

C(17)C(13)C(14) 38.3°. Molecules are connected by intermolecular hydrogen bonds; the first is between O(1) of one molecule and O(2) of a second molecule [O(1)—O(2) = 2.792 Å] with O(1)H(1)O(2) = 166°; the second is between O(1) of the first molecule and O(3) of a third molecule [O(1)—O(3) = 2.617 Å] with O(1)H(3)O(3) = 173°.

The authors are indebted to J. Ficini† and I. Daoust-Maleval for having proposed this work and supplied the crystals for X-ray analysis.

† Deceased.

References

- BROWN, H. C. & DICKASON, W. C. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 709–710.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 MAIN, P., GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1984). *MULTAN84. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
 MORRISON, J. D. & MOSHER, H. S. (1971). *Asymmetric Organic Reactions*, p. 117. Englewood Cliffs: Prentice-Hall.
 RICHER, J. C. & BELANGER, P. (1966). *Can. J. Chem.* **44**, 2057–2066.
 WATKIN, D. J., CARRUTHERS, J. R. & BETTERIDGE, D. W. (1985). *CRYSTALS*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. of Oxford, England.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 117–119

Structure du Propanediammonium-1,3 Monohydrogénomonophosphate Monohydrate

PAR S. KAMOUN

Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie

A. JOUINI

Faculté des Sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie

ET A. DAOUD

Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie

(Reçu le 9 octobre 1989, accepté le 28 février 1990)

Abstract. $C_3H_{12}N_2^+ \cdot HPO_4^{2-} \cdot H_2O$, $M_r = 190.14$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 6.956$ (2), $b = 16.654$ (3), $c = 7.782$ (1) Å, $\beta = 113.80$ (1)°, $V = 824.8$ (6) Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.544$, $D_x = 1.531$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Ag K}\alpha) = 0.5608$ Å, $\mu = 1.647$ mm⁻¹, $F(000) = 408$, $T = 298$ K. The structure was solved by the Patterson method and refined to a final R value of 0.049 for 1764 observed independent reflections. The acidic phosphoric groups are connected through O—H...O hydrogen bonds, so that infinite chains parallel to the c axis with anionic period $[H_2P_2O_8(H_2O)]^{4-}$ are formed in the structure. The chains are themselves interconnected by means of N—H...O hydrogen bonds originating from the $[NH_3(CH_2)_3NH_3]^{2+}$ cation so as to build a three-dimensional network.

Introduction. L'étude de $NH_3(CH_2)_3NH_3 \cdot HPO_4 \cdot H_2O$ s'inscrit dans le cadre d'une étude systématique de l'interaction de l'acide monophosphorique H_3PO_4 avec les diamines aliphatiques à chaînes linéaires répondant à la formule chimique $NH_2(CH_2)_nNH_2$ où $n > 1$. Plusieurs structures de complexes de l'éthylènediamine ($n = 2$) ont été établies: Na_2-

$NH_3(CH_2)_2NH_3 \cdot (HPO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel, 1987), $NH_3(CH_2)_2NH_3 \cdot HPO_4$ (Averbuch-Pouchot & Durif, 1987), $NH_3(CH_2)_2NH_3 \cdot 2H_2PO_4$ (Kamoun, Jouini & Daoud, 1989) et $NH_3(CH_2)_2NH_3 \cdot 2H_2PO_4 \cdot H_3PO_4$ (Bagieu-Beucher, Durif & Guitel, 1989).

Dans le présent travail, nous décrivons la structure cristalline de ce nouveau complexe de monophosphate, dont la préparation, l'analyse et les caractéristiques cristallographiques ont été signalées (Kamoun, Jouini & Daoud, 1990).

Partie expérimentale. Cristal parallélépipédique, dimensions: 0,12 × 0,09 × 0,014 mm; D_m par pycnométrie (bromobenzène); Philips PW1100; monochromateur: graphite; paramètres cristallins obtenus avec 25 réflexions ($11 < \theta < 13^\circ$); domaine des mesures: 3 à 30° (θ); type de balayage: ω ; domaine de balayage (1,2 + 0,2 tg θ)°; vitesse de balayage 0,03 s⁻¹; réflexions de référence: 241, 241, 133; variation négligeable; temps de mesure du fond continu fixé à 10 s; nombre de réflexions mesurées: 1854 ($\pm h, k, l$); $h_{\max} = 10$; $k_{\max} = 26$; $l_{\max} = 11$; correction

de Lorentz-polarisation, aucune correction d'absorption. La structure a été déterminée par exploitation de la fonction de Patterson et synthèses de Fourier successives: $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ minimisée. Les derniers cycles d'affinement par moindres carrés à matrices complètes sont effectués à l'aide de 1764 raies retenues et correspondant à $F_o > 3\sigma(F)$. Pour tous les affinements, un schéma de pondération unitaire a été utilisé; facteur de diffusion atomique et termes de dispersion: f' et f'' (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1974, Tome IV). Les calculs sont effectués sur PDP 11/34 utilisant les programmes *SDP* (Enraf-Nonius, 1980). Une synthèse de Fourier différence permet de localiser la totalité des atomes d'hydrogène. Les coordonnées atomiques, les coefficients de températures isotropes pour les atomes d'hydrogène, anisotropes pour les non hydrogène sont affinés; pas de correction d'extinction secondaire; $R = 0,049$; $wR = 0,053$; $S = 0,814$; $\Delta\rho_{\max} = 0,46$ e \AA^{-3} ; $(\Delta\sigma)_{\max} = 0,0$.

Discussion. Le Tableau 1 donne les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitations thermiques de $NH_3(CH_2)_3NH_3 \cdot HPO_4 \cdot H_2O$. * La Fig. 1 représente la projection de la structure sur le plan bc . Les ions monohydrogénomonophosphates sont liés entre eux par des liaisons par pont hydrogène du type $O(2) \cdots H(O2) \cdots O(1)$. Les distances et les angles de liaison décrivant les groupements $[HPO_4^{2-}]$ sont con-

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, principales distances interatomiques et des angles de liaison ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53105: 18 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.

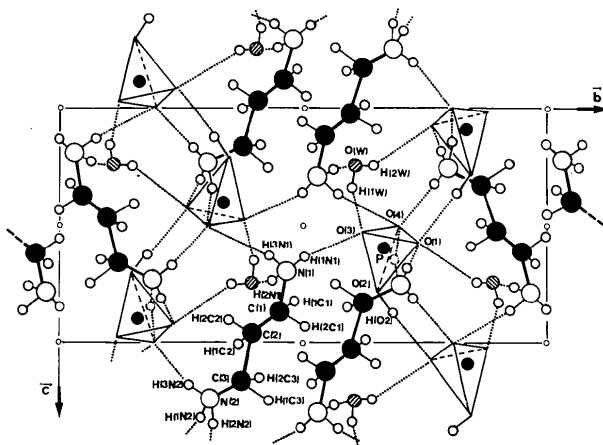


Fig. 1. Projection de la structure de $NH_3(CH_2)_3NH_3 \cdot HPO_4 \cdot H_2O$ sur le plan bc .

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique équivalents B_{eq} (\AA^2) dans $NH_3(CH_2)_3NH_3 \cdot HPO_4 \cdot H_2O$

Les déviations standards sont données entre parenthèses.

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j a_i \cdot a_j \beta_{ij}$$

	x	y	z	B_{eq}
P	0,3427 (1)	0,32669 (4)	0,40593 (9)	1,545 (9)
O(1)	0,2066 (3)	0,2586 (1)	0,4207 (3)	2,26 (4)
O(2)	0,2854 (3)	0,3445 (1)	0,1921 (3)	2,42 (4)
O(3)	0,2979 (3)	0,4046 (1)	0,4811 (3)	2,44 (4)
O(4)	0,5749 (3)	0,1925 (1)	-0,0023 (3)	2,39 (4)
O(W)	0,1514 (4)	0,3962 (2)	0,7545 (3)	4,16 (5)
N(1)	0,7564 (4)	0,0453 (1)	0,2035 (3)	2,25 (4)
N(2)	0,7764 (3)	0,1922 (1)	0,7564 (3)	1,98 (4)
C(1)	0,7196 (4)	0,4598 (2)	0,8760 (4)	2,38 (5)
C(2)	0,7654 (4)	0,3813 (2)	0,9788 (4)	2,29 (5)
C(3)	0,7417 (4)	0,1135 (2)	0,6615 (4)	2,37 (5)

Tableau 2. Distances interatomiques (\AA) et angles de liaisons ($^\circ$) dans $NH_3(CH_2)_3NH_3 \cdot HPO_4 \cdot H_2O$

Groupement monohydrogénomonophosphate				
P(1)	O(1)	O(2)	O(3)	O(4)
O(1)	<u>1,512 (2)</u>	2,510 (3)	2,510 (3)	2,519 (3)
O(2)	108,8 (1)	<u>1,575 (2)</u>	2,431 (3)	2,495 (2)
O(3)	112,5 (1)	104,1 (1)	<u>1,506 (2)</u>	2,478 (3)
O(4)	112,8 (1)	107,8 (1)	<u>110,3 (1)</u>	<u>1,513 (2)</u>

P—P 4,655 (1) O(2)—H(O2) 0,76 (4) P—O—H 115 (3)

Groupement diammonium-1,3 propane			
N(1)—C(1)	1,467 (5)	N(1)—C(1)—C(2)	111,2 (2)
N(2)—C(3)	1,477 (4)	C(1)—C(2)—C(3)	111,9 (3)
N(2)—C(3)	1,468 (4)	N(2)—C(3)—C(2)	111,4 (3)
C(1)—C(2)	1,498 (4)		
C(2)—C(3)	1,499 (5)		

Liaisons hydrogènes

	O(N)—H	H...O	O(N)...O	O(N)—H...O
N(1)—H(1N1)...O(3)	0,93 (3)	1,76 (3)	2,694 (3)	179 (3)
N(1)—H(2N1)...O(W)	0,91 (3)	1,88 (4)	2,788 (4)	172 (4)
N(1)—H(3N1)...O(4)	0,77 (3)	2,17 (4)	2,922 (3)	164 (4)
N(2)—H(1N2)...O(1)	0,82 (3)	2,05 (3)	2,859 (3)	171 (3)
N(2)—H(2N2)...O(4)	0,92 (4)	1,84 (4)	2,760 (4)	173 (3)
N(2)—H(3N2)...O(4)	0,82 (3)	1,90 (3)	2,725 (3)	177 (3)
O(W)—H(1W)...O(3)	0,82 (5)	1,89 (5)	2,708 (4)	177 (4)
O(W)—H(2W)...O(1)	0,71 (5)	2,14 (5)	2,840 (3)	167 (5)
O(2)—H(O2)...O(1)	0,76 (4)	1,87 (4)	2,602 (3)	161 (4)

H(1W)—O(W)—H(2W) 106 (5)

signés dans le Tableau 2. Les valeurs extrêmes des liaisons P—O 1,506 (2) et 1,575 (2) \AA sont voisines de celles observées dans $NH_3(CH_2)_2NH_3 \cdot HPO_4$ (Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel, 1987). La plus longue distance 1,575 (2) \AA est due à la localisation du proton sur l'oxygène O(2).

La maille élémentaire renferme quatre molécules d'eau: chaque molécule est pontée sur deux oxygènes de deux groupements $[HPO_4^{2-}]$, appartenant à une même chaîne, par deux liaisons hydrogène du type $O(W) \cdots H(1W) \cdots O(3)$ et $O(W) \cdots H(2W) \cdots O(1)$: ceci donne lieu à deux chaînes centrosymétriques, se développant parallèlement à la direction c et de période l'anion complexes $[H_2P_2O_8(H_2O)]^{4-}$.

Les groupements organiques $[\text{NH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NH}_3]^{2+}$, présents sous forme de zwitterion, se lient aux chaînes précédentes par des liaisons par pont hydrogène du type $\text{N}-\text{H}\cdots\text{O}$, lesquelles assurent la cohésion du réseau tridimensionnel.

Les distances et les angles décrivant les liaisons hydrogènes sont donnés dans le Tableau 2. L'ensemble des distances $\text{O}(\text{N})\cdots\text{O}$ varie entre 2,602 (3) et 2,922 (3) Å. La force de la liaison hydrogène peut être interprétée selon les critères portant sur les distances $\text{O}(\text{N})\cdots\text{O}$: $d_{\text{O}(\text{N})\cdots\text{O}} > 2,73$ Å faible; $d_{\text{O}(\text{N})\cdots\text{O}} < 2,73$ Å forte (Brown, 1976; Blessing, 1986). Ainsi parmi les neuf liaisons par pont hydrogène appartenant aux trois types $\text{N}-\text{H}\cdots\text{O}$, $\text{O}(\text{W})-\text{H}\cdots\text{O}$ et $\text{O}-\text{H}\cdots\text{O}$, quatre sont considérées fortes (cf. Tableau 2). Les groupements ammoniums ($-\text{NH}_3^+$) engagent chacun une liaison hydrogène forte $\text{N}(1)\cdots\text{O}(3)$ 2,964 (3) et $\text{N}(2)\cdots\text{O}(4)$ 2,725 (3) Å et deux liaisons faibles $\text{N}\cdots\text{O} > 2,73$ Å. L'une des liaisons par pont hydrogène engagée par la molécule d'eau $\text{O}(\text{W})\cdots\text{O}(1)$ 2,708 (4) Å constitue la troisième liaison hydrogène forte. La quatrième liaison forte concerne le troisième type de liaison $\text{P}-\text{O}(\text{H})\cdots\text{O}(\text{P})$ $[\text{O}(2)\cdots$

$\text{O}(1)$ 2,602 (3) Å], liant les groupements acides $[\text{HPO}_4^{2-}]$.

La structure cristalline contient le même nombre de donneurs et d'accepteurs engagés dans les liaisons par pont hydrogène: six (N)H, deux $\text{O}(\text{W})\text{H}$, un $\text{O}(\text{H})$ comme donneurs et huit O et un $\text{O}(\text{W})$ comme accepteurs. La molécule d'eau joue à la fois le rôle de donneur et d'accepteur.

Références

- AVERBUCH-POUCHOT, M. T. & DURIF, A. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1894–1896.
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1896–1898.
 BAGIEU-BEUCHER, M., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1989). *Acta Cryst.* Sous presse.
 BLESSING, R. H. (1986). *Acta Cryst.* **B42**, 613–621.
 BROWN, I. D. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 24–31.
 Enraf-Nonius (1980). *Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
 KAMOUN, S., JOUINI, A. & DAOUD, A. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 481–482.
 KAMOUN, S., JOUINI, A. & DAOUD, A. (1990). *C. R. Acad. Sci.* Sous presse.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 119–121

Structure of *N*-(*o*-Carboxyphenyl)iminodiacetic Acid

BY K. SWAMINATHAN AND U. C. SINHA*

Physics Department, Indian Institute of Technology, Powai, Bombay-400076, India

AND ALKA PHULAMBRIKAR AND C. CHATTERJEE

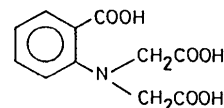
Chemistry Department, Indian Institute of Technology, Powai, Bombay-400076, India

(Received 9 October 1989; accepted 2 March 1990)

Abstract. $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{NO}_6$, $M_r = 253.0$, monoclinic, $C2/c$, $a = 28.146$ (8), $b = 6.063$ (5), $c = 13.820$ (4) Å, $\beta = 99.51$ (2)°, $V = 2325.61$ Å³, $Z = 8$, $D_x = 1.445$, D_m (floatation) = 1.442 g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 1.24$ cm⁻¹, $F(000) = 1056$, $T = 295$ K, $R = 0.0397$ with unit weights for 1609 unique reflections. The phenyl group, two glycinato arms and one H atom are attached to the N atom in a zwitterionic configuration. The N—H group and the hydroxyl groups of the glycinato arms are involved in hydrogen bonding.

Introduction. *N*-(*o*-Carboxyphenyl)iminodiacetic acid (cpida), below, is an amino polycarboxylic acid which forms many metal complexes. The structure

analysis of the title compound was undertaken in order to determine the geometry of the ligand and compare it with its metal complexes.



Experimental. The compound was synthesized by the literature method (Young & Sweet, 1958; Tomita, Kyuno & Tsuchia, 1969) and recrystallized, from hot water in which activated charcoal had been added, to obtain transparent crystals. A crystal of dimensions 0.40 × 0.28 × 0.38 mm was chosen for data collection on an Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer, using graphite-monochromated $\text{Mo } K\alpha$ radiation, ω -2 θ

* To whom correspondence should be addressed.