

on C(2) which shifts the  $^{13}\text{C}$  resonance to  $\delta 56.6$ . The difference in chemical shifts for the two C(3) protons can be rationalized in terms of different average environments. From Fig. 1 it can be seen that one proton lies above the plane of the perpendicular phenyl ring while the other is in a nonmagnetic environment. The signal at  $\delta 1.65$  is consistent with an upfield shift for a proton lying above a phenyl ring. While the intramolecular interactions are weak, the sum of the interaction must be sufficient to ensure that the time-averaged solution conformation is similar to that observed in the solid.

We would like to acknowledge the financial support of the Robert A. Welch Foundation and the National Science Foundation (CHE74-18742).

### References

- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794.

*Acta Cryst.* (1977). **B33**, 585–586

## Trimétaphosphate de Césium Monohydraté

PAR ISAAC TORDJMAN, RENÉ MASSE ET JEAN-CLAUDE GUITEL

Laboratoire des Rayons X, CNRS, 166 X, 38042 Grenoble Cédex, France

(Reçu le 13 septembre 1976, accepté le 1 octobre 1976)

**Abstract.**  $\text{Cs}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , triclinic;  $a = 10.610(6)$ ,  $b = 7.966(4)$ ,  $c = 8.172(5)$  Å,  $\alpha = 96.64(8)$ ,  $\beta = 68.84(8)$ ,  $\gamma = 95.42(8)^\circ$ ; space group  $P\bar{1}$ , two formula units per cell. The crystal structure was solved from single-crystal diffractometer data by a Patterson synthesis and refined by a least-squares method. The final  $R$  value is 0.05 for 1120 independent reflexions.

**Introduction.**  $\text{Cs}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$  a été préparé par Grenier (1973) suivant une méthode que Boullé (1938) avait appliquée au sel de calcium.



Grenier (1973) a établi que  $\text{Cs}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$  est triclinique et a donné une maille.

Les intensités diffractées ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre automatique Philips avec la radiation  $\text{Ag } K\alpha$  ( $\lambda = 0,5608$  Å), et monochromateur en graphite. Dimensions du cristal:  $0,13 \times 0,15 \times 0,15$  mm; nombre de réflexions indépendantes mesurées: 1700; nombre de réflexions conservées pour l'affinement: 1120; domaine angulaire de mesure:  $4^\circ < \theta < 19^\circ$ ; vitesse de balayage:  $0,05^\circ \text{ s}^{-1}$ ; balayage en  $\omega$ ; largeur:  $1,2^\circ(\theta)$ .

Une sommation de Patterson tridimensionnelle a permis de localiser les atomes de césium dans l'hypothèse du groupe  $P\bar{1}$ . Des sommations de Fourier révèlent les atomes de phosphore et d'oxygène. La molé-

cule d'eau apparaît sur une synthèse de Fourier différentielle. L'affinement du modèle obtenu dans le groupe  $P\bar{1}$ , par une méthode de moindres carrés, effectué au moyen du programme *SFLS-5* de Prewitt (1966) sur 1120 réflexions conduit à une valeur de  $R = 5\%$ .\* Les

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32172: 9 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées cristallographiques des atomes

	$x$	$y$	$z$	$B$
Cs(1)	0,0133 (1)	0,2592 (2)	0,2598 (2)	2,34 (2)
Cs(2)	0,6233 (1)	0,1225 (2)	0,1955 (2)	2,43 (2)
Cs(3)	0,6587 (1)	0,3796 (2)	0,7219 (2)	2,35 (2)
P(1)	-0,0029 (5)	0,2412 (6)	0,7732 (7)	1,72 (5)
P(2)	0,2479 (6)	0,4223 (6)	0,7710 (7)	1,79 (5)
P(3)	0,2570 (5)	0,1374 (6)	0,5121 (7)	1,47 (5)
O(L1)	0,323 (2)	0,257 (2)	0,645 (2)	2,8 (1)
O(L2)	0,100 (1)	0,109 (1)	0,634 (2)	2,1 (1)
O(L3)	0,097 (2)	0,349 (2)	0,861 (2)	2,8 (1)
O(E11)	-0,049 (1)	0,359 (2)	0,674 (2)	2,6 (1)
O(E12)	-0,099 (2)	0,141 (2)	0,906 (2)	3,0 (1)
O(E21)	0,311 (1)	0,453 (2)	0,909 (2)	2,9 (1)
O(E22)	0,256 (2)	0,557 (2)	0,660 (2)	2,8 (1)
O(E31)	0,268 (2)	0,235 (2)	0,367 (2)	3,2 (1)
O(E32)	0,325 (1)	-0,023 (2)	0,476 (2)	2,9 (1)
H <sub>2</sub> O	0,413 (1)	0,206 (2)	0,018 (2)	2,6 (1)

Tableau 2. Facteurs de température anisotropes ( $\beta_{ij} \times 10^4$ )

	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
Cs(1)	79 (1)	74 (2)	103 (3)	8 (1)	-42 (2)	10 (2)
Cs(2)	64 (2)	91 (2)	111 (3)	-6 (1)	-34 (2)	11 (2)
Cs(3)	70 (2)	80 (2)	89 (2)	1 (1)	-20 (2)	6 (2)
P(1)	43 (6)	66 (9)	85 (10)	-4 (5)	-23 (6)	26 (7)
P(2)	68 (7)	55 (8)	72 (9)	8 (6)	-34 (7)	11 (7)
P(3)	53 (6)	35 (8)	79 (9)	12 (5)	-37 (6)	-5 (7)
O(L1)	91 (20)	96 (26)	168 (35)	-36 (18)	-99 (23)	36 (24)
O(L2)	58 (17)	22 (20)	139 (31)	6 (14)	-22 (18)	-14 (20)
O(L3)	103 (21)	80 (24)	99 (29)	3 (18)	-41 (21)	-7 (21)
O(E11)	89 (20)	110 (27)	68 (27)	8 (17)	-27 (19)	27 (21)
O(E12)	98 (21)	73 (25)	109 (30)	-21 (18)	-4 (21)	11 (22)
O(E21)	101 (21)	119 (28)	130 (32)	28 (19)	-95 (23)	-28 (24)
O(E22)	137 (24)	56 (24)	132 (32)	-19 (18)	-92 (24)	61 (22)
O(E31)	114 (23)	126 (29)	65 (27)	25 (20)	-2 (20)	58 (23)
O(E32)	20 (14)	160 (34)	205 (36)	43 (16)	-38 (20)	-7 (28)
H <sub>2</sub> O	31 (16)	143 (29)	107 (29)	48 (17)	3 (18)	-22 (24)

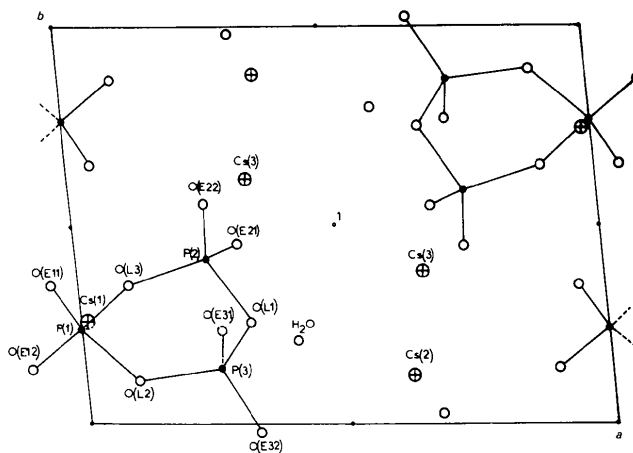
Fig. 1. Projection *ab* de Cs<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·H<sub>2</sub>O.

Tableau 3. Distances interatomiques (Å) et angles des liaisons (°)

## Cycle trimetaphosphate

P(1)—O(L2)	1,622 (13)	P(2)—O(L1)	1,651 (14)	P(3)—O(L1)	1,658 (18)
P(1)—O(L3)	1,618 (18)	P(2)—O(L3)	1,584 (15)	P(3)—O(L2)	1,608 (13)
P(1)—O(E11)	1,483 (18)	P(2)—O(E21)	1,493 (20)	P(3)—O(E31)	1,459 (17)
P(1)—O(E21)	1,453 (14)	P(2)—O(E22)	1,463 (16)	P(3)—O(E32)	1,472 (16)
O(L2)—O(L3)	2,495 (19)	O(L1)—O(L3)	2,524 (20)	O(L1)—O(L2)	2,560 (22)
O(L2)—O(E11)	2,527 (20)	O(L1)—O(E21)	2,846 (22)	O(L1)—O(E31)	2,523 (25)
O(L2)—O(E21)	2,466 (18)	O(L1)—O(E22)	2,537 (21)	O(L1)—O(E32)	2,478 (21)
O(L3)—O(E11)	2,544 (24)	O(L3)—O(E21)	2,488 (25)	O(L2)—O(E31)	2,508 (18)
O(L3)—O(E21)	2,487 (21)	O(L3)—O(E22)	2,525 (20)	O(L2)—O(E32)	2,527 (18)
O(E11)—O(E21)	2,551 (21)	O(E21)—O(E22)	2,554 (25)	O(E31)—O(E32)	2,537 (24)
O(L2)—P(1)—O(L3)	100,7 (8)	O(L1)—P(2)—O(L3)	102,5 (8)	O(L1)—P(3)—O(L2)	103,2 (8)
O(L2)—P(1)—O(E11)	108,9 (8)	O(L1)—P(2)—O(E21)	104,4 (8)	O(L1)—P(3)—O(E31)	107,9 (8)
O(L2)—P(1)—O(E21)	106,5 (8)	O(L1)—P(2)—O(E22)	108,9 (9)	O(L1)—P(3)—O(E32)	104,5 (8)
O(L3)—P(1)—O(E11)	110,2 (8)	O(L3)—P(2)—O(E21)	107,9 (9)	O(L2)—P(3)—O(E31)	109,6 (8)
O(L3)—P(1)—O(E21)	108,0 (8)	O(L3)—P(2)—O(E22)	111,9 (9)	O(L2)—P(3)—O(E32)	110,2 (8)
O(E11)—P(1)—O(E21)	120,7 (9)	O(E21)—P(2)—O(E22)	119,6 (9)	O(E31)—P(3)—O(E32)	119,9 (8)
P(2)—O(L1)—P(3)	122,6 (9)	P(1)—O(L2)—P(3)	130,6 (9)	P(1)—O(L3)—P(2)	129,8 (9)

## Environnement des sites de césium

Cs(1)—O(L2)	3,165 (12)	Cs(2)—O(E22)	3,054 (15)	Cs(3)—O(E21)	3,266 (17)
Cs(1)—O(L3)	3,203 (16)	Cs(2)—O(E32)	3,364 (12)	Cs(3)—O(E22)	3,009 (16)
Cs(1)—O(E22)	3,150 (17)	Cs(2)—O(E32)	3,125 (18)	Cs(3)—O(E31)	3,193 (15)
Cs(1)—O(E31)	3,154 (20)	Cs(2)—O(E21)	3,038 (14)	Cs(3)—O(E32)	3,091 (15)
Cs(1)—O(E11)	3,218 (15)	Cs(2)—H <sub>2</sub> O	3,223 (18)	Cs(3)—O(E11)	3,005 (17)
Cs(1)—O(E11)	3,099 (14)	Cs(2)—H <sub>2</sub> O	3,048 (14)	Cs(3)—H <sub>2</sub> O	3,179 (13)

Coordonnées cristallographiques sont données dans le Tableau 1 et les facteurs de température anisotropes dans le Tableau 2.

**Discussion.** La maille contient un cycle trimetaphosphate P<sub>3</sub>O<sub>9</sub> indépendant (Fig. 1). La molécule d'eau est liée. Elle participe aux environnements des sites de césium: Cs(2) et Cs(3). Les trois sites de césium ont des

voisins octaédriques d'oxygène. Le Tableau 3 donne les distances interatomiques.

## Références

- BOULLÉ, A. (1938). *C.R. Acad. Sci. Paris*, **206**, 517.  
 GRENIER, J. C. (1973). *Bull. Soc. Fr. Minér. Crist.* **96**, 171-178.  
 PREWITT, C. T. (1966). *SFLS-5*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-TM-305.