

$\omega/2\theta$ scans
Absorption correction:
 ψ scan (Coppens *et al.*,
1965)
 $T_{\min} = 0.528$, $T_{\max} = 0.659$
3893 measured reflections
3662 independent reflections

$R_{\text{int}} = 0.023$
 $\theta_{\max} = 25^\circ$
 $h = 0 \rightarrow 11$
 $k = -14 \rightarrow 15$
 $l = -11 \rightarrow 10$
3 standard reflections
every 150 reflections
intensity decay: 1%

Refinement

Refinement on F^2
 $R = 0.035$
 $wR = 0.091$
 $S = 1.033$
3662 reflections
275 parameters
H atoms riding, with fixed
 $U_{\text{iso}} = 0.08 \text{ \AA}^2$
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0362P)^2 + 1.0728P]$
where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.006$
 $\Delta\rho_{\max} = 0.442 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0.529 \text{ e \AA}^{-3}$
Extinction correction:
SHELXL97
Extinction coefficient:
0.0013 (5)
Scattering factors from
International Tables for Crystallography (Vol. C)

Table 1. Selected geometric parameters (\AA , $^\circ$)

Cr1—O3	1.600 (3)	Cr2—O4	1.771 (3)
Cr1—O1	1.605 (3)	Cu1—N3	2.000 (3)
Cr1—O2	1.607 (3)	Cu1—N1	2.005 (3)
Cr1—O4	1.777 (3)	Cu1—O5	2.554 (3)
Cr2—O7	1.601 (3)	Cu2—N7	2.000 (3)
Cr2—O5	1.607 (3)	Cu2—N5	2.002 (3)
Cr2—O6	1.607 (3)	Cu2—O2	2.578 (3)
O3—Cr1—O1	108.03 (17)	O6—Cr2—O4	110.13 (16)
O3—Cr1—O2	111.74 (17)	N3—Cu1—N1	91.83 (13)
O1—Cr1—O2	109.85 (17)	N3—Cu1—O5	90.54 (12)
O3—Cr1—O4	110.30 (17)	N1—Cu1—O5	85.49 (12)
O1—Cr1—O4	110.22 (15)	N7—Cu2—N5	91.54 (14)
O2—Cr1—O4	106.72 (15)	N7—Cu2—O2	84.86 (12)
O7—Cr2—O5	110.25 (18)	N5—Cu2—O2	90.44 (12)
O7—Cr2—O6	108.84 (17)	Cr1—O2—Cu2	146.05 (17)
O5—Cr2—O6	112.08 (17)	Cr2—O4—Cr1	131.32 (18)
O7—Cr2—O4	109.12 (16)	Cr2—O5—Cu1	154.00 (18)
O5—Cr2—O4	106.37 (16)		

Data collection: *MSCIAFC Diffractometer Control Software* (Molecular Structure Corporation, 1994). Cell refinement: *MSCIAFC Diffractometer Control Software*. Data reduction: *SHELXS97* (Sheldrick, 1997b). Program(s) used to solve structure: *SHELXS97*. Program(s) used to refine structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997a). Molecular graphics: *XP* (Siemens, 1990). Software used to prepare material for publication: *SHELXL97*.

We thank the Anhui Provincial Foundation of Natural Science Research and the National Natural Science Foundation of China for financial support.

Supplementary data for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: CF1190). Services for accessing these data are described at the back of the journal.

References

- Akhtar, F., Goodgame, D. M. L., Goodgame, M., Rayner-Canham, G. W. & Skapski, A. C. (1968). *Chem. Commun.* pp. 1389–1390.
Bacon, G. E. & Curry, N. A. (1962). *Proc. R. Soc. London Ser. A*, **266**, 95.

- Ballester, J., Parker, O. J. & Breneman, G. L. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 1421–1424.
Coppens, P., Leiserowitz, L. & Rabinovich, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035–1038.
Dave, B. C. & Czernuszewicz, R. S. (1994). *Inorg. Chem.* **33**, 847–848.
Fransson, G. & Lundberg, B. K. S. (1972). *Acta Chem. Scand.* **26**, 3969–3979.
Ivarsson, G. (1973). *Acta Chem. Scand.* **27**, 3523–3530.
Jannin, M., Puget, R., de Brauer, C. & Perret, R. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 749–751.
McFadden, D. L., McPhail, A. T., Garner, C. D. & Mabbs, F. E. (1976). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 47–52.
Molecular Structure Corporation (1994). *MSCIAFC Diffractometer Control Software*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
Munno, G. de, Julve, M., Nicolo, F., Lloret, F., Gaus, J., Ruiz, R. & Sinn, E. (1993). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **32**, 613–615.
Parker, O. J. & Breneman, G. L. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 1097–1099.
Sheldrick, G. M. (1997a). *SHELXL97. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
Sheldrick, G. M. (1997b). *SHELXS97. Program for the Solution of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
Siemens (1990). *XP. Interactive Molecular Graphics Program*. Version 4.2 for MS-DOS. Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA.
Su, C. C., Liu, Y. L., Liu, S. J. & Chang, T. H. (1993). *Polyhedron*, **12**, 2687–2696.
Vreugdenhil, W., Birker, P. J. M. W. L., Hoedt, R. W. M. ten, Verschoor, G. C. & Reedijk, J. (1984). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 429–432.

Acta Cryst. (1998), **C54**, 1804–1807

Bis[tris(1,2-ethandiamin)cadmium]-tetraiodocadm- diiodide

CARSTEN WIECZORREK UND KARL-FRIEDRICH TEBBE

Institut für Anorganische Chemie, Universität zu Köln, Greinstraße 6, D-50939 Köln, Germany. E-mail: tebbe@rrz.uni-koeln.de

(Eingegangen am 26. Februar 1998; angenommen am 23. Juni 1998)

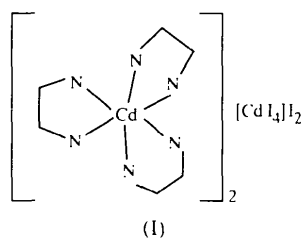
Abstract

The title compound, bis[tris(1,2-ethanediamine-*N,N'*)-cadmium] tetraiodocadm-ate diiodide, $[\text{Cd}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_3]_2 \cdot 2[\text{CdI}_4] \cdot 2\text{I}_2$, contains the nearly octahedral $[\text{Cd}(\text{en})_3]^{2+}$ cation in both enantiomeric forms, the nearly tetrahedral $[\text{CdI}_4]^{2-}$ anion and I^- anions. The geometries of the complex ions are as expected, e.g. $d(\text{Cd}-\text{N}) = 2.348(5)$, $2.364(5)$ and $2.418(5)$ Å, and $d(\text{Cd}-\text{I}) = 2.7867(4)$ Å.

Kommentar

Wir interessieren uns seit langem für Strukturen von Polyiodiden komplexer Kationen (Tebbe, 1977),

bei deren Darstellung immer wieder einfache Iodide oder Iodo-Komplexe als Nebenprodukte anfallen. Das gilt auch für die hier vorgestellte Verbindung $[\text{Cd}(\text{en})_3]_2[\text{CdI}_4]\text{I}_2$, (I) ($\text{en} = 1,2\text{-Ethandiamin}, \text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$), die bei Versuchen zur Darstellung von Verbindungen wie $[\text{Cd}(\text{en})_3]\text{I}(\text{I}_3)$ und $[\text{Cd}(\text{en})_2](\text{I}_3)_2$ entsteht.



Die Kristallstruktur enthält neben dem chiralen komplexen Kation $[\text{Cd}(\text{en})_3]^{2+}$ (Punktsymmetrie 2, Zähligkeit 1/2), das hier als Enantiomeren-Paar vorliegt, ein fast tetraedrisches Tetraiodocadmat-Anion $[\text{CdI}_4]^{2-}$ (Symmetrie $\bar{4}$, Zähligkeit 1/4) und ein Iodid-Ion I^- (Symmetrie 2, Zähligkeit 1/2). Die Iodid-Ionen bilden zusammen mit den komplexen Kationen Schichten senkrecht $[010]$, die mit reinen Tetraiodocadmat-Schichten abwechseln. Das komplexe Kation kann durch die sterischen Zwänge der Chelat-Liganden bedingt als stark verzerrtes Oktaeder beschrieben werden.

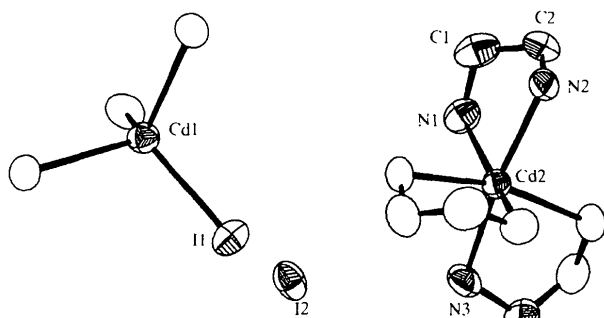


Abb. 1. $[\text{Cd}(\text{en})_3]_2[\text{CdI}_4]\text{I}_2$. Struktur der Ionen mit 50%igen Wahrscheinlichkeitsellipsoiden.

Die Cadmium-Stickstoff-Abstände $d(\text{Cd}-\text{N})$ betragen 2,348 (5), 2,364 (5) und 2,418 (5) Å (je 2 ×). Ein Winkel über die Diagonalen des Oktaeders ergeben sich 163,2 (3) (1 ×) und 164,6 (2)° (2 ×). Diese liegen somit in dem Bereich, der für $[\text{Cd}(\text{en})_3]\text{I}_2$ mit 162,51° beobachtet wurde (Mahadevan *et al.*, 1985). Auch für die axialen und äquatorialen Winkel $\varphi(\text{N}-\text{Cd}-\text{N})$ werden entsprechende Werte von 75,3 (2) (2 ×), 75,5 (3) (1 ×), 92,8 (2) (2 ×), 93,8 (2) (2 ×), 95,9 (2) (2 ×), 97,3 (2) (2 ×) und 100,4 (2)° (1 ×) gefunden. Das zentrale Cadmium-Atom des komplexen Anions ist im

Abstand von $d(\text{Cd}-\text{I}) = 2,7867(4)$ Å (4 ×) nahezu regulär tetraedrisch von vier Iodatomen umgeben [Bindungswinkel $\varphi(\text{I}-\text{Cd}-\text{I}) = 109,54(1)(4)$ × und 109,33 (2)° (2 ×)].

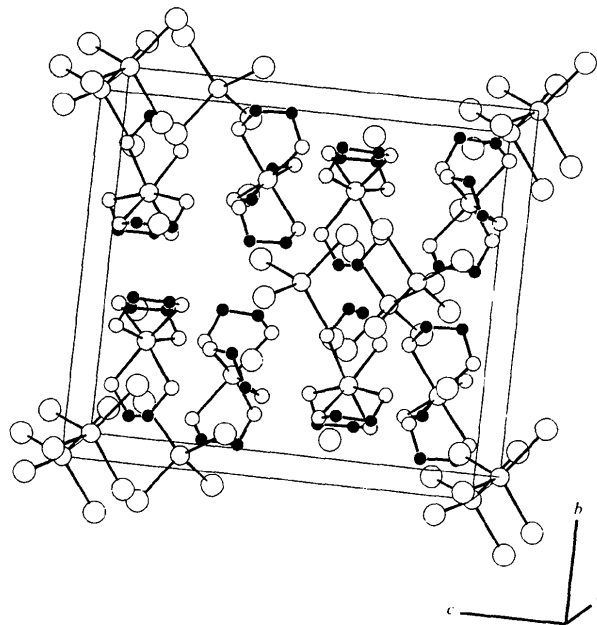


Abb. 2. $[\text{Cd}(\text{en})_3]_2[\text{CdI}_4]\text{I}_2$. Packung der Ionen im Kristall.

Die kürzesten Iod-Wasserstoff-Abstände (Tabelle 2) deuten auf schwache Wasserstoffbrücken zwischen den Liganden und den freien oder koordinierten Iodid-Ionen hin. Die intermolekularen Abstände $d(\text{H} \cdots \text{H})$ zwischen H-Atomen beginnen bei 2,751 (9) Å ($\text{H2A} \cdots \text{H2C}$). Es treten keine bemerkenswerten intermolekularen Kontakte zwischen Iodatomen auf. Diese gibt es erst ab 4,884 (4) Å ($\text{I1} \cdots \text{I2}$).

Experimentelles

Die Darstellung der bisher nicht beschriebenen Verbindung $[\text{Cd}(\text{en})_3]_2[\text{CdI}_4]\text{I}_2$ gelingt durch Umsetzung von Cadmiumiodid (0,50 g; 1,37 mmol) und 1,2-Ethandiamin (0,33 g; 5,46 mmol) in Wasser (30 ml). Zu der heißen Lösung wird ein Gemisch aus Kaliumiodid (0,23 g; 1,37 mmol) und Iod (0,35 g; 1,37 mmol) in Wasser (20 ml) getropft. Dabei fällt zunächst ein rotes pulverförmiges Tetraiodid $[\text{Cd}(\text{en})_3]\text{I}(\text{I}_3)$ aus. Beim Umkristallisieren von dieser Substanz (0,20 g; 0,25 mmol) in 2-Methoxyethanol (30 ml) in einem offenen Becherglas findet man nach 3 bis 5 Tagen aufgrund partieller Reduktion des Polyiodids neben dem roten Tetraiodid selbst gelbe, beständige, bei 493 (2) K schmelzende Kristalle der hier vorgestellten Verbindung. Eine Teilanalyse (CHN-Bestimmung) bestätigt die Zusammensetzung (gefunden: 9,87 C, 3,46 H, 11,75% N; berechnet: 23,100 Cd, 52,179 I, 9,877 C, 3,3155 H, 11,5183% N). Das beobachtete Pulverdiagramm (Debye-Scherrer-Technik, $\text{Cu } K\alpha$) stimmt mit dem berechneten überein (CRYSTALLOGRAPHICA; Oxford Cryosystems, 1996).

Kristalldaten

[Cd(C₂H₈N₂)₃]₂[CdL₄]₂
 $M_r = 1459,219$
 Tetragonal
 $\bar{I}42d$
 $a = 15,081 (1) \text{ \AA}$
 $c = 16,979 (2) \text{ \AA}$
 $V = 3861,6 (6) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 2,5099 \text{ Mg m}^{-3}$
 D_m nicht gemessen

Mo $K\alpha$ Strahlung
 $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$
 Gitterparameter aus 5000
 (quasi-zentrierten)
 Reflexen
 $\theta = 2,70\text{--}26,15^\circ$
 $\mu = 6,456 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 293 (2) \text{ K}$
 Tetragonal bipyramidal
 $0,29 \times 0,28 \times 0,24 \text{ mm}$
 Gelb

(002)]. Zur Sammlung der Strukturdaten wurden 130 Bilder (70,0 mm Abstand, je 5 Minuten Belichtung) im Bereich von $0 < \varphi < 260^\circ$ in einer Schrittweite von 2° aufgenommen. Die effektive Mosaikbreite beträgt 0,009. Die Integration erfolgte unter der Annahme eines dynamischen Profils (9 bis 21 pixel). Dabei treten Reflexüberlappungen nicht auf. Die Datenreduktion schließt eine numerische Absorptionskorrektur ein [tetragonale Bipyramide nach $\langle 111 \rangle$, Vermessung unter dem Mikroskop und Optimierung der Kristallabmessungen mit *X-SHAPE* (Stoe & Cie. 1997b)]. Die Mittelung der gemessenen Reflexe erfolgte entsprechend $\bar{I}42d$ auf zwei halbe Oktanten $\pm h, k, l$ mit $h \geq k$. Der so erhaltene Datensatz enthält 97,9% der erwarteten Reflexe. Von der Verfeinerung wurde ein Reflex mit $F^2 < -2\sigma(F^2)$ ausgeschlossen. Die Zellbesetzung $Z = 4$ läßt sich über Volumeninkremente (Biltz, 1934) abschätzen. Die Strukturlösung gelingt in der Raumgruppe $\bar{I}42d$ mit direkten Methoden. Lösungs- und Verfeinerungsversuche in der auslöschungsgleichen Raumgruppe $I4_1md$ bleiben erfolglos. Das Strukturmodell konnte mit Fouriermethoden vervollständigt werden. Die H-Lagen wurden geometrisch berechnet und mit gemeinsamen isotropen Auslenkungsparametern für chemisch gleichartige H-Atome versehen, die mitverfeinert wurden. Die Datenreduktion wurde mit dem *IPDS-Programmsystem*, die Lösung des Phasenproblems mit *SIR92* (Altomare *et al.*, 1994) und die übrigen Strukturrechnungen mit *SHELXL93* (Sheldrick, 1993) durchgeführt.

Datensammlung

Stoe Imaging Plate System (IPDS) Diffraktometer 1917 unabhängige Reflexe
 Oszillations-Abtastung 1493 Reflexe mit
 $I > 2\sigma(I)$
 Absorptionskorrektur: $R_{\text{int}} = 0,064$
 numerisch (*X-SHAPE*; $\theta_{\text{max}} = 26,15^\circ$
 Stoe & Cie, 1997b) $h = -13 \rightarrow 13$
 $T_{\text{min}} = 0,220, T_{\text{max}} = 0,290$ $k = 0 \rightarrow 18$
 19 892 gemessene Reflexe $l = 0 \rightarrow 21$

Verfeinerung

Verfeinerung auf F^2 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,508 \text{ e \AA}^{-3}$
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,021$ $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,453 \text{ e \AA}^{-3}$
 $wR(F^2) = 0,033$ Extinktionskorrektur:
 $S = 1,080$ *SHELXL93*
 1916 Reflexe Extinktionskoeffizient:
 79 Parameter 0,00368 (5)
 H-Atome: nur Atomformfaktoren aus
 Auslenkungsparameter *International Tables for*
 verfeinert *Crystallography* (Vol. C)
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2)]$ Absolute Konfiguration:
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,001$ Flack (1983)
 Flack-Parameter = $-0,11 (4)$

Datensammlung: *IPDS Bedienungshandbuch* (Stoe & Cie, 1996). Zellverfeinerung: *IPDS Bedienungshandbuch*. Datenreduktion: *IPDS Bedienungshandbuch*. *X-SHAPE* und *X-RED* (Stoe & Cie, 1997a). Lösung der Strukturen: *SIR92*. Verfeinerung der Strukturen: *SHELXL93*. Molekülgrafik: *DIAMOND* (Brandenburg, 1997). Programm für die Herstellung von Veröffentlichungsmaterialien: *WinGX-96* (Farrugia, 1996), *PARST95* (Nardelli, 1995) und *PLATON96* (Spek, 1996).

Tabelle 1. Atomkoordinaten und isotrope äquivalente Verschiebungsparameter (\AA^2)

$$U_{\text{äq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U^{ij} a'_i a'_j$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
Cd1	1/2	0	3/4	0,0452 (3)
I1	0,36213 (3)	-0,06095 (4)	0,65507 (3)	0,0566 (2)
I2	1/4	0,10139 (4)	3/8	0,0598 (2)
Cd2	0,21850 (4)	1/4	5/8	0,0408 (2)
N1	0,1951 (4)	0,1233 (4)	0,7097 (3)	0,0558 (14)
N2	0,1188 (3)	0,1596 (4)	0,5554 (3)	0,0514 (14)
N3	0,3424 (4)	0,1938 (4)	0,5558 (3)	0,061 (2)
C1	0,1186 (5)	0,0750 (5)	0,6783 (4)	0,075 (2)
C2	0,1214 (5)	0,0708 (5)	0,5906 (4)	0,064 (2)
C3	0,4217 (4)	0,2060 (5)	0,6048 (4)	0,068 (2)

Tabelle 2. Wasserstoffbrückengeometrie ($\text{\AA}, ^\circ$)

D—H...A	D—H	H...A	D...A	D—H...A
N2—H2A...I2'	0,901 (7)	2,918 (5)	3,779 (5)	160,6 (5)
N2—H2B...I2	0,900 (7)	2,925 (5)	3,751 (5)	153,2 (5)
N1—H1A...I1	0,900 (9)	3,023 (6)	3,864 (6)	156,3 (6)
N3—H3B...I1''	0,900 (8)	3,070 (6)	3,648 (5)	152,1 (6)

Symmetriebezeichnungen: (i) $-y, \frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + z$; (ii) $\frac{1}{2} + y, x, z - \frac{1}{2}$.

Die Sammlung der Röntgenbeugungsdaten erfolgte mit einem Flächenzähler-Diffraktometer [IPDS, Stoe & Cie, Darmstadt; Mo $K\alpha$, $\lambda=0,71073 \text{ \AA}$, 50 kV, 40 mA, Graphitmonochromator

Diese Arbeit wurde finanziell durch den Verband der Chemischen Industrie gefördert. Wir danken Herrn Professor Dr G. Meyer für die Meßzeit am IPDS-Diffraktometer und Herrn Dr Th. Gilles für die Unterstützung bei der Messung der Daten, der Strukturlösung und der Handhabung der Rechenprogramme.

Ergänzende Daten für diese Veröffentlichung können vom elektronischen Archiv der IUCr (Referenz: JZ1291) bezogen werden. Zugangsmöglichkeiten für diese Daten werden auf der dritten Umschlagseite beschrieben.

Literatur

- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C. & Guagliardi, A. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
 Biltz, W. (1934). *Raumchemie der festen Stoffe*. Leipzig: Verlag von Leopold Voss.
 Brandenburg, K. (1997). *DIAMOND. Informationssystem für Kristallstrukturen*. Fassung Nr. 1.2. Universität Bonn, Deutschland.
 Farrugia, L. J. (1996). *WinGX-96. An Integrated System of Publicly Available Windows Programs for the Solution, Refinement and Analysis of Single Crystal X-ray Diffraction Data*. Fassung Nr. 1.5a. Universität Glasgow, Schottland.
 Mahadevan, C., Seshasayee, M., Sastry, S. & Subrahmanyam, Ch. (1985). *Z. Kristallogr.* **171**, 173.
 Nardelli, M. (1995). *J. Appl. Cryst.* **28**, 659.

- Oxford Cryosystems (1996). *CRYSTALLOGRAPHICA*. Fassung Nr. 1.1. Oxford Cryosystems, Oxford, England.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Universität Göttingen, Deutschland.
- Spek, A. L. (1996). *PLATON. Molecular Geometry Program*. Universität Utrecht, Niederlande.
- Stoe & Cie (1996). *IPDS Bedienungshandbuch*. Stoe Publikation 4801-007. Stoe & Cie, Darmstadt, Deutschland.
- Stoe & Cie (1997a). *X-RED. Data Reduction Program*. Fassung Nr. 1,08a. Stoe & Cie, Darmstadt, Deutschland.
- Stoe & Cie (1997b). *X-SHAPE. Crystal Optimisation for Numerical Absorption Correction*. Fassung Nr. 1,02. Stoe & Cie, Darmstadt, Deutschland.
- Tebbe, K.-F. (1977). *Homoatomic Rings, Chains and Macromolecules of Main-Group Elements*, edited by A. L. Rheingold, pp. 551-606. Amsterdam: Elsevier.

Acta Cryst. (1998). **C54**, 1807-1809

Tris(3-methyl-2,4-pentanedionato-*O,O'*)-cobalt(III)

BRENDAN F. ABRAHAMS, BERNARD F. HOSKINS, DAVID W. MCFADYEN AND LEAH C. PERRIN

School of Chemistry, University of Melbourne, Parkville, Victoria 3052, Australia. E-mail: abrahams@rubens.its.unimelb.edu.au

(Received 17 March 1998; accepted 22 June 1998)

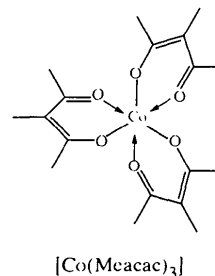
Abstract

Examination of two crystalline forms of tris(methylacetylacetonato)cobalt(III), $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_2)_3]$, indicate that the cobalt ion is coordinated by three chelating ligands resulting in octahedral complexes. The first crystal form is cubic with the Co atom lying on a threefold axis, and the crystal contains a small amount (~ 1.65 molecules) of disordered water. The second crystal form is triclinic with two unique complexes.

Comment

In an investigation of mixed-ligand cobalt(III) complexes of the ligand 2-(*N*-methylamino)benzimidazole, it was shown that methylacetylacetonato (Meacac) complexes could not be isolated, despite the successful preparation of the acetylacetonato (acac) analogues (Cardwell *et al.*, 1997). These observations could be accounted for by destabilization of cobalt(III) complexes of Meacac relative to those of acac. It was thought that the 2- and 4-methyl groups may be forced towards the 3-methyl group upon chelation as the O atoms separate to accommodate the metal ion. If the influence of the 3-methyl group on the stability of these complexes was steric in origin, then this should be revealed by a

comparison of the structure of $[\text{Co}(\text{Meacac})_3]$ with that of $[\text{Co}(\text{acac})_3]$. For this reason, we have examined the structure of $[\text{Co}(\text{Meacac})_3]$.



Crystal structure determinations were undertaken on two crystals taken from an aqueous methanol solution. The first structure, (I) (Fig. 1), is cubic with the Co atom lying on a threefold axis, which is not unexpected given the 'propeller'-type structure adopted by the complex with its three chelating ligands. In addition to the complex, the crystal contains a small amount of disordered water (~ 1.65 molecules). The second crystal form, (II) (Fig. 2), is triclinic with two unique complexes. Both complexes have a similar 'propeller'-type arrangement. Despite the different symmetry of the crystals, the geometry of each of the complexes is very similar. The Co—O distances are in the range 1.868 (5)–1.887 (5) Å. The chelating ligands have bite angles in the range 94.2 (2)–95.2 (2)°. The inter-ligand O—Co—O angles are in the range 87.1 (2)–90.4 (4)° for *cis*-O atoms and in the range 174.4 (2)–177.3 (2)° for *trans*-O atoms. The geometry of the Meacac ligand in each complex is similar to that observed for the acac ligand in $[\text{Co}(\text{acac})_3]$ (Kruger & Reynhardt, 1974; Hon & Pfluger, 1973; Wright & Meyers, 1980). It thus appears that the central methyl group exerts only a minor steric influence.

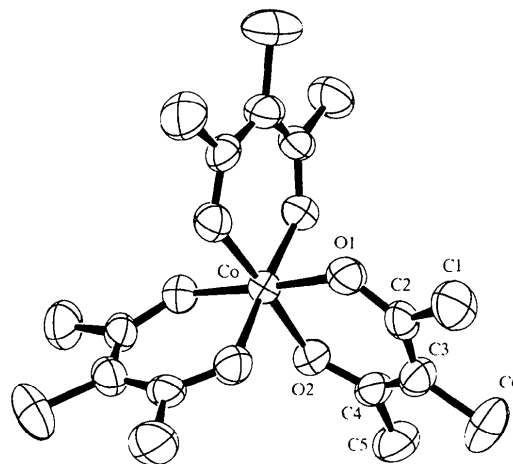


Fig. 1. ORTEP (Johnson, 1976) diagram of (I). Displacement ellipsoids are at the 50% probability level. A threefold axis passes through the Co atom.