

O(4)—P(2)—O(6)	107.0 (2)	O(11)—P(4)—O(14)	105.8 (2)
O(4)—P(2)—O(7)	102.1 (2)	O(12)—P(4)—O(13)	115.1 (3)
O(5)—P(2)—O(6)	113.0 (3)	O(12)—P(4)—O(14)	112.6 (2)
O(5)—P(2)—O(7)	108.9 (2)	O(13)—P(4)—O(14)	109.2 (2)
O(6)—P(2)—O(7)	116.7 (2)	P(1)—O(4)—P(2)	131.9 (3)
O(8)—P(3)—O(9)	113.8 (3)	P(3)—O(11)—P(4)	134.2 (3)

Symmetry codes: (i) $x - 1, y, z$; (ii) $y, 1 - x, z - \frac{1}{4}$; (iii) $x, y - 1, z$; (iv) $-y, x, \frac{1}{4} + z$; (v) $1 - y, x, \frac{1}{4} + z$; (vi) $1 - y, 1 + x, \frac{1}{4} + z$; (vii) $x, 1 + y, z$; (viii) $1 + x, y, z$.

A diffractometer with graphite monochromator was used to collect data; the θ scan width was $(1.00 + 0.35 \tan \theta)^\circ$ with a ω - $4/3\theta$ scan. Calculations were performed using a MicroVAX II computer with the SDP system (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). The figure was prepared using STRUPLO84 (Fischer, 1985).

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters and complete geometry have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71372 (13 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: DU1046]

References

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, USA.
 Fischer, R. X. (1985). *J. Appl. Cryst.* **18**, 258–262.
 Webb, N. C. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 942–948.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2064–2065

Chlorure de Triamminetrichloroplatine(IV) Chlorure d'Ammonium Monohydrate

L. BALDE, 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

R. JULIEN

Laboratoire de Chimie Bioorganique et Bioinorganique,
Faculté de Pharmacie, 1 Rue des Louvels,
80000 Amiens CEDEX, France

(Reçu le 22 janvier 1993, accepté le 20 mai 1993)

Abstract

The structure of ammonium triamminetrichloroplatinum dichloride monohydrate consists of Cl^- anions, NH_4^+ and $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_3]^+$ cations and water molecules. The Pt atom displays slightly distorted octahedral coordination. The bond lengths Pt—Cl and Pt—N are in the ranges 2.304 (5)–2.315 (4) Å

and 2.03 (2)–2.05 (2) Å, respectively. Numerous hydrogen bonds, $\text{O}—\text{H}\cdots\text{Cl}$, $\text{N}—\text{H}\cdots\text{O}$ and $\text{N}—\text{H}\cdots\text{Cl}$, take part in the cohesion of the structure.

Commentaire

Le produit étudié a été obtenu en ajoutant un excès d'acide chlorhydrique 5 M à un mélange équimolaire de $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ et de *cis*- $\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$. On chauffe à l'ébullition à reflux pendant 24 h. Après refroidissement, l'excès de HCl s'évapore dans une atmosphère limitée et est absorbé par une solution de KOH. Le cristal utilisé est issu de la préparation. La détermination de sa structure a été entreprise dans le cadre de la synthèse et de l'étude des dérivés du platine(II) et du platine(IV).

Le cation $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_3]^+$ a la forme d'un octaèdre légèrement déformé. Les distances Pt—Cl vont de 2,304 (5) à 2,315 (4) Å et les distances Pt—N de 2,03 (2) à 2,05 (2) Å. Elles sont partiellement identiques à leurs homologues respectives dans le *cis-cis-trans*- $\text{PtCl}_2(\text{NH}_3)_2(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$ (Vollano, Blatter & Dabrowiak, 1984) ou dans le tétrachloroplatinate(II) de *trans*-dichlorobis(propanediamine-1,3)platine(IV) (Delafontaine, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1988). Les angles formés par deux droites joignant l'atome métallique à deux atomes présents sur les sommets de l'octaèdre sont compris entre 87,6 (5) et 92,8 (5)° lorsque ces atomes sont contigus et entre 178,5 (2) et 179,8 (2)° lorsqu'ils sont opposés.

Les ions chlorure Cl(4) et Cl(5) ont chacun pour proches voisins six entités chimiques. Cl(4) est entouré d'une molécule d'eau, de quatre coordinats NH_3 et d'un cation NH_4^+ . Autour de Cl(5), on trouve trois NH_3 et trois NH_4^+ . Les atomes d'azote et d'oxygène dans le premier cas, d'azote dans le second réalisent des octaèdres très déformés. La distance Cl(4)—O est égale à 3,31 (2) Å et les distances Cl(4)—N et Cl(5)—N sont comprises entre 3,19 (2) et 3,39 (2) Å. Les voisins immédiats de H_2O sont quatre atomes de chlore, deux groupements NH_3 et un cation NH_4^+ et ceux de NH_4^+ sept atomes de

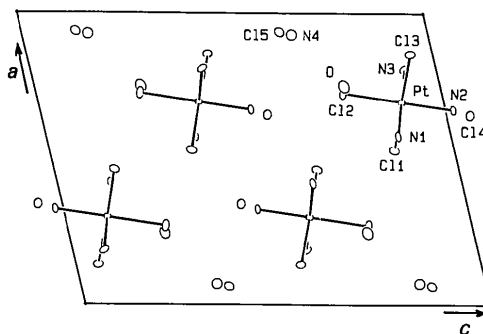


Fig. 1. Projection de la structure sur la face (010) et noms des atomes de l'unité asymétrique.

chlore et une molécule d'eau. Les distances O—Cl, O—N et N(4)—Cl appartiennent respectivement aux intervalles 3,25 (1)–3,44 (1), 2,98 (2)–3,41 (2) et 3,19 (2)–3,47 (2) Å. Les distances interatomiques susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène sont rapportées dans le Tableau 2. Les distances O—Cl et N—Cl ont été retenues jusqu'à 3,40 Å.

Partie expérimentale

Données cristallines

[PtCl₃(NH₃)₃]Cl.NH₄Cl.
H₂O

$M_r = 459,5$

Monoclinique

$P2_1/c$

$a = 11,485 (3) \text{ \AA}$

$b = 6,549 (2) \text{ \AA}$

$c = 15,774 (7) \text{ \AA}$

$\beta = 103,72 (3)^\circ$

$V = 1153 (1) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 2,648 \text{ Mg m}^{-3}$

$D_m = 2,60 \text{ Mg m}^{-3}$

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius
CAD-4

Balayage $\theta/2\theta$

Corrections d'absorption empiriques (DIFABS; Walker & Stuart, 1983)

$T_{\min} = 0,56$, $T_{\max} = 1,62$

1612 réflexions mesurées

1612 réflexions indépendantes

Affinement

Affinement basé sur les F

$R = 0,048$

$wR = 0,057$

$S = 1,87$

1179 réflexions

100 paramètres

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

Mo $K\alpha$ radiation

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

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

$\theta = 10,03\text{--}23,47^\circ$

$\mu = 13,44 \text{ mm}^{-1}$

$T = 293 \text{ K}$

Plaquette

$0,28 \times 0,16 \times 0,06 \text{ mm}$

Jaune très pâle

Source du cristal: solution aqueuse d'acide chlorhydrique

1179 réflexions observées

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

$\theta_{\max} = 27,0^\circ$

$h = 0 \rightarrow 13$

$k = 0 \rightarrow 5$

$l = -18 \rightarrow 18$

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: 1,2%

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotrope équivalents (\AA^2)

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + ab(\cos\gamma)\beta_{12} + ac(\cos\beta)\beta_{13} + bc(\cos\alpha)\beta_{23}]$$

	x	y	z	B_{eq}
Pt	0,69659 (6)	0,1771 (1)	0,89639 (5)	1,49 (1)
Cl(1)	0,5333 (4)	-0,0342 (8)	0,8509 (3)	2,6 (1)
Cl(2)	0,7263 (4)	0,1832 (8)	0,7566 (3)	3,0 (1)
Cl(3)	0,8606 (4)	0,3874 (8)	0,9459 (3)	2,4 (1)
Cl(4)	0,6530 (4)	0,6637 (8)	1,0586 (3)	2,5 (1)
Cl(5)	0,9362 (4)	0,4607 (8)	0,6352 (3)	2,6 (1)
O	0,750 (1)	0,677 (2)	0,763 (1)	3,5 (4)
N(1)	0,581 (1)	0,418 (3)	0,869 (1)	3,4 (4)
N(2)	0,670 (1)	0,170 (3)	1,0203 (9)	2,5 (4)
N(3)	0,810 (1)	-0,065 (3)	0,923 (1)	3,3 (4)
N(4)	0,927 (1)	-0,036 (2)	0,663 (1)	2,4 (4)

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

Pt—Cl(1)	2,304 (5)	N(2)—Cl(4)	3,30 (2)*
Pt—Cl(2)	2,311 (5)	N(2)—Cl(5 ^v)	3,27 (1)*
Pt—Cl(3)	2,315 (4)	N(3)—Cl(5 ^{vi})	3,26 (2)*
Pt—N(1)	2,04 (2)	N(3)—Cl(5 ^v)	3,39 (2)*
Pt—N(2)	2,05 (2)	N(3)—O ^{iv}	2,98 (2)*
Pt—N(3)	2,03 (2)	N(4)—Cl(2)	3,34 (2)*
O—Cl(2)	3,25 (1)*	N4—Cl(3 ^{vi})	3,34 (2)*
O—Cl(2 ⁱ)	3,32 (1)*	N(4)—Cl(4 ^{viii})	3,30 (1)*
O—Cl(4 ⁱⁱ)	3,31 (2)*	N(4)—Cl(5 ^{iv})	3,33 (2)*
N(1)—Cl(4)	3,33 (2)*	N(4)—Cl(5)	3,29 (2)*
N(1)—Cl(4 ⁱⁱⁱ)	3,21 (2)*	N(4)—Cl(5 ^{vi})	3,19 (2)*
N(2)—Cl(4 ^{iv})	3,39 (2)*		
Cl(1)—Pt—Cl(2)	90,4 (2)	Cl(2)—Pt—N(3)	88,7 (5)
Cl(1)—Pt—Cl(3)	178,5 (2)	Cl(3)—Pt—N(1)	92,8 (5)
Cl(1)—Pt—N(1)	87,6 (5)	Cl(3)—Pt—N(2)	89,0 (4)
Cl(1)—Pt—N(2)	89,5 (4)	Cl(3)—Pt—N(3)	87,9 (4)
Cl(1)—Pt—N(3)	91,8 (5)	N(1)—Pt—N(2)	89,2 (6)
Cl(2)—Pt—Cl(3)	91,1 (2)	N(1)—Pt—N(3)	179,3 (5)
Cl(2)—Pt—N(1)	91,1 (5)	N(2)—Pt—N(3)	91,1 (7)
Cl(2)—Pt—N(2)	179,7 (8)		

* Distance susceptible de correspondre à une liaison hydrogène. Code de symétrie: (i) $x, 1+y, z$; (ii) $x, \frac{3}{2}-y, -\frac{1}{2}+z$; (iii) $1-x, 1-y, 2-z$; (iv) $x, -1+y, z$; (v) $x, \frac{1}{2}-y, \frac{1}{2}+z$; (vi) $2-x, -\frac{1}{2}+y, \frac{3}{2}-z$; (vii) $x, \frac{1}{2}-y, -\frac{1}{2}+z$.

La masse volumique a été mesurée par flottaison et les calculs effectués avec les programmes du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). La résolution de la structure a été réalisée avec le programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et la Fig. 1 avec le programme ORTEPII (Johnson, 1976).

L'atome d'oxygène de H₂O et l'atome d'azote de NH₄⁺ ont pu être différenciés grâce aux facteurs de température obtenus après échange de leurs positions respectives. Celui de N(4) est alors négatif et le B isotrope équivalent de O égal à 4,4. En outre, le nombre de liaisons hydrogène que paraissent former les deux atomes [quatre pour O, six pour N(4)] semble peu compatible avec l'échange de leurs positions.

Les listes des facteurs de structure, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et des distances entre Cl(4), Cl(5), O et N(4) et leurs proches voisins jusqu'à 3,500 Å ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71353: 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: PA1046]

Références

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Delafontaine, J.-M., Toffoli, P., Khodadad, P. & Rodier, N. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1376–1378.
- 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.
- Vollano, J. F., Blatter, E. E. & Dabrowiak, J. C. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 2732–2733.
- Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.