

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 628–629

## Isotypie Entre les Structures Cristallines des Tétrachlorocuprate(II) et Tétrachloropalladate(II) de *S,S'*-(Octane-1,8-diyle)bis(thiuronium)

BERNARD VIOSSAT

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

NGUYEN-HUY DUNG ET NÖEL RODIER

Laboratoire de Chimie Physique, Minérale et Bioinorganique, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, Université de Paris XI, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

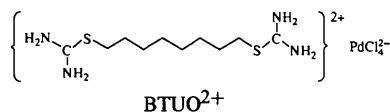
(Reçu le 24 décembre 1993, accepté le 27 juin 1994)

### Abstract

The unit cell of *S,S'*-(1,8-octanediy)bis(thiuronium) tetrachloropalladate(II),  $(C_{10}H_{24}N_4S_2)[PdCl_4]$ , contains one  $BTUO^{2+}$  cation, where  $BTUO^{2+}$  is the diprotonated form of the organic ligand 1,8-octanediybis(thiourea), and one square-planar  $PdCl_4^{2-}$  anion. The cation, which possesses an inversion centre, exhibits quasi-planar packing and an extended all-*trans* configuration. This compound is isotypic with  $(C_{10}H_{24}N_4S_2)[CuCl_4]$ .

### Commentaire

La détermination de la structure cristalline du tétrachloropalladate(II) de *S,S'*-(octane-1,8-diyle)bis(thiuronium) (en abrégé BTUO,  $PdCl_4$ ) a été entreprise dans le cadre de l'étude des sels de *S,S'*-(alcane- $\alpha,\omega$ -diyle)bis(thiuronium). Elle fait suite à celles du tétrachlorocuprate(II) (Viossat, Nguyen-Huy & Lancelot, 1994) et du tétrachloroplatinate(II) (Nguyen-Huy, Viossat & Lancelot, 1994) du même cation.



L'atome de palladium est centre de symétrie et possède une coordination de type plan-carré. Le cation bis protoné  $BTUO^{2+}$  présente également un centre d'inversion. Sa configuration est tout *trans* et sa chaîne alkylée est quasi-plane. Cette structure est isotype du tétrachlorocuprate(II) de  $BTUO^{2+}$

(Viossat *et al.*, 1994). Cette isotypie ne s'observe pas avec le tétrachloroplatinate(II) de  $BTUO^{2+}$  car le remplacement du cuivre(II) par le platine(II) induit un changement de configuration de la chaîne carbonée (Nguyen-Huy *et al.*, 1994). On observe, dans ce cas, la séquence d'empilement mixte *trans* (*t*–*gauche* (*g*) (*tgttttgt*). Des modifications de ce type ont été décrites par Kind *et al.* (1979) dans la structure du tétrachlorocadmiate de bis *n*-décylammonium.

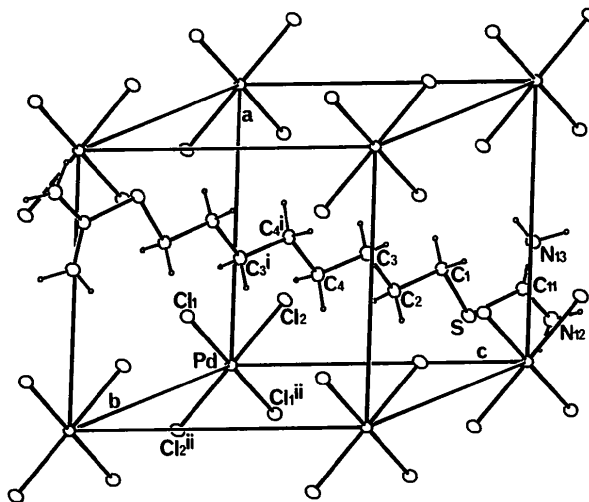


Fig. 1. Vue en perspective de la maille et numéros attribués aux atomes. [Codes de symétrie: (i)  $1-x, 1-y, 1-z$ ; (ii)  $-x, -y, -z$ .]

### Partie expérimentale

Le produit étudié a été obtenu par chauffage d'une solution chlorhydrique molaire d'un mélange du tétrachloropalladate de potassium ( $2 \times 10^{-2}$  mol  $l^{-1}$ ) et du composé organique ( $4 \times 10^{-2}$  mol  $l^{-1}$ ). Le filtrat est mis à évaporer. La masse volumique a été mesurée par flottaison.

#### Données cristallines

$(C_{10}H_{24}N_4S_2)[PdCl_4]$

$M_r = 512,67$

Triclinique

$P\bar{1}$

$a = 7,799$  (1) Å

$b = 8,132$  (2) Å

$c = 8,823$  (1) Å

$\alpha = 99,48$  (1)°

$\beta = 93,84$  (1)°

$\gamma = 117,02$  (2)°

$V = 485,3$  (3) Å<sup>3</sup>

$Z = 1$

$D_x = 1,75$  Mg  $m^{-3}$

$D_m = 1,76$  Mg  $m^{-3}$

Mo  $K\alpha$  radiation

$\lambda = 0,7107$  Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

$\theta = 7,47-14,34$ °

$\mu = 1,705$  mm<sup>-1</sup>

$T = 293$  K

Aiguille

$0,35 \times 0,12 \times 0,08$  mm

Jaune orangé

## Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4	$\theta_{\max} = 26^\circ$
Balayage $\theta$ -2 $\theta$	$h = -9 \rightarrow 8$
Pas de correction d'absorption	$k = 0 \rightarrow 10$
1897 réflexions mesurées	$l = -10 \rightarrow 10$
1897 réflexions indépendantes	3 réflexions de référence
1654 réflexions observées	fréquence: 120 min
$[I \geq 3\sigma(I)]$	variation d'intensité: 4,4% (correction de décroissance)

## Affinement

Affinement basé sur les $F$	$\Delta\rho_{\max} = 0,39 (7) \text{ e } \text{Å}^{-3}$
$R = 0,023$	$\Delta\rho_{\min} = -0,44 (7) \text{ e } \text{Å}^{-3}$
$wR = 0,029$	Correction d'extinction: Stout & Jensen (1968)
$S = 1,17$	Coefficient d'extinction: $3,5 (4) \times 10^{-7}$
1654 réflexions	Facteurs de diffusion des <i>International Tables for X-ray Crystallography</i> (1974, Tome IV)
101 paramètres	
Les paramètres des atomes d'hydrogène en position théorique	
$w = 1/(1 + 0,01F)$	
$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,01$	

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents ( $\text{Å}^2$ )

$$U_{\text{éq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$U_{\text{éq}}$
Pd	0	0	0	0,02983 (6)
Cl(1)	0,2450 (1)	0,30511 (9)	0,0112 (1)	0,0406 (2)
Cl(2)	0,2165 (1)	-0,0591 (1)	0,1419 (1)	0,0458 (2)
S	0,1129 (1)	-0,2365 (1)	0,6690 (1)	0,0503 (2)
N(12)	0,0308 (4)	-0,5200 (4)	0,7977 (4)	0,0603 (8)
N(13)	0,3553 (4)	-0,3116 (4)	0,8402 (3)	0,0480 (6)
C(1)	0,3310 (4)	-0,0129 (4)	0,6940 (4)	0,0397 (6)
C(2)	0,2807 (4)	0,1039 (4)	0,5984 (4)	0,0410 (6)
C(3)	0,4584 (4)	0,2920 (4)	0,6012 (4)	0,0413 (8)
C(4)	0,4111 (4)	0,4062 (4)	0,5000 (4)	0,0400 (6)
C(11)	0,1764 (4)	-0,3625 (4)	0,7807 (4)	0,0407 (6)

Tableau 2. Distances interatomiques ( $\text{Å}$ ), angles des liaisons ( $^\circ$ ) et angles de torsion ( $^\circ$ ), longueurs et angles des liaisons hydrogène ( $\text{Å}, ^\circ$ )

Pd—Cl(1)	2,3246 (6)	N(13)—C(11)	1,304 (4)
Pd—Cl(2)	2,3029 (9)	C(1)—C(2)	1,525 (5)
S—C(1)	1,804 (2)	C(2)—C(3)	1,522 (4)
S—C(11)	1,731 (4)	C(3)—C(4)	1,528 (5)
N(12)—C(11)	1,310 (4)	C(4)—C(4')	1,526 (4)
Cl(1)—Pd—Cl(2)	90,04 (3)	C(3)—C(4)—C(4')	112,3 (3)
C(1)—S—C(11)	104,8 (1)	S—C(11)—N(12)	115,1 (3)
S—C(1)—C(2)	106,6 (2)	S—C(11)—N(13)	123,7 (2)
C(1)—C(2)—C(3)	111,5 (3)	N(12)—C(11)—N(13)	121,2 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	111,8 (3)		
C(11)—S—C(1)—C(2)	-179,5 (2)	S—C(1)—C(2)—C(3)	-176,0 (2)
C(1)—S—C(11)—N(12)	170,5 (3)	C(1)—C(2)—C(3)—C(4)	177,6 (3)
C(1)—S—C(11)—N(13)	-11,9 (3)	C(2)—C(3)—C(4)—C(4')	-179,2 (3)

$D-H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
N(12)—H(12) $\cdots$ Cl(1 <sup>v</sup> )	3,314 (4)	151
N(13)—H(13') $\cdots$ Cl(1 <sup>iii</sup> )	3,274 (3)	115
N(12)—H(12) $\cdots$ Cl(2 <sup>iv</sup> )	3,234 (3)	124
N(13)—H(13) $\cdots$ Cl(2 <sup>iii</sup> )	3,300 (2)	166

Codes de symétrie: (i)  $1 - x, 1 - y, 1 - z$ ; (iii)  $1 - x, -y, 1 - z$ ; (iv)  $-x, -1 - y, 1 - z$ ; (v)  $x, y - 1, 1 + z$ .

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd et la Fig. 1 réalisée avec le programme ORTEPII (Johnson, 1976). Tous les programmes utilisés appartiennent au système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances des atomes d'hydrogène et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1105). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

## Références

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Kind, R., Plesko, S., Arend, H., Blinc, R., Zeks, B., Seliger, J., Lozar, B., Slak, J., Levstik, A., Filipic, C., Zagar, V., Lahajnar, G., Milia, F. & Chapuis, G. (1979). *J. Chem. Phys.* **71**, 2118–2130.
- Nguyen-Huy, D., Viossat, B. & Lancelot, J. C. (1994). *Acta Cryst.* **C50**, 1434–1437.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: MacMillan.
- Viossat, B., Nguyen-Huy, D. & Lancelot, J. C. (1994). *Acta Cryst.* **C50**, 362–364.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 629–631

## Triphenyltin Iodide

SEIK WENG NG

*Institute of Advanced Studies, University of Malaya, 59100 Kuala Lumpur, Malaysia*

(Received 29 March 1994; accepted 1 November 1994)

## Abstract

The geometry at the Sn atom in iodotriphenyltin,  $[\text{SnI}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]$ , is distorted tetrahedral.

## Comment

The title structure completes the series of triphenyltin halide structures. Triphenyltin fluoride forms a polymeric chain structure  $[\text{Sn—F } 2.1458 (3) \text{ Å}]$  in which the five-coordinate Sn atom shows trigonal bipyramidal coordination (Tudela, Gutierrez-Puebla & Monge, 1992). Both triphenyltin chloride  $[\text{Sn—Cl } 2.354 (1) \text{ and } 2.356 (1) \text{ Å}]$  (Tse, Lee & Gabe, 1986) and triphenyltin bromide  $[\text{Sn—Br } 2.495 (2) \text{ Å}]$  (Preut & Huber, 1979) adopt monomeric tetrahedral configurations. The iodide