

Since the crystallizability of compound (1c) was poor the *R* value obtained was slightly high.

For all compounds, program(s) used to solve structures: *MITHRIL* (Gilmore, 1984); program(s) used to refine structures: *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962); molecular graphics: *ORTEP* (Johnson, 1965).

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates, complete geometry, including H-atom geometry, and torsion angles have been deposited with the IUCr (Reference: AS1136). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

## References

- Busing, W. R., Martin, K. O. & Levy, H. A. (1962). *ORFLS. Fortran Crystallographic Function and Error Program*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Corson, B. B., Dodge, R. A., Harris, S. A. & Hazen, R. K. (1967). *Org. Synth. Coll.* **1**, 241–245.
- Corson, B. B., Dodge, R. A., Harris, S. A. & Yeaw, J. S. (1967). *Org. Synth. Coll.* **1**, 336–340.
- Fischer, G., Oehme, G. & Schellenberger, A. (1971). *Tetrahedron*, **27**, 5683–5696.
- Gilmore, C. J. (1984). *MITHRIL. Computer Program for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Data*. Department of Chemistry, Univ. of Glasgow, Scotland.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Sekine, A., Hori, K., Ohashi, Y., Yagi, M. & Toda, F. (1989). *J. Am. Chem. Soc.* **111**, 697–699.
- Toda, F., Yagi, M. & Soda, S. (1987). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 1413–1414.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 933–935

## *p*-Anisidinium Dihydrogénophosphate

FATMA BEN AMOR, EL HASSANE SOUMHI, MOHAMED OULD ABDELLAHI ET TAHAR JOUINI

Département de Chimie, Faculté des Sciences,  
1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisia

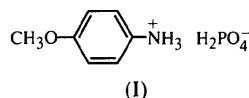
(Reçu le 26 septembre 1994, accepté le 7 décembre 1994)

### Abstract

The structure of *p*-anisidinium dihydrogenphosphate,  $C_7H_{10}NO^+ \cdot H_2PO_4^-$ , is composed of inorganic layers of  $(H_2PO_4)^-$  anions parallel to the (001) plane alternating with organic layers comprising  $(CH_3O-C_6H_4-NH_3)^+$  cations. The  $(H_2PO_4)^-$  groups are linked together by strong  $O-H \cdots O-P$  bonds and are connected to the organic cations by weak  $N-H \cdots O-P$  bonds. All these hydrogen bonds ensure the cohesion and stability of the structure.

### Commentaire

La structure, (I), présente une alternance de couches inorganiques  $(H_2PO_4)^-$  et organiques  $(CH_3OC_6H_4NH_3)^+$ , parallèles aux plans (001) (Fig. 1). Dans le premier type de couche les anions  $(H_2PO_4)^-$  sont reliés entre



eux par des liaisons hydrogène de type  $O-H \cdots O-P$ ;  $HO3 \cdots O1(1-x, -y, 1-z)$  1,81 (3) et  $HO4 \cdots O2(\frac{1}{2}+x, \frac{1}{2}-y, z)$  1,89 (3) Å. Les valeurs extrêmes des distances  $P-O$ ,  $P-O2$  1,499 (1) et  $P-O4$  1,561 (2) Å, sont en accord avec celles rencontrées pour des composés voisins (Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel, 1988; Averbuch-Pouchot, 1993; Ohama, Machida, Nakamura & Kunifuji, 1987). Les cations organiques sont orientés perpendiculairement aux couches inorganiques et leur sont liés par des liaisons hydrogène de type  $N-H \cdots O-P$  exercées par les trois protons du groupement  $-NH_3$ :  $H1N \cdots O2(\frac{1}{2}-x, y-\frac{1}{2}, 1-z)$  1,79 (3),  $H2N \cdots O1$  2,02 (3) et  $H3N \cdots O1(x-\frac{1}{2}, \frac{1}{2}-y, z)$  1,94 (3) Å.

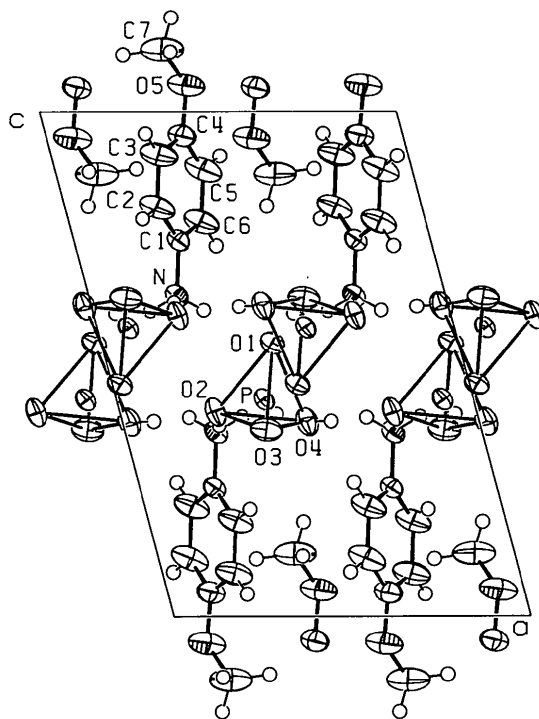


Fig. 1. Projection selon la direction [010] de la structure du *p*-anisidinium dihydrogénophosphate. Les ellipsoïdes thermiques correspondent à 50% de probabilité. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des cercles de diamètres arbitraires.

L'oxygène du groupement méthoxy n'établit aucune liaison hydrogène, ceci est probablement dû à l'encombrement stérique du méthoxy ainsi qu'à son effet donneur qui provoque une délocalisation du nuage électronique de cet oxygène vers le cycle benzénique. Selon le critère portant sur les distances O(N)···O, (Brown, 1976; Blessing, 1986), les liaisons hydrogène O—H···O—P sont relativement fortes par rapport aux liaisons N—H···O—P. L'ensemble de ces liaisons hydrogène assure la stabilité et la cohésion de l'édifice cristallin.

## Partie expérimentale

Le *p*-anisidinium dihydrogénophosphate est préparé par addition d'une solution d'acide phosphorique à une solution aqueuse de *p*-anisidine dans un rapport stoechiométrique. La solution est filtrée et abandonnée à la température ambiante. Les cristaux obtenus sont des prismes transparents.

### Données cristallines

C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NO<sup>+</sup>.H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>

*M<sub>r</sub>* = 221,15

Monoclinique

*P*2<sub>1</sub>/*a*

*a* = 9,3781 (5) Å

*b* = 8,2216 (6) Å

*c* = 13,5971 (6) Å

β = 104,903 (4)°

*V* = 1013,11 (10) Å<sup>3</sup>

*Z* = 4

*D<sub>x</sub>* = 1,450 Mg m<sup>-3</sup>

Mo *K*α radiation

λ = 0,71069 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 14–16°

μ = 0,269 mm<sup>-1</sup>

*T* = 293 (2) K

Prisme

0,4 × 0,4 × 0,3 mm

Incolore

### Collection des données

Diffractomètre Enraf–Nonius

CAD-4

Balayage ω/2θ

Pas de correction

d'absorption

1852 réflexions mesurées

1774 réflexions

indépendantes

1603 réflexions observées

[*I* > 2σ(*I*)]

*R*<sub>int</sub> = 0,0110

θ<sub>max</sub> = 24,97°

*h* = -11 → 10

*k* = 0 → 9

*l* = 0 → 16

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: 1,6%

### Affinement

Affinement basé sur les *F*<sup>2</sup>

*R*[*F*<sup>2</sup> > 2σ(*F*<sup>2</sup>)] = 0,0394

*wR*(*F*<sup>2</sup>) = 0,1033

*S* = 1,164

1774 réflexions

176 paramètres

Tous les paramètres des

atomes d'hydrogène

affinés

*w* = 1/[σ<sup>2</sup>(*F*<sub>o</sub><sup>2</sup>) + (0,0591*P*)<sup>2</sup> + 0,3749*P*]

where *P* = (*F*<sub>o</sub><sup>2</sup> + 2*F*<sub>c</sub><sup>2</sup>)/3

(Δ/σ)<sub>max</sub> < 0,001

Δρ<sub>max</sub> = 0,351 e Å<sup>-3</sup>

Δρ<sub>min</sub> = -0,360 e Å<sup>-3</sup>

Correction d'extinction:

*SHELXL93* (Sheldrick, 1994)

Coefficient d'extinction:

0,053 (5)

Facteurs de diffusion des

*International Tables for*

*Crystallography* (1992,

Tome C, Tableaux 4.2.6.8

et 6.1.1.4)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)

$$U_{eq} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> <sub>eq</sub>
P	0,41440 (5)	0,22869 (6)	0,42869 (4)	0,0292 (2)
O1	0,4796 (2)	0,1971 (2)	0,5408 (1)	0,0349 (4)
O2	0,2678 (1)	0,3132 (2)	0,4043 (1)	0,0413 (4)
O3	0,3975 (2)	0,0647 (2)	0,3692 (1)	0,0494 (5)
O4	0,5194 (2)	0,3386 (2)	0,3851 (1)	0,0431 (4)
O5	0,4281 (2)	0,2623 (3)	1,0530 (1)	0,0686 (6)
N	0,2457 (2)	0,1396 (2)	0,6355 (1)	0,0344 (4)
C1	0,2913 (2)	0,1703 (3)	0,7452 (1)	0,0332 (5)
C2	0,2561 (3)	0,0614 (3)	0,8105 (2)	0,0540 (7)
C3	0,2998 (4)	0,0878 (3)	0,9148 (2)	0,0585 (7)
C4	0,3787 (3)	0,2243 (3)	0,9520 (2)	0,0472 (6)
C5	0,4129 (3)	0,3345 (4)	0,8848 (2)	0,0636 (8)
C6	0,3692 (3)	0,3076 (3)	0,7815 (2)	0,0550 (7)
C7	0,3873 (6)	0,1583 (5)	1,1245 (2)	0,0817 (11)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

P—O2	1,499 (1)	C1—C2	1,361 (3)
P—O1	1,512 (1)	C1—C6	1,366 (3)
P—O3	1,559 (2)	C2—C3	1,387 (3)
P—O4	1,561 (2)	C3—C4	1,367 (4)
O5—C4	1,368 (3)	C4—C5	1,381 (4)
O5—C7	1,419 (4)	C5—C6	1,376 (3)
N—C1	1,463 (2)		
O2—P—O1	114,37 (9)	C6—C1—N	120,0 (2)
O2—P—O3	108,7 (1)	C1—C2—C3	120,4 (2)
O1—P—O3	109,59 (8)	C4—C3—C2	119,7 (2)
O2—P—O4	106,26 (8)	C3—C4—O5	124,8 (2)
O1—P—O4	110,55 (8)	C3—C4—C5	119,3 (2)
O3—P—O4	107,0 (1)	O5—C4—C5	115,9 (2)
C4—O5—C7	117,9 (3)	C6—C5—C4	120,7 (2)
C2—C1—C6	120,3 (2)	C1—C6—C5	119,6 (2)
C2—C1—N	119,7 (2)		

Tableau 3. Distances et liaisons hydrogène (Å, °)

<i>D</i> —H··· <i>A</i>	<i>D</i> —H	H··· <i>A</i>	<i>D</i> ··· <i>A</i>	<i>D</i> —H··· <i>A</i>
O3—HO3···O1	0,79 (3)	1,81 (3)	2,595 (2)	174 (3)
O4—HO4···O2'	0,71 (3)	1,89 (3)	2,596 (2)	173 (4)
N—H1N···O2 <sup>ii</sup>	0,95 (3)	1,79 (3)	2,735 (2)	172 (2)
N—H2N···O1	0,86 (3)	2,02 (3)	2,854 (2)	165 (2)
N—H3N···O1 <sup>iii</sup>	0,90 (3)	1,94 (3)	2,834 (2)	178 (2)

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

La largeur de balayage est (0,65 + 0,35 tanθ)°. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz–polarisation. La structure a été résolue par les méthodes directes (*SHELXS86*; Sheldrick, 1990) puis affinée par la méthode des moindres carrés (*SHELXL93*; Sheldrick, 1994).

Collection des données: *Enraf–Nonius CAD-4 Software* (Enraf–Nonius, 1989). Affinement des paramètres de la maille: *Enraf–Nonius CAD-4 Software*. Réduction des données: *MolEN* (Fair, 1990). Programme(s) pour la solution de la structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1990). Programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1994).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: DU1105). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

## Références

- Averbuch-Pouchot, M. T. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 813–815.  
 Averbuch-Pouchot, M. T., Durif, A. & Guitel, J. C. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 99–102.  
 Blessing, R. H. (1986). *Acta Cryst.* **B42**, 613–621.  
 Brown, I. D. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 24–31.  
 Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.  
 Fair, C. K. *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.  
 Ohama, N., Machida, M., Nakamura, T. & Kunifuji, Y. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 962–964.  
 Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.  
 Sheldrick, G. M. (1994). *Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. de Göttingen, Allemagne.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 935–937

### (*R,S*)-1-Phenylethylammonium (*R,S*)-Mandelate

HEIDI LOPEZ DE DIEGO

Centre for Crystallographic Studies, University  
of Copenhagen, Universitetsparken 5, DK-2100  
Copenhagen, Denmark

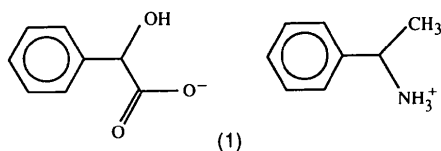
(Received 19 October 1994; accepted 10 November 1994)

## Abstract

The title compound,  $C_8H_{12}N^+ \cdot C_8H_7O_3^-$ , contains equal amounts of (*R*)- and (*S*)-1-phenylethylammonium ions and of (*R*)- and (*S*)-mandelate ions ( $\alpha$ -hydroxybenzeneacetate). Hydrogen bonds connect cations with anions of the same chirality, including ions related by the symmetry of the  $2_1$  axis. This hydrogen-bond pattern and the conformation of the ions are identical to those found in (*S*)-1-phenylethylammonium (*S*)-mandelate.

## Comment

The crystal structures of five different compounds made from mixtures of 1-phenylethylamine and mandelic acid have been reported previously (Brianso, Leclercq & Jacques, 1979; Larsen & Lopez de Diego, 1993*a,b*; Lopez de Diego, 1994*a,b*, 1995). These compounds differ in the chirality of the ions and in the base-to-acid ratio. The title compound (1) is thus the sixth salt in the series, and it contains both enantiomers of the 1-phenylethylammonium ion and both enantiomers of the mandelate ion.



The cation and the anion in the chosen asymmetric unit have (*R*)-configuration. The atom-labelling scheme and the conformation of the ions is shown in Fig. 1. The mandelate ion contains two planar groups, the phenyl ring and the carboxylate group; consequently, the conformation of the ion is described by two torsion angles, O1—C1—C2—O3 and O3—C2—C3—C4, and the conformation of the 1-phenylethylammonium ion is determined by the torsion angle N—C10—C11—C12. These torsion angles differ by less than  $1.4^\circ$  from the equivalent angles in (*S*)-1-phenylethylammonium (*S*)-mandelate if these are inverted to correspond to the (*R,R*)-configuration (Larsen & Lopez de Diego, 1993*a*), thus, the conformation of the ions is the same in these two salts.

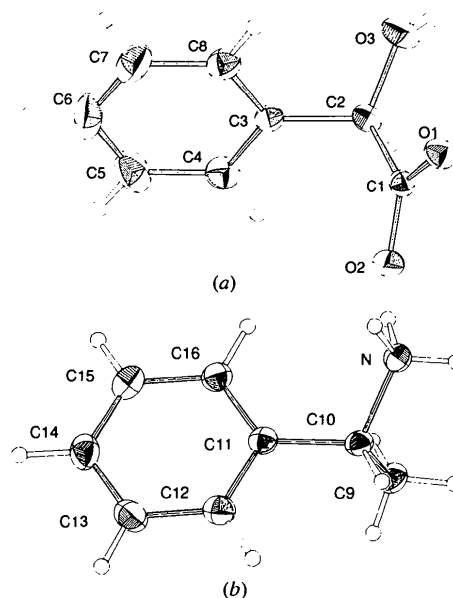


Fig. 1. ORTEPII (Johnson, 1976) drawings of (a) the (*R*)-mandelate and (b) the (*R*)-1-phenylethylammonium ions, illustrating the atomic numbering scheme. The displacement ellipsoids enclose 50% probability and the H atoms are drawn as spheres with a fixed radius.

This structure contains both enantiomers of the cation and anion, so it could be expected that hydrogen bonds could be found between homochiral, as well as between heterochiral, ions. Therefore, it is remarkable that hydrogen bonds are formed only between ions of identical chirality. Hydrogen bonds from the ammonium group of the cation to the carboxylate group of two mandelate ions, related by translation symmetry, form chains parallel to the *c* axis. The ions in neighbouring chains are related by the symmetry of the  $2_1$  axis. The third H atom of the ammonium group, HN3, is a donor in a hydrogen bond to a carboxylate group in a neighbouring chain at one side, and the hydroxy group is involved in a hydrogen bond to a carboxylate