

$R_{\text{int}} = 0.021$   
 $\theta_{\text{max}} = 25.0^\circ$   
 $h = -15 \rightarrow 15$   
 $k = 0 \rightarrow 15$   
 $l = -8 \rightarrow 8$   
 6 standard reflections  
 frequency: 150 min  
 intensity variation: none

#### Refinement

Refinement on  $F$   
 Final  $R = 0.0301$   
 $wR = 0.0412$   
 $S = 1.32$   
 766 reflections  
 59 parameters  
 Only H-atom  $U$ 's refined

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0.9 \text{ e \AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -2.0 \text{ e \AA}^{-3}$   
 Atomic scattering factors from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Vol. IV, Table 2.2B)