

Table 1. Selected geometric parameters (\AA , $^\circ$)

Co(1)—O(1)	2.095 (2)	C(2)—C(3)	1.405 (4)
Co(1)—O(2)	2.073 (2)	C(3)—C(4)	1.369 (5)
Co(1)—O(3)	2.124 (3)	C(4)—C(10)	1.410 (4)
O(1)—N(1)	1.327 (3)	C(5)—C(6)	1.352 (5)
O(2)—N(2)	1.300 (3)	C(5)—C(10)	1.419 (4)
N(1)—N(2)	1.285 (3)	C(6)—C(7)	1.398 (5)
N(1)—C(1)	1.440 (3)	C(7)—C(8)	1.368 (4)
C(1)—C(2)	1.358 (4)	C(8)—C(9)	1.417 (4)
C(1)—C(9)	1.427 (4)	C(9)—C(9)	1.422 (4)
O(1)—Co(1)—O(1')	94.6 (1)	N(1)—C(1)—C(9)	119.8 (2)
O(1)—Co(1)—O(2)	74.80 (7)	C(2)—C(1)—C(9)	122.3 (3)
O(1)—Co(1)—O(2')	96.80 (8)	C(1)—C(2)—C(3)	120.3 (3)
O(1)—Co(1)—O(3)	152.83 (8)	C(2)—C(3)—C(4)	119.7 (3)
O(1)—Co(1)—O(3')	95.5 (1)	C(3)—C(4)—C(10)	121.1 (3)
O(2)—Co(1)—O(2')	167.8 (1)	C(6)—C(5)—C(10)	121.2 (3)
O(2)—Co(1)—O(3)	79.00 (8)	C(5)—C(6)—C(7)	120.3 (3)
O(2)—Co(1)—O(3')	110.18 (9)	C(6)—C(7)—C(8)	121.0 (3)
O(3)—Co(1)—O(3')	86.8 (1)	C(7)—C(8)—C(9)	120.0 (3)
Co(1)—O(1)—N(1)	110.8 (1)	C(1)—C(9)—C(8)	124.3 (2)
Co(1)—O(2)—N(2)	117.7 (2)	C(1)—C(9)—C(10)	116.7 (2)
O(1)—N(1)—N(2)	123.3 (2)	C(8)—C(9)—C(10)	119.0 (2)
O(1)—N(1)—C(1)	119.7 (2)	C(4)—C(10)—C(5)	121.5 (3)
N(2)—N(1)—C(1)	116.9 (2)	C(4)—C(10)—C(9)	120.0 (3)
O(2)—N(2)—N(1)	113.5 (2)	C(5)—C(10)—C(9)	118.5 (3)
N(1)—C(1)—C(2)	117.9 (2)		

Symmetry code: (i) $-x, y, \frac{1}{2} - z$.

All H-atom positions were located in a difference Fourier map.

Data collection: *MSCIAFC Diffractometer Control Software* (Molecular Structure Corporation, 1988). Cell refinement: *MSCIAFC Diffractometer Control Software*. Data reduction: *TEXSAN* (Molecular Structure Corporation, 1985). Program(s) used to solve structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985) and *DIRDIF* (Beurskens, 1984). Program(s) used to refine structure: *TEXSAN*. Molecular graphics: *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Supplementary data for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: TA1101). Services for accessing these data are described at the back of the journal.

References

- Beurskens, P. T. (1984). *DIRDIF. Direct Methods for Difference Structures – an Automatic Procedure for Phase Extension and Refinement of Difference Structure Factors*. Technical Report 1984/1. Crystallography Laboratory, Toemooiveld, 6525 ED Nijmegen, The Netherlands.
- Ishii, H., Tatsuta, M., Baba, M., Uehara, H. & Nakaizumi, A. (1994). *Cancer Res.* **54**, 3167–3170.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Kundu, P. C. & Bera, A. K. (1978). *Indian J. Chem.* **16A**, 865–867.
- Kundu, P. C. & Bera, A. K. (1982). *Indian J. Chem.* **21A**, 1132–1134.
- Molecular Structure Corporation (1985). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Molecular Structure Corporation (1988). *MSCIAFC Diffractometer Control Software*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Nishimura, S., Kasai, H., Fujiki, H., Suganuma, M., Shimotohno, K. & Taya, Y. (1985). In *Hatsugan*. Kyoto, Japan: Kagakudojin. (In Japanese.)
- Okabe, N. & Tamaki, K. (1995a). *Acta Cryst.* **C51**, 1295–1297.
- Okabe, N. & Tamaki, K. (1995b). *Acta Cryst.* **C51**, 2004–2005.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELX86. Program for the Solution of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.

- Yoshimura, T., Miyake, C. & Imoto, S. (1972a). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **45**, 1424–1430.
- Yoshimura, T., Miyake, C. & Imoto, S. (1972b). *Technol. Rep. Osaka Univ.* **22**, 791–802.

Acta Cryst. (1998). **C54**, 197–199

Complexe de Cuivre(II) Di(nitriloacétatodiacétique) Dihydrate, $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_8\text{NO}_6)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

FATMA BEN AMOR, NÉJI BOURGUIBA, AHMED DRISS ET TAHAR JOUINI

Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisie.
E-mail: tahar.jouini@fst.rnu.tn

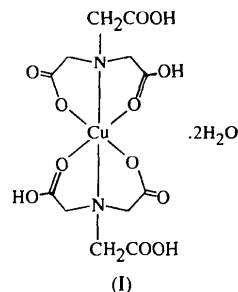
(Reçu le 27 mai 1997, accepté le 22 août 1997)

Abstract

The structure comprises $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_8\text{NO}_6)_2]$ complex units and H_2O molecules. Two molecules of the ligand chelate the metal in an octahedral fashion through four O and two N atoms: the four O atoms form the equatorial plane and the two N atoms occupy the apical positions. The complex molecules and the H_2O molecules are connected by $\text{O} \cdots \text{H} \cdots \text{O}$ hydrogen bonds.

Commentaire

Plusieurs études structurales et vibrationnelles portant sur des composés dérivant de l'acide nitrilotriacétique $\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3$ ont été reportées en bibliographie. On relève notamment dans une étude antérieure (Whitlow, 1973) les complexes de cuivre: $[\text{LiCuN}(\text{CH}_2\text{COO})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ et $[\text{NaCuN}(\text{CH}_2\text{COO})_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Cette étude a déjà fait allusion à l'existence du complexe $[\text{Cu}\{\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COO})_3\}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en se limitant à une détermination photographique des paramètres de la maille et du groupe d'espace. Ce travail est consacré à l'étude structurale par diffraction rayons-X sur un monocristal de $[\text{Cu}\{\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COO})_3\}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, (I).



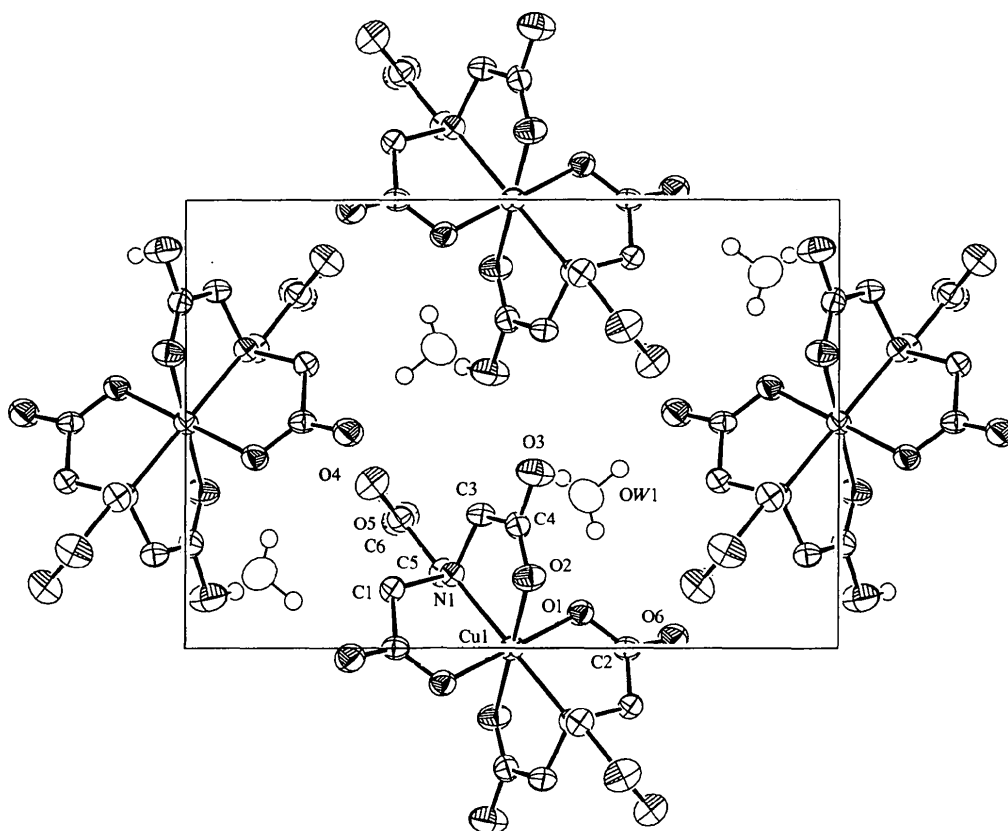


Fig. 1. Projection ORTEP (Johnson, 1976) selon la direction [100] du contenu de la maille de [Cu(C₆H₈NO₆)₂].2H₂O. Les ellipsoïdes d'agitation déplacements ont 50% de probabilité d'existence.

La structure est formée de molécules complexes [Cu{H₂N(CH₂COO)₃}₂] et de molécules H₂O libres (Fig. 1). L'ion Cu^{II} est coordonné à deux molécules de ligand (C₆H₈NO₆)⁻. Chacune d'elle chelate l'ion Cu^{II} au moyen de deux atomes d'oxygène O1 et O2 des groupements respectifs COO⁻ et COOH et à travers l'azote N1. Cu^{II} est ainsi au centre d'un octaèdre: les quatre atomes d'oxygène O1, O1', O2 et O2' forment le plan équatorial, les positions axiales sont occupées par deux atomes d'azote: N1 et N1' [code de symétrie (i): -x, 1-y, -z]. Les distances moyennes Cu1—O (2,141 Å) et Cu1—N1 (2,059 Å) sont en accord avec celles rencontrées dans des complexes de cuivre (Lumme, Knuutila & Lindell, 1996). Les molécules du complexe sont liées entre elles et aux molécules de H₂O par des liaisons hydrogène de type O—H...O. Chaque H₂O participe avec ses deux hydrogènes et son oxygène alors que chaque ligand engage les hydrogènes des groupements acides COOH et les oxygènes des groupements COO⁻.

Partie expérimentale

Le complexe [Cu(C₆H₈NO₆)₂].2H₂O a été préparé en ajoutant une solution aqueuse de C₆H₈NO₆ à une solution de

CuSO₄.5H₂O en milieu méthanol selon le rapport molaire 2/1. Après agitation, le mélange réactionnel est mis dans un four à 373 K. Après quelques jours, des cristaux en forme de plaquettes et de couleur bleu clair apparaissent. Ils ont une taille suffisante pour une étude structurale.

Données cristallines

[Cu(C₆H₈NO₆)₂].2H₂O

M_r = 479,84

Monoclinique

*P*2₁/*c*

a = 6,879 (2) Å

b = 14,004 (3) Å

c = 9,504 (1) Å

β = 91,37 (2)°

V = 915 (2) Å³

Z = 2

D_x = 1,742 Mg m⁻³

Mo Kα radiation

λ = 0,71069 Å

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

θ = 11–15°

μ = 1,273 mm⁻¹

T = 293 (2) K

Plaquette

0,25 × 0,25 × 0,09 mm

Bleu clair

Collection des données

Diffractomètre CAD-4

Balayage *ω*/2*θ*

Correction d'absorption:

empirique par balayage

ψ (North, Phillips &

Mathews, 1968)

T_{min} = 0,72, *T_{max}* = 0,92

1445 réflexions avec

I > 2*σ*(*I*)

R_{int} = 0,022

θ_{max} = 26,98°

h = -8 → 1

k = -17 → 0

l = -12 → 12

2155 réflexions mesurées	1 réflexion de référence
1988 réflexions indépendantes	fréquence: 120 min
	variation d'intensité: 1,7%
Affinement	
Affinement à partir des F^2	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0263P)^2 + 1,0719P]$
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,042$	où $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
$wR(F^2) = 0,090$	$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,001$
$S = 1,093$	$\Delta\rho_{\max} = 0,334 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
1988 réflexions	$\Delta\rho_{\min} = -0,300 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
173 paramètres	Pas de correction
Tous les paramètres des atomes d'hydrogène affinés	d'extinction
	Facteurs de diffusion des <i>International Tables for Crystallography</i> (Tome C)

Tableau 1. Paramètres géométriques (\AA , $^\circ$)

Cu1—O1 ¹	1,954 (3)	N1—C3	1,474 (4)
Cu1—O1	1,954 (3)	N1—C5	1,486 (4)
Cu1—N1 ¹	2,059 (3)	N1—C1	1,489 (4)
Cu1—N1	2,059 (3)	C1—C2 ¹	1,513 (4)
Cu1—O2	2,328 (2)	C1—H1C1	0,97 (4)
Cu1—O2 ¹	2,328 (2)	C1—H2C1	0,93 (4)
O1—C2	1,258 (4)	C3—C4	1,512 (4)
O2—C4	1,206 (4)	C3—H1C3	0,90 (4)
O3—C4	1,301 (4)	C3—H2C3	0,95 (3)
O3—HO3	1,03 (4)	C5—C6	1,523 (4)
O4—C6	1,187 (4)	C5—H1C5	1,00 (3)
O5—C6	1,324 (4)	C5—H2C5	0,88 (3)
O5—HO5	0,77 (5)	OW1—H1W1	0,95 (7)
O6—C2	1,243 (4)	OW1—H2W1	0,79 (7)
O1 ¹ —Cu1—O1	180,0	C3—N1—C1	112,2 (3)
O1 ¹ —Cu1—N1 ¹	93,9 (1)	C5—N1—C1	110,5 (3)
O1—Cu1—N1 ¹	86,1 (1)	C3—N1—Cu1	107,4 (2)
O1 ¹ —Cu1—N1	86,1 (1)	C5—N1—Cu1	108,4 (2)
O1—Cu1—N1	93,9 (1)	C1—N1—Cu1	105,9 (2)
N1 ¹ —Cu1—N1	180,0	N1—C1—C2 ¹	113,5 (3)
O1 ¹ —Cu1—O2	87,2 (1)	O6—C2—O1	124,6 (3)
O1—Cu1—O2	92,7 (1)	O6—C2—C1 ¹	116,3 (3)
N1 ¹ —Cu1—O2	102,23 (9)	O1—C2—C1 ¹	119,1 (3)
N1—Cu1—O2	77,77 (9)	N1—C3—C4	112,2 (2)
O1 ¹ —Cu1—O2 ¹	92,7 (1)	O2—C4—O3	124,5 (3)
O1—Cu1—O2 ¹	87,2 (1)	O2—C4—C3	123,3 (3)
N1 ¹ —Cu1—O2 ¹	77,77 (9)	O3—C4—C3	112,2 (3)
N1—Cu1—O2 ¹	102,23 (9)	N1—C5—C6	113,8 (3)
O2—Cu1—O2 ¹	180,0	O4—C6—O5	124,9 (3)
C2—O1—Cu1	114,4 (2)	O4—C6—C5	126,9 (3)
C4—O2—Cu1	105,3 (2)	O5—C6—C5	108,2 (3)
C3—N1—C5	112,1 (2)		

Code de symétrie: (i) $-x, 1-y, -z$.

La largeur de balayage est $(1,00 + 0,70\tan\theta)^\circ$. 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, 1993).

Collection des données: CAD-4 EXPRESS (Enraf–Nonius, 1994). Affinement des paramètres de la maille: CAD-4 EXPRESS. Réduction des données: MolEN (Fair, 1990). Graphisme moléculaire: ORTEPII (Johnson, 1976). Logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: SHELXL93.

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: MU1346). Les processus d'accès à ces archives est donné au dos de la couverture.

Références

- Enraf–Nonius (1994). CAD-4 EXPRESS. Version 5,1/1,2. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
 Fair, C. K. (1990). MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
 Johnson, C. K. (1976). ORTEPII. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Lumme, P. O., Knuutila, H. & Lindell, E. (1996). Acta Cryst. C52, 51–56.
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). Acta Cryst. A24, 351–359.
 Sheldrick, G. M. (1990). Acta Cryst. A46, 467–473.
 Sheldrick, G. M. (1993). SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures. Université de Göttingen, Allemagne.
 Whitlow, S. H. (1973). Inorg. Chem. 12, 2286–2289.

Acta Cryst. (1998). C54, 199–201

Bis(di-2-pyridyl-N-amine)(propionato-O)-copper(II) Nitrate

SUJITTRA YOUNGME,^a KAMPHONE CHANDAVONG,^a CHAVENG PAKAWATCHAI,^b ZHONG-YUAN ZHOU^c AND HOONG-KUN FUN^d

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen 40002, Thailand, ^bDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai 90112, Thailand, ^cCrystal Structure Analysis Laboratory, Chengdu Branch, Academia Sinica, Sichuan 610041, People's Republic of China, and ^dX-ray Crystallography Unit, School of Physics, Universiti Sains Malaysia, 11800 USM, Penang, Malaysia. E-mail: hkfun@usm.my

(Received 27 June 1997; accepted 21 October 1997)

Abstract

The crystal structure of the title compound comprises $[\text{Cu}(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2)(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_3)_2]^+$ cations and NO_3^- anions. The cation structure is intermediate between a distorted square-based pyramidal five-coordinate geometry with an additional long bond and an asymmetric *cis*-distorted octahedral geometry, both giving a $(4+1+1^*)$ -type coordination.

Comment

The crystal structures of the $[\text{Cu}^{\text{II}}(\text{chelate})_2(\text{OXO})]^+$ cations, where chelate is di-2-bipyridyl or 1,10-*o*-phenanthroline and OXO is ONO^- , CH_3CO_2^- or HCO_2^- are well characterized (Hathaway, 1984) as fluxional copper(II) stereochemistries (Fitzgerald *et al.*, 1981; Simmonds *et al.*, 1987). In order to extend this series to more flexible chelate nitrogen ligands, complexes with