

This research is supported by Grant No. GM-11293 of the U.S. Public Health Service, National Institutes of Health.

References

- BERMAN, H. M., CHU, S. C. C. & JEFFREY, G. A. (1967). *Science*, **157**, 1576-1577.
- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891-1898.
- GATEHOUSE, B. M. & POPPLETON, B. J. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 871-876.
- GIRLING, R. L. & JEFFREY, G. A. (1971). *Carbohydr. Res.* **18**, 339-341.
- GIRLING, R. L. & JEFFREY, G. A. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1006-1011.
- IBERS, J. A. & HAMILTON, W. C. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 781-782.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, p. 202. Birmingham: Kynoch Press.
- JEFFREY, G. A. & FASISKA, E. J. (1972). *Carbohydr. Res.* **21**, 187-199.
- JEFFREY, G. A., POPLER, J. & RADOM, L. (1972). *Carbohydr. Res.* **25**, 117-131.
- KUHN, L. P. (1954). *J. Amer. Chem. Soc.* **76**, 4323-4326.
- LEMIEUX, R. U. (1964). *Molecular Rearrangements*, Part 2. Edited by P. DE MAYO. New York: Interscience.
- LEMIEUX, R. U. (1971). *Pure Appl. Chem.* **25**, 527-548.
- SHONO, R. (1970). Technical Reports Nos. 48 and 49, Dept. of Crystallography, Univ. of Pittsburgh, Pittsburgh, Pa. 15213.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175-3187.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 1111

Structure Cristalline du Polychélate Co-2,3-PYD.2H₂O

PAR P. RICHARD,* D. TRAN QUI ET E. F. BERTAUT

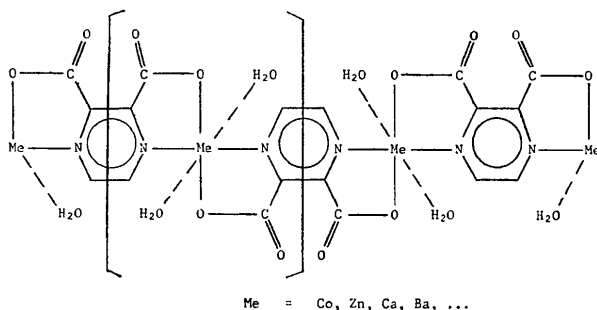
C.N.R.S., Laboratoire des Rayons-X, B.P. n° 166, Centre de Tri, 38042 Grenoble Cedex, France

(Reçu le 13 juin 1972, accepté le 1 décembre 1972)

The crystal structure of the polychelate Co-2,3-PYD.2H₂O (C₆H₂N₂O₄Co.2H₂O) was determined by the symbolic addition method with data collected on a single-crystal diffractometer, using Mo K α radiation. The crystals are orthorhombic, space group *Pcca*, with eight molecules in a unit cell of dimensions $a = 8.037$, $b = 13.977$ and $c = 15.478$ Å. The hydrogen atoms were found from a difference Fourier synthesis. The refinement was carried out by least-squares calculations with anisotropic temperature factors included for all atoms except hydrogen. No corrections were made neither for absorption or extinction. The final *R* value on *F* is 0.034 for 1542 reflexions. The structure consists of chains of molecules parallel to the [010] direction; the molecules are linked by hydrogen bonds.

Introduction

Le polychélate Co-2,3-PYD.2H₂O a été synthétisé par le Dr Antinelli (Antinelli, 1970) à partir d'un poids égal d'acide pyrazine-2,3-dicarboxylique et d'acétate de cobalt. L'analyse chimique et l'analyse thermogravimétrique ont permis d'établir la formule brute C₆H₂N₂O₄Co.2H₂O. L'auteur (Antinelli) a proposé, par analogie avec d'autres polychélates, une formule développée du type:



* Adresse actuelle: Département de Physique, Université du Québec à Montréal, C.P. 8888, Montréal, 101, P.Q., Canada.

Aucune étude n'a pu confirmer cette formule. L'objet du présent travail est donc de vérifier cette hypothèse. Ce polychélate est particulièrement intéressant car il peut contribuer à la synthèse de composés fortement magnétiques.

Partie expérimentale

La méthode de préparation du Co-2,3-PYD.2H₂O a été décrite précédemment (Antinelli, 1970). Soulignons que le thermogramme indique une perte en poids de 12,8% dû au départ des deux molécules d'eau entre 135 et 320°C, et que l'analyse thermique différentielle détermine le point de décomposition de ce polychélate à 360°C (Antinelli, 1970). De plus, une bande d'absorption a été observée à la spectrométrie infrarouge vers 3205 cm⁻¹ (Antinelli, 1970), laissant prévoir les liaisons hydrogène autour de 2,8 Å.

Le cristal choisi pour l'étude cristallographique est une sphère d'environ 0,1 mm de rayon, obtenue par polissage d'un gros monocristal. La forme de l'échantillon a été dictée pour minimiser l'effet de l'absorption. Les règles de non-extinction (*hkl*: aucune extinction, *0kl*: $l = 2n$, *h0l*: $l = 2n$ et *hk0*: $h = 2n$) établies par photographies Weissenberg et par photographies de précession indiquent que le polychélate Co-2,3-PYD,

2H₂O appartient au groupe spatial *Pcca*. Ceci a été confirmé par l'étude au diffractomètre.

Données cristallographiques

Formule chimique: C₆H₂N₂O₄Co.2H₂O

Groupe spatial: *Pcca*

$$a = 8,037 \pm 0,003 \text{ \AA}$$

$$b = 13,977 \pm 0,005$$

$$c = 15,478 \pm 0,005$$

$$V = 1738,7 \pm 1,5 \text{ \AA}^3$$

$$Z = 8$$

$$F(000) = 1048$$

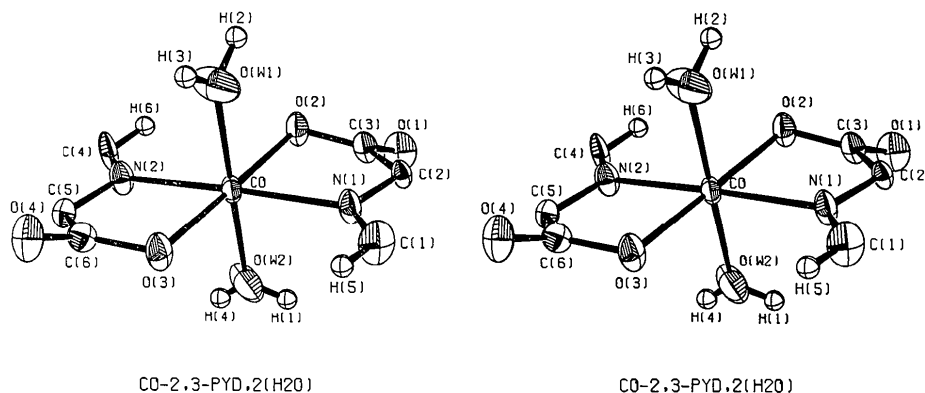
Tableau 1. *Coordonnées atomiques et leurs écarts-types (entre parenthèses)*

	x	y	z	\bar{U}
Co	0,23460 (5)	0,24958 (5)	0,37512 (5)	
N(1)	0,25028 (45)	0,40284 (23)	0,39722 (20)	
N(2)	0,22963 (46)	0,09864 (26)	0,35411 (24)	
C(1)	0,24852 (70)	0,45164 (38)	0,47141 (35)	
C(2)	0,25342 (41)	0,45129 (24)	0,32280 (23)	
C(3)	0,27247 (51)	0,38776 (26)	0,24273 (26)	
C(4)	0,24328 (62)	0,05050 (29)	0,27993 (33)	
C(5)	0,23436 (47)	0,05002 (30)	0,42817 (30)	
C(6)	0,20163 (45)	0,10945 (25)	0,50697 (26)	
O(1)	0,35052 (42)	0,41599 (23)	0,17839 (20)	
O(2)	0,21635 (36)	0,30312 (18)	0,25089 (21)	
O(3)	0,24553 (39)	0,19741 (18)	0,49787 (22)	
O(4)	0,13113 (39)	0,07538 (21)	0,56893 (19)	
O(W1)	-0,02182 (37)	0,25677 (37)	0,38542 (26)	
O(W2)	0,48644 (46)	0,24391 (45)	0,36382 (37)	
H(1)	0,5462 (73)	0,2963 (46)	0,3573 (40)	0,018 (15)
H(2)	-0,0880 (71)	0,2737 (41)	0,3347 (41)	0,019 (16)
H(3)	-0,0781 (70)	0,2396 (44)	0,4162 (40)	0,017 (15)
H(4)	0,5241 (95)	0,2155 (57)	0,3705 (55)	0,046 (29)
H(5)	0,2465 (68)	0,4232 (41)	0,5189 (42)	0,018 (16)
H(6)	0,2301 (62)	0,0858 (38)	0,2270 (37)	0,008 (14)

Tableau 2. *Coefficients d'agitation thermique anisotrope ($\times 10^4$) et leurs écarts-types (entre parenthèses)*

$$T = \exp [-2\pi^2(h^2a^*U_{11} + k^2b^*U_{22} + l^2c^*U_{33} + 2hka^*b^*U_{12} + 2hla^*c^*U_{13} + 2klb^*c^*U_{23})].$$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Co	268 (2)	132 (2)	207 (2)	-15 (3)	-22 (2)	34 (2)
N(1)	480 (20)	147 (15)	116 (14)	-13 (12)	-25 (13)	70 (12)
N(2)	400 (20)	211 (17)	289 (21)	20 (14)	29 (14)	-47 (16)
C(1)	703 (35)	366 (29)	148 (21)	-25 (23)	20 (20)	-54 (21)
C(2)	279 (17)	89 (15)	95 (16)	8 (11)	-14 (11)	-11 (13)
C(3)	392 (20)	185 (16)	182 (17)	6 (15)	-33 (16)	-9 (15)
C(4)	635 (30)	139 (18)	215 (21)	17 (18)	10 (19)	83 (17)
C(5)	242 (18)	223 (22)	281 (25)	-1 (14)	34 (15)	16 (19)
C(6)	260 (17)	205 (16)	210 (18)	51 (14)	-12 (14)	-28 (15)
O(1)	514 (19)	372 (18)	313 (17)	-12 (15)	105 (14)	-1 (14)
O(2)	452 (15)	179 (12)	237 (15)	-31 (11)	-39 (13)	-29 (14)
O(3)	529 (17)	172 (12)	213 (15)	-22 (11)	-54 (12)	10 (13)
O(4)	512 (18)	275 (15)	284 (16)	-1 (13)	141 (14)	-12 (13)
O(W1)	292 (14)	861 (28)	396 (20)	30 (21)	44 (14)	297 (21)
O(W2)	290 (15)	627 (26)	927 (35)	30 (23)	10 (19)	511 (27)



CO-2,3-PYD.2(H2O)

CO-2,3-PYD.2(H2O)

Fig. 1. *Stérogamme de l'élément asymétrique du Co-2,3-PYD, 2H₂O dessiné par ORTEP (Johnson, 1965). Les ellipsoïdes de vibration thermique correspondent à une probabilité de 50 %.*

D_m 1,89 g cm⁻³ D_c 1,98

Couleur des cristaux: corail

Coefficient d'absorption linéaire pour Mo $K\alpha$: $\mu_l = 20,7$ cm⁻¹Rayon du cristal sphérique étudié: $r = 0,01 \pm 0,001$ cmNombre de réflexions mesurées dans $\frac{1}{8}$ de la sphère d'Ewald: 1629 θ max: 35°.

Nous avons mesuré 1629 réflexions (1542 non nulles) sur le diffractomètre automatique Siemens de l'Institut Laue-Langevin de Grenoble par la méthode $\theta/2\theta$, avec la radiation $K\alpha$ du molybdène filtrée au zirconium. La correction Lorentz-polarisation a été effectuée au moyen d'un programme écrit par Troughton (1969). Aucune correction n'a été faite pour l'absorption ou l'extinction.

Résolution et affinement de la structure

Les calculs se rapportant à la résolution et à l'affinement de la structure du Co-2,3-PYD.2H₂O, ont été effectués, sur l'ordinateur C.D.C. 6400 de l'Université du Québec, au moyen de la programmathèque 'X-ray System', version juillet 1971 du Professeur J. M. Stewart (1964).

Les moyennes et distributions statistiques sur les facteurs de structure normalisés furent les suivantes:

	Théoriques		Expérimentales
	Centrosymétrique	Non-centrosymétrique	
$\langle E \rangle$	0,798	0,866	0,774
$\langle E^2 - 1 \rangle$	0,968	0,736	1,020
$\langle E^2 - 1 ^2 \rangle$	2,000	1,000	2,531
$ E > 3$	0,27	0,01	0,79
$ E > 2$	4,55	1,83	5,60
$ E > 1$	31,73	36,79	28,39

Nous avons déterminé les signes de 321 facteurs de structure avec $|E| > 1$ par la méthode directe. Ensuite, nous avons fait des sections de densité électronique perpendiculaires à l'axe a à l'échelle 1 pouce (2,54 cm) = 1 Å. Ceci nous a permis de localiser tous les atomes sauf ceux d'hydrogène.

Pour l'affinement, nous avons utilisé les facteurs de diffusion donnés par Cromer & Waber (1965) pour les atomes Co, N, C et O, et les facteurs de diffusion donnés dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1968) pour l'hydrogène. Après 3 cycles d'affinement avec une pondération unitaire, sans hydrogène et avec des facteurs d'agitation thermique isotrope, le résidu est tombé à 0,104. Nous avons introduit les facteurs d'agitation thermique anisotrope, et après 3 autres cycles d'affinement, le résidu est passé à 0,044.

Une synthèse différence nous a permis ensuite de localiser les 6 atomes d'hydrogène. Ils ont été introduits dans l'affinement avec des facteurs d'agitation thermique isotrope, et après 3 cycles d'affinement, le résidu s'est stabilisé à la valeur finale $R = 0,034$. Deux cycles d'affinement supplémentaires n'ont pas fait varier la valeur du résidu, et n'ont pas modifié sensiblement les paramètres atomiques. Les Tableaux 1 et 2 contiennent respectivement les coordonnées atomiques et les coefficients d'agitation thermique anisotrope.* La Fig. 1 représente une stéréogramme de l'élément asymétrique du Co-2,3-PYD.2H₂O.

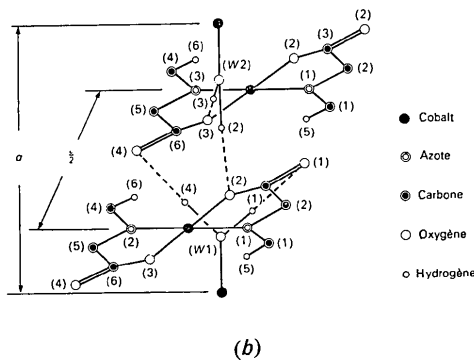
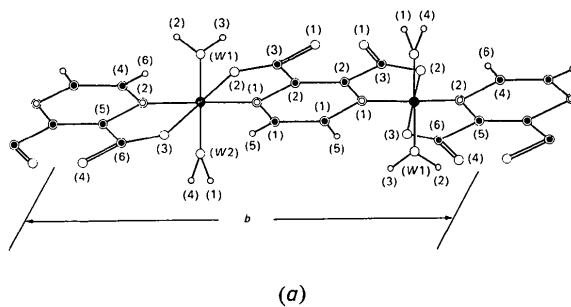


Fig. 2. Vue tridimensionnelle (a) d'une chaîne moléculaire, (b) des liaisons hydrogène, les molécules d'eau liées aux atomes de cobalt des deux segments moléculaires ayant été supprimées afin de simplifier la figure. Les chiffres entre parenthèses distinguent les différents sites occupés par des atomes de même espèce.

Description et discussion de la structure

Les Tableaux 3 et 4 contiennent les distances et les angles des liaisons intramoléculaires. L'assemblage cristallin est constitué de chaînes moléculaires parallèles à la direction [010]. Une chaîne est formée d'anneaux pyrazine, oscillant de quelques degrés autour du plan bc , et liés entre eux par les atomes de cobalt. A ce tronçon viennent s'ajouter les atomes d'oxygène et les atomes de carbone C(3) et C(6). Enfin, deux molécules d'eau viennent se greffer à l'atome de cobalt de part et d'autre du plan bc .

* La liste des facteurs de structure observés et calculés est disponible à la National Lending Library, Angleterre (Publication Supplémentaire N° SUP 30047). On peut obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 3. Longueurs des liaisons intramoléculaires et leurs écarts-types (entre parenthèses)

La numérotation des atomes correspond à celle de la Fig. 1, le prime servant à distinguer deux atomes équivalents.

Co...N(1)	2,173 (4) Å	C(2)-C(2')	1,363 (5) Å
Co...N(2)	2,135 (4)	C(2)-C(3)	1,532 (6)
Co...O(2)	2,069 (4)	C(3)-O(1)	1,241 (5)
Co...O(3)	2,037 (4)	C(3)-O(2)	1,272 (5)
Co...O(W1)	2,069 (4)	C(4)-C(4')	1,416 (6)
Co...O(W2)	2,033 (4)	C(5)-C(5')	1,421 (6)
N(1)-C(1)	1,336 (7)	C(5)-C(6)	1,499 (6)
N(1)-C(2)	1,337 (5)	C(6)-O(3)	1,287 (5)
N(2)-C(4)	1,335 (6)	C(6)-O(4)	1,211 (5)
N(2)-C(5)	1,333 (6)	C(1)-H(5)	0,83 (7)
C(1)-C(1')	1,352 (8)	C(4)-H(6)	0,96 (6)

Chaque chaîne moléculaire est reliée à ses voisines de gauche et de droite d'un même plan *bc* par des liaisons hydrogène *via* les molécules d'eau appartenant aux chaînes moléculaires des plans *bc* inférieur et supérieur. La liaison hydrogène assure donc aussi la cohésion entre les chaînes moléculaires interplanaires. La Fig. 2 représente l'enchaînement moléculaire, ainsi que les liaisons hydrogène intermoléculaires.

Les distances et les angles décrivant les liaisons hydrogène sont présentés au Tableau 5. La distance moyenne O(W)-H est de $0,77 \pm 0,07$ Å, ce qui est plus court que des distances analogues mesurées par diffraction neutronique (Hamilton & Ibers, 1968). La différence provient probablement du fait que la diffraction neutronique détermine la position des noyaux, donc mesure les distances internucléaires, alors que la diffraction des rayons-X détermine la position du maximum de densité électronique, donc mesure les distances entre les centres de masse des nuages électroniques. Les deux distances peuvent être sensiblement différentes, surtout lorsqu'un des deux atomes est l'hydrogène.

Le même raisonnement peut s'appliquer à la distance moyenne C-H ($0,90 \pm 6$ Å) qui est plus faible que la valeur généralement admise pour ce type de liaison (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1968).

Nous tenons à remercier monsieur le Professeur Pâris de l'Université de Lyon pour avoir favorisé cette recherche, ainsi que le Dr Antinelli pour les cristaux de Co-2,3-PYD,2H₂O qu'il a synthétisés.

Tableau 4. Angles de liaisons intramoléculaires et leurs écarts-types (entre parenthèses)

La numérotation des atomes correspond à celle de la Fig. 1, le prime servant à distinguer deux atomes équivalents.

N(1).....Co.....N(2)	177,72 (0,14)°	N(1)-C(1)-C(1')	120,69 (0,48)°
N(1).....Co.....O(2)	78,10 (0,12)	N(1)-C(2)-C(2')	120,36 (0,33)
N(1).....Co.....O(3)	101,74 (0,12)	N(1)-C(2)-C(3)	113,92 (0,30)
N(1).....Co.....O(W1)	89,87 (0,18)	C(3)-C(2)-C(2')	125,66 (0,33)
N(1).....Co.....O(W2)	89,67 (0,21)	C(2)-C(3)-O(1)	121,01 (0,34)
N(2).....Co.....O(2)	102,39 (0,13)	C(2)-C(3)-O(2)	115,03 (0,34)
N(2).....Co.....O(3)	77,83 (0,13)	O(1)-C(3)-O(2)	123,66 (0,37)
N(2).....Co.....O(W1)	92,36 (0,18)	N(2)-C(4)-C(4')	120,57 (0,44)
N(2).....Co.....O(W2)	88,11 (0,21)	N(2)-C(5)-C(5')	120,45 (0,41)
O(2).....Co.....O(3)	178,38 (0,13)	N(2)-C(5)-C(6)	114,34 (0,36)
O(2).....Co.....O(W1)	89,05 (0,15)	C(6)-C(5)-C(5')	125,20 (0,40)
O(2).....Co.....O(W2)	90,27 (0,19)	C(5)-C(6)-O(3)	113,09 (0,35)
O(3).....Co.....O(W1)	89,34 (0,15)	C(5)-C(6)-O(4)	120,56 (0,34)
O(3).....Co.....O(W2)	91,34 (0,19)	O(3)-C(6)-O(4)	126,19 (0,37)
O(W1).....Co.....O(W2)	179,25 (0,22)	Co-O(2)-C(3)	113,80 (0,27)
Co.....N(1).....C(1)	129,66 (0,31)	Co-O(3)-C(6)	115,62 (0,27)
Co.....N(1).....C(2)	111,40 (0,24)	H(5)-C(1)-N(1)	120,9 (4,1)
C(1).....N(1).....C(2)	118,85 (0,36)	H(5)-C(1)-C(1')	118,4 (4,1)
Co.....N(2).....C(4)	128,85 (0,30)	H(6)-C(4)-N(2)	117,7 (3,3)
Co.....N(2).....C(5)	111,85 (0,29)	H(6)-C(4)-C(4')	121,3 (3,3)
C(4).....N(2).....C(5)	118,70 (0,38)		

Tableau 5. Distances et angles décrivant les liaisons hydrogène et leurs écarts-types (entre parenthèses)

La numérotation des atomes correspond à celle de la Fig. 1.

	O(W)-H	H-O	O(W)-O	∠ O(W)-H-O
O(W2)-H(1)···O(1)	0,88 (7) Å	1,95 (7) Å	2,816 (7) Å	168,0 (5,8)°
O(W1)-H(2)···O(2)	0,98 (7)	1,73 (7)	2,705 (6)	176,2 (5,5)
O(W1)-H(3)···O(3)	0,70 (6)	2,03 (6)	2,729 (5)	175,6 (6,5)
O(W2)-H(4)···O(4)	0,51 (8)	2,33 (8)	2,826 (7)	162,0 (10,9)
	Angle			
H(2)-O(W1)-H(3)	106,2 (5,9)°			
H(1)-O(W2)-H(4)	109,9 (9,5)			

Références

- ANTINELLI, J. P. (1970). Thèse, Université de Lyon.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 HAMILTON, W. C. & IBERS, J. A. (1968). *Hydrogen Bonding in Solids*, p. 260. New York: Benjamin.
International Tables for X-ray Crystallography (1968). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
 STEWART, J. M. (1964). *X-RAY 63 Program System. Technical Report TR-64-6, N56-398*, Computer Science Centre, Univ. of Maryland, College Park, Maryland, U.S.A.
 TROUGHTON P. G. H. (1969). *Practical Experience in Working with a Siemens Automatic Single-Crystal Diffractometer*. Chemical Crystallography Laboratory, Imperial College, London, SW7, England.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 1115

Nouvelle Détermination de la Structure Cristalline de l'Hypophosphite de Magnésium Hexahydraté $\text{Mg}(\text{PO}_2\text{H}_2)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

PAR J. L. GALIGNÉ ET Y. DUMAS

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier Cedex, France

(Reçu le 20 décembre 1972, accepté le 24 janvier 1973)

The structure of the title compound has been determined from X-ray diffraction data collected on an automatic single-crystal diffractometer with monochromated Cu $K\alpha$ radiation. The crystals are quadratic with $a = b = 10.33 \pm 0.01$ and $c = 20.38 \pm 0.02$ Å; space group $I4_1/acd$ with $Z = 8$. The structure has been refined by least-squares methods to $R = 0.058$. The $[\text{Mg}(\text{OH}_2)_6]^{2+}$ cations have 222 symmetry and the PO_2H_2^- anion has symmetry 2, with P–O bond lengths of 1.507 (3) Å and an O–P–O angle of 116.2 (3)°. The two independent Mg–O bond lengths are 2.044 (3) and 2.066 (5) Å. All the water molecules are hydrogen-bonded with hypophosphite oxygen and their oxygens are sp^2 hybridized. The three O–H...O independent bond lengths are 2.75₂, 2.749 and 2.76₂ Å and the O...O...O angles are 119.5 and 117°.

Une solution de la structure cristalline de l'hypophosphite de magnésium hexahydraté $\text{Mg}(\text{PO}_2\text{H}_2)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a été proposée par Pédrázuela, García-Blanco & Rivoir (1953). Cette étude effectuée sur les projections principales donnait des résultats vraisemblables en ce qui concerne le cation $[\text{Mg}(\text{OH}_2)_6]^{2+}$ et l'anion PO_2H_2^- ; Cependant les positions relatives des 2 ions paraissaient douteuses. Nous avons repris cette étude par diffraction des rayons X et nos résultats montrent effectivement que les 2 ions en présence n'étaient pas en position relative correcte.

Etude expérimentale

Données cristallographiques

$$a = b = 10,33 \pm 0,01, \quad c = 20,38 \pm 0,02 \text{ \AA.}$$

Groupe spatial $I4_1/acd$ d'après les extinctions systématiques,

$$Z = 8,$$

$$D_c = 1,60 \text{ g cm}^{-3}.$$

Coefficient linéaire d'absorption $\mu = 52 \text{ cm}^{-1}$ (pour Cu $K\alpha$).

Les cristaux sont obtenus facilement à partir de la solution aqueuse. Le cristal utilisé était une sphère de 0,4 mm de diamètre. Les mesures ont été effectuées sur un diffractomètre CAD 3 Enraf-Nonius par la méthode de balayage $\theta/2\theta$ avec la radiation Cu $K\alpha$ monochromatisée. Toutes les réflexions correspondant

à $h, k, l \geq 0$ et à $\theta < 68^\circ$ ont été mesurées; nous avons ensuite conservé les 465 réflexions indépendantes ($h \geq k$) possibles compte tenu des extinctions du groupe spatial. Les corrections de Lorentz-polarisation et d'absorption pour un cristal sphérique ont été effectuées.

Détermination de la structure

L'hypothèse de Pédrázuela *et al.* (1953) a donné un indice d'accord $R = \sum ||F_c| - F_o| / \sum F_o = 0,30$, mais on peut noter immédiatement un bon accord pour les réflexions ayant h, k et l pairs et un très mauvais accord lorsque h et/ou k étaient impairs: ceci suggère une translation du motif ou d'une partie du motif. L'étude de la fonction de Patterson ne fournit pas d'information supplémentaire mais confirme l'environnement octaédrique de Mg et la distance Mg–P ($\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$). Seule l'orientation de l'ion hypophosphite reste à déterminer.

La considération des liaisons possibles entre $[\text{Mg}(\text{OH}_2)_6]^{2+}$ et PO_2H_2^- montre que la solution de Pédrázuela est inexacte car elle aboutit à une configuration impossible pour les molécules d'eau; en effet, chaque molécule d'eau serait liée à un cation Mg^{2+} et à deux oxygènes d'anion hypophosphite par 3 liaisons coplanaires dont les angles seraient $\text{Mg}-\text{O}(\text{H}) \cdots \text{O} = 80^\circ$ et $\text{O} \cdots (\text{H})-\text{O}-(\text{H}) \cdots \text{O} = 160^\circ$, toutes ces liaisons se trouvant dans le même demi-plan. Par contre, si l'on décale Mg et son octaèdre de molécules d'eau de