

(SHELX76; Sheldrick, 1976)]. Anisotropic thermal parameters for all non-H atoms, H-atom positions freely refined. At final convergence, $R = 0.0313$, $wR = 0.0405$, $S = 1.063$ for 190 parameters, $(\Delta/\sigma)_{\max}$ in final cycle 0.006, max. and min. residues in final ΔF synthesis 0.50, -0.78 e \AA^{-3} , respectively. The weighting scheme $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.000354F^2$ gave satisfactory agreement analyses. Scattering factors were inlaid (Sheldrick, 1976) except for Cu (Cromer & Mann, 1968). Atomic coordinates and equivalent isotropic thermal parameters are given in Table 1, while selected bond lengths and angles appear in Table 2.* The atom-numbering scheme for the molecule is shown in Fig. 1, which was generated using ORTEPII (Mallinson & Muir, 1985). Fig. 2 shows the molecular packing and was produced using PLUTO (Motherwell, 1976). Molecular geometry calculations were performed using CALC (Gould & Taylor, 1985).

Related literature. A large number of analogous species have been reported (Catterick & Thornton,

* Lists of torsion angles, structure factors and anisotropic thermal parameters have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 53697 (12 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

1977) with different axial ligands, including 2-phenoxybenzoic acid (Mak, Yip, Kennard & Smith, 1990), H₂O (Brown & Chidambaram, 1973) and methanol, acetic acid, dimethylformamide and 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane (Rao, Sathyanarayana & Munohar, 1983) which have Cu–Cu distances in the range 2.581–2.632 Å.

We thank the SERC for funding towards the purchase of a diffractometer.

References

- BROWN, G. M. & CHIDAMBARAM, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2393–2403.
 CATTERICK, J. & THORNTON, P. (1977). *Adv. Inorg. Radiochem.* **20**, 291–362.
 COSIER, J. & GLAZER, A. M. (1986). *J. Appl. Cryst.* **19**, 105–107.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 GOULD, R. O. & TAYLOR, P. (1985). *CALC*. Program for molecular geometry calculations. Univ. of Edinburgh, Scotland.
 MAK, T. C. W., YIP, W.-H., KENNARD, C. H. L. & SMITH, G. (1990). *Polyhedron*, **9**, 1667–1670.
 MALLINSON, P. R. & MUIR, K. W. (1985). *J. Appl. Cryst.* **18**, 51–53.
 MOTHERWELL, W. D. S. (1976). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
 RAO, V. M., SATHYANARAYANA, D. N. & MUNOHAR, H. (1983). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2167–2173.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 1079–1081

Structure du [4-Phénylacétylimino-1-(1,2,4-triazolio)] Acétate de Sodium Dihydrate

PAR L. DUPONT, S. ENGLEBERT ET O. DIDEBERG

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège au Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

ET B. PIROTTE ET J. DELARGE

Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, rue Fusch 3–5, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 11 octobre 1990, accepté le 26 octobre 1990)

Abstract. *N*-[1-Carboxyméthyl-4-(1,2,4-triazolio)]-phénylacétamide sodium salt dihydrate, C₁₂H₁₁N₄O₃·Na⁺·2H₂O, $M_r = 318.3$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 5.382$ (1), $b = 32.005$ (6), $c = 8.285$ (2) Å, $\beta = 100.78$ (2)°, $V = 1401.8$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.507 \text{ g cm}^{-3}$, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418 \text{ \AA}$, $\mu = 11.3 \text{ cm}^{-1}$, $F(000) = 664$, $T = 294$ (1) K, $R = 0.049$ for 1704 independent reflections. The triazolium ring is planar

[maximum deviation 0.005 (3) Å]. C(2) and N(4) are significantly out of the plane by 0.141 (3) and 0.137 (2) Å respectively. The coordination about the Na atom involves six O atoms with distances in the range 2.282–2.507 (2) Å. All the H atoms of the water molecules participate in O—O hydrogen bonding [the range of H···A distances is 1.86–1.98 (2) Å; the O—H···A angle range is 161–170 (2)°]. Presu-

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives ($\times 10^4$) et facteurs de température équivalents avec les écarts-type

$$B_{eq} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
C1	5379 (4)	550 (1)	9449 (3)	1.9 (1)
C2	2968 (5)	802 (1)	9452 (3)	2.6 (1)
C3	4153 (5)	1570 (1)	12453 (3)	2.6 (1)
C4	1342 (4)	1086 (1)	11865 (3)	2.1 (1)
C5	19 (4)	1306 (1)	15032 (3)	2.1 (1)
C6	-1503 (5)	1479 (1)	16244 (3)	3.0 (1)
C7	-285 (4)	1776 (1)	17570 (3)	2.2 (1)
C8	-1419 (5)	1813 (1)	18929 (3)	3.0 (1)
C9	-552 (6)	2094 (1)	20154 (3)	3.8 (1)
C10	1449 (6)	2351 (1)	20054 (4)	3.5 (1)
C11	2629 (5)	2319 (1)	18705 (4)	3.3 (1)
C12	1755 (5)	2035 (1)	17474 (3)	2.7 (1)
N1	3012 (4)	1064 (1)	10887 (2)	2.2 (1)
N2	4798 (4)	1369 (1)	11238 (3)	2.8 (1)
N3	2043 (4)	1404 (1)	12889 (2)	2.2 (1)
N4	764 (4)	1584 (1)	14047 (3)	2.8 (1)
O1	6806 (3)	479 (1)	10788 (2)	2.5 (1)
O2	5663 (3)	436 (1)	8055 (2)	3.0 (1)
O3	362 (3)	916 (1)	14993 (2)	2.9 (1)
O4	9602 (3)	18 (1)	17088 (2)	2.5 (1)
O5	5969 (3)	430 (1)	14092 (2)	2.5 (1)
Na1	2651 (2)	315 (1)	15517 (1)	2.1 (1)

Tableau 2. Distances (Å) et angles des liaisons (°) avec les écarts-type

Les distances signalées par un astérisque sont susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène.

C2—C1	1,528 (3)	C12—C11	1,381 (4)
O1—C1	1,246 (3)	N2—N1	1,361 (3)
O2—C1	1,248 (3)	N4—N3	1,405 (3)
N1—C2	1,453 (3)	O4—O1 ⁱ	2,845 (3)*
N2—C3	1,296 (3)	O4—O2 ⁱⁱ	2,750 (3)*
N3—C3	1,363 (3)	O5—O1	2,860 (3)*
N1—C4	1,320 (3)	O5—O3 ⁱⁱⁱ	2,812 (3)*
N3—C4	1,333 (3)	O1—C4 ⁱⁱⁱ	3,117 (3)*
C6—C5	1,514 (3)	Na1—O3	2,282 (2)
N4—C5	1,319 (3)	Na1—O5	2,347 (2)
O3—C5	1,264 (3)	Na1—O2 ^{iv}	2,434 (2)
C7—C6	1,506 (4)	Na1—O4 ^v	2,468 (2)
C8—C7	1,383 (3)	Na1—O5 ^v	2,501 (2)
C12—C7	1,390 (4)	Na1—O4 ^v	2,507 (2)
C9—C8	1,372 (4)	Na1—Na1 ^v	3,465 (1)
C19—C9	1,369 (4)	Na1—Na1 ^{vi}	3,469 (1)
C11—C10	1,388 (4)		
O1—C1—C2	118,5 (2)	C9—C8—C7	121,2 (3)
O2—C1—C2	114,0 (2)	C10—C9—C8	120,8 (3)
O2—C1—O1	127,5 (2)	C11—C10—C9	119,2 (2)
N1—C2—C1	115,0 (2)	C12—C11—C10	119,9 (3)
N3—C3—N2	111,7 (2)	C11—C12—C7	121,0 (2)
N3—C4—N1	106,7 (2)	C4—N1—C2	128,6 (2)
N4—C5—C6	115,4 (2)	N2—N1—C2	119,5 (2)
O3—C5—C6	118,5 (2)	N2—N1—C4	111,5 (2)
O3—C5—N4	126,0 (2)	N1—N2—C3	104,0 (2)
C7—C6—C5	119,9 (2)	C4—N3—C3	106,3 (2)
C8—C7—C6	116,7 (2)	N4—N3—C3	124,0 (2)
C12—C7—C6	125,1 (2)	N4—N3—C4	129,2 (2)
C12—C7—C8	117,9 (2)	N3—N4—C5	112,9 (2)

Code de symétrie: (i) $2-x, -y, 3-z$; (ii) $x, y, 1+z$; (iii) $1+x, y, z$; (iv) $-1+x, y, z$; (v) $1-x, -y, 2-z$; (vi) $-x, -y, 3-z$.

mably, there is also a C—H...O hydrogen bond: C...O 3.117 (3), C—H 1.08, O...H 2.06 (2) Å, C—H...O 165 (2)°.

Partie expérimentale. Cristal du composé (1) incolore: 0,1 × 0,2 × 0,5 mm, obtenu par cristallisation dans l'eau. Diffractomètre Siemens. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 38 réflexions telles que $25,19 \leq \theta \leq 32,34^\circ$. Balayage $\omega/2\theta$, $5,52 \leq 2\theta \leq 109,99^\circ$, $-5 \leq h \leq 5$, $0 \leq k \leq 34$, $0 \leq l \leq 8$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $1001 \leq F_o(094) \leq 1054$ et $690 \leq F_o(\bar{3}52) \leq 721$. 1755 réflexions indépendantes mesurées. Corrections de Lorentz, de polarisation, de décroissance et d'absorption [par méthode semi-empirique de North, Phillips & Mathews (1968)]. Facteurs de transmission minimum et maximum: 0,59 et 0,82. Structure déterminée par méthode directe avec *SHELXS86* (Sheldrick, 1986). Affinement des paramètres de position et des facteurs de température anisotrope de tous les atomes excepté les H, basé sur *F* (matrice entière) avec *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de *SHELX76*. H placés suivant une géométrie standard, excepté les H des molécules d'eau fixés par Fourier-différence. Facteur de température *B* global affiné pour les H = 4,9 (2) Å², sauf les *B* des H des mo-

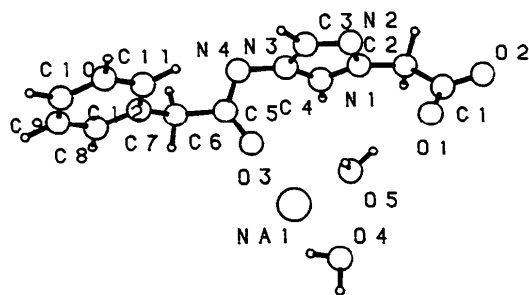


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

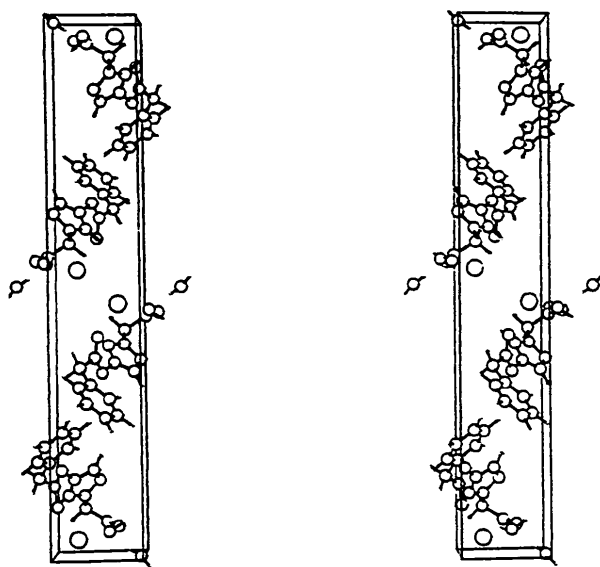


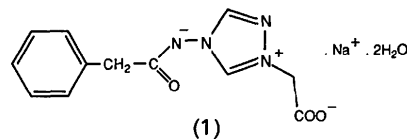
Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure suivant 0z.

lécules d'eau fixés égaux aux B_{eq} des O auxquels ils sont liés ($2,6 \text{ \AA}^2$). Facteur R final = 0,049 pour 1704 réflexions non nulles. $wR = 0,068$ où $w = 1/(\sigma_F^2 + 0,0933F^2)$. Δ/σ des paramètres finals $< 0,3$. Limites des valeurs $\Delta\rho$ dans la carte de Fourier-différence finale: $-0,39$ et $0,22 \text{ e \AA}^{-3}$. Les paramètres atomiques finals sont donnés dans le Tableau 1.* La liste des distances et des angles des liaisons se trouve dans le Tableau 2. La Fig. 1 montre une vue en perspective du composé avec la numérotation atomique. La Fig. 2 représente la structure cristalline.

Littérature associée. Le sel sodique du 1-carboxyméthyl-4-phénylacétylimino-1,2,4-triazolium (1) est une molécule originale de synthèse proposée comme un inactivateur potentiel d'enzyme à sérine. Il correspond à la forme déprotonée de la bêtaïne du 1-carboxyméthyl-4-phénylacétylamino-1,2,4-triazolium porteur d'une fonction amide à caractère

* Les listes des facteurs de structures observés et calculés, des positions des atomes H, des paramètres d'agitation thermique anisotrope, des équations des plans moyens et des distances des atomes à ces plans ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53703: 8 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.

acide exceptionnellement prononcé. La résolution de la structure de cette bêtaïne a fait l'objet d'une récente publication (Dupont, Dideberg, Pirotte & Delarge, 1989).



Nous remercions M. M. Vermeire pour l'assistance technique. Une partie du travail (synthèse) a été réalisé alors que l'un de nous (BP) bénéficiait d'un mandat d'aspirant du Fonds National de la Recherche Scientifique Belge.

Références

- DUPONT, L., DIDEBERG, O., PIROTTE, B. & DELARGE, J. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1928–1930.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Programme pour la résolution des structures cristallines. Univ. de Göttingen, Allemagne.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 1081–1082

Bis(methylammonium) Dibromodichlorocuprate(II)

BY R. D. WILLETT

Department of Chemistry, Washington State University, Pullman, Washington 99164–4630, USA

(Received 25 June 1990; accepted 1 November 1990)

Abstract. $2\text{CH}_6\text{N}^+ \cdot \text{CuBr}_2\text{Cl}_2^{2-}$, $M_r = 358,4$, orthorhombic, *Acam*, $a = 7,358$ (1), $b = 7,354$ (1), $c = 19,209$ (4) Å, $V = 1039,4$ (4) Å³, $Z = 4$, $T = 295$ K, $D_x = 2,29$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0,71069$ Å, $\mu = 102,9$ cm⁻¹, $F(000) = 684$, final $R = 0,051$ for 556 unique observed [$F \geq 3\sigma(F)$] reflections. The structure is an antiferro-distortive version of the layer perovskites with two-dimensional networks of corner-sharing octahedra sheathed by the methylammonium ions. The occupancies of the sites for Cl and Br atoms show some statistical disorder, but the dominant occupancies correspond to bridging locations for the Cl atoms and non-bridging locations for the Br atoms. In this space group, the Cl atoms within a layer are constrained to lie in the plane of the Cu atoms, while the Cu—Br bonds are normal to

that plane. Thus, the normal puckering associated with the layers in the $(\text{RNH}_3)_2\text{MX}_4$ systems is apparently absent. However, examination of the thermal ellipsoids of the Cl and Br atoms would indicate the existence of disorder, either static or dynamic, consistent with that puckering.

Experimental. Crystals were grown by slow evaporation of a stoichiometric mixture of $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{Cl}$ and CuBr_2 in absolute ethanol. A small, square platelet crystal with dimensions of $0,30 \times 0,30 \times 0,05$ mm was selected for data collection on a Syntex $P2_1$ diffractometer, with graphite monochromator, upgraded to Nicolet $P3F$ specifications. Lattice constants from 25 reflections in the range $26 < 2\theta < 30^\circ$. Data were collected with ω scans ($1,0^\circ$); two check