

Refinement

Refinement on F^2
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.035$
 $wR(F^2) = 0.091$
 $S = 1.024$
 3118 reflections
 164 parameters
 H-atom parameters
 constrained
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0481P)^2 + 0.1202P]$
 where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.001$

$\Delta\rho_{\max} = 0.15 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0.21 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
 Extinction correction:
SHELXL97 (Sheldrick, 1997)
 Extinction coefficient:
 0.0120 (18)
 Scattering factors from
International Tables for Crystallography (Vol. C)
 Absolute structure: Flack (1983)
 Flack parameter = -0.01 (8)

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

S1—C6	1.7250 (18)	C2—C6	1.483 (2)
S1—C9	1.703 (2)	N7—C6	1.289 (2)
O1—C2	1.414 (2)	N7—C8	1.373 (3)
O1—C5	1.445 (2)	C8—C9	1.337 (3)
C6—S1—C9	89.54 (10)	O1—C5—C11	110.17 (15)
C2—O1—C5	108.36 (14)	S1—C6—N7	114.31 (14)
O1—C2—N3	104.45 (14)	S1—C6—C2	121.20 (12)
O1—C2—C6	109.74 (14)	S1—C9—C8	109.48 (16)
O1—C5—C4	104.16 (15)		
O1—C2—C6—S1	81.84 (16)	O1—C5—C11—C12	-38.7 (2)
O1—C2—C6—N7	-95.7 (2)	O1—C5—C11—C16	141.50 (17)

Table 2. Hydrogen-bonding geometry (\AA , $^\circ$)

$D-H \cdots A$	$D-H$	$H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
C9—H9 \cdots N7 ^a	0.93	2.73	3.403 (3)	130
C41—H41C \cdots O1 ^b	0.96	2.62	3.463 (2)	147

Symmetry codes: (i) $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, 2 - z$; (ii) $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, 2 - z$.

Molecule (I) is chiral and a complete 'Friedel' data set ($\pm h, +k, +l$) was collected and the absolute structure determined [Flack parameter -0.01 (8)] by our X-ray analysis. The known absolute configuration of the (1*R*,2*S*)-(–)-ephedrine starting material, (II), is retained in the three chiral centres (2*S*,4*S*,5*R*) of the oxazolidine ring in (I). H atoms were allowed for as riding atoms with C—H in the range of 0.93 to 0.98 \AA .

Data collection: *CAD-4-PC Software* (Enraf–Nonius, 1992). Cell refinement: *SET4* and *CELDIM* in *CAD-4-PC Software*. Data reduction: *DATRD2* in *NRCVAX96* (Gabe *et al.*, 1989). Program(s) used to solve structure: *SHELXS97* (Sheldrick, 1990). Program(s) used to refine structure: *NRCVAX96* and *SHELXL97* (Sheldrick, 1997). Molecular graphics: *NRCVAX96*, *ORTEP* (Johnson, 1976), *PLATON* (Spek, 1997*a*) and *PLUTON* (Spek 1997*b*). Software used to prepare material for publication: *NRCVAX96*, *SHELXL97* and *WordPerfect* macro *PRPCIF97* (Ferguson, 1997).

JFG thanks Dublin City University and Forbairt for funding of a research visit to the University of Guelph in 1998 and especially Professor George Ferguson for use of his diffractometer and computer system.

Supplementary data for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: BM1296). Services for accessing these data are described at the back of the journal.

References

- Bondi, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
 Enraf–Nonius (1992). *CAD-4-PC Software*. Version 1.1. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
 Ferguson, G. (1997). *PRPCIF97. A WordPerfect-5.1 Macro to Merge and Polish CIF Format Files from NRCVAX and SHELXL97 Programs*. University of Guelph, Canada.
 Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.
 Gabe, E. J., Le Page, Y., Charland, J.-P., Lee, F. L. & White, P. S. (1989). *J. Appl. Cryst.* **22**, 384–387.
 Gallagher, J. F., Briody, J. M. & Cantwell, B. P. (1998). *Acta Cryst.* **C54**, 1331–1335.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 Just, G., Potvin, P., Uggowitzer, P. & Bird, P. (1983). *J. Org. Chem.* **48**, 2923–2924.
 Orpen, A. G., Brammer, L., Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G. & Taylor, R. (1994). *Structure Correlation*, Vol. 2, edited by H.-B. Bürgi & J. D. Dunitz. Appendix A. Weinheim: VCH Publishers.
 Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.
 Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
 Spek, A. L. (1997*a*). *PLATON. Molecular Geometry Program*. Version of May 1997. University of Utrecht, The Netherlands.
 Spek, A. L. (1997*b*). *PLUTON. Molecular Graphics Program*. Version of May 1997. University of Utrecht, The Netherlands.

Acta Cryst. (1999). **C55**, 474–476

Bis(*m*-anisidinium) dihydrogénéodiphosphate

MOHAMED OULD ABDELLAHI, FATMA BEN AMOR, AHMED DRISS ET TAHAR JOUINI

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

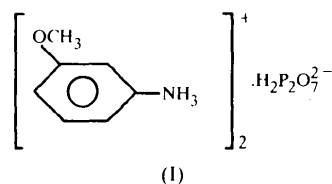
(Reçu le 14 mars 1997, accepté le 7 septembre 1998)

Abstract

The structure consists of an alternate stacking of $(\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7)^{2-}$ anions and $(1,3\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_3)^+$ cations held together by N—H \cdots O intermolecular hydrogen bonds.

Commentaire

L'arrangement moléculaire de cette structure, (I), est constitué de couches d'anions phosphates $(\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7)^{2-}$



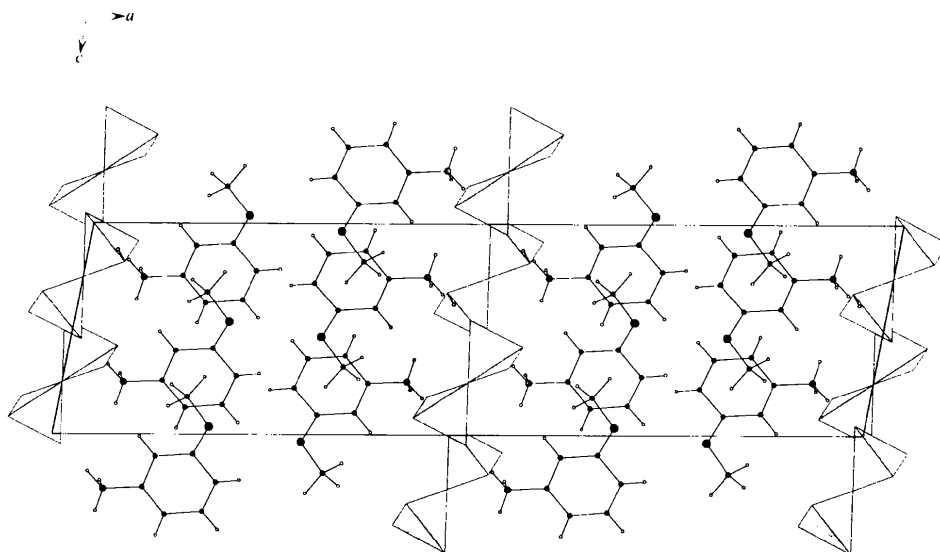


Fig. 1. Projection selon la direction [010] du contenu de la maille de $(1,3\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_3)_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$.

alternant avec des couches de cations organiques $(1,3\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_3)^+$ (Fig. 1). Les deux types de couches sont connectées au moyen de liaisons hydrogène de type $\text{N—H}\cdots\text{O}$ mettant en jeu des atomes d'oxygène de l'anion et les atomes d'hydrogène du groupement ammonium. Dans la couche anionique, les polyèdres $(\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7)^{2-}$ sont disposés en zigzag et liés par des liaisons hydrogène de type $\text{O—H}\cdots\text{O}$ de manière à former des chaînes le long de la direction [001]. Ces dernières sont liées par l'intermédiaire des groupements ammonium provenant des cations organiques. On constate que ce type d'arrangement est très similaire à celui rencontré dans l'*o*-anisidinium dihydrogénophosphate (Ould Abdellahi & Jouini, 1995). Les valeurs des angles O—P—O et P—O—P sont proches de celles observées dans d'autres diphosphates (Kamoun *et al.*, 1992; Soumhi & Jouini, 1995), on y observe notamment

que plus la distance P—O est raccourcie plus l'angle P—O—P est ouvert.

Partie expérimentale

L'acide diphosphorique, obtenu par passage d'une solution concentrée de diphosphate de sodium $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ à travers une colonne de résine échangeuse d'ions, de type IR 120, est neutralisé par une solution de *m*-anisidine (98%). De très petits cristaux sous forme de plaquettes apparaissent immédiatement. Leur recristallisation dans l'éthanol les amène à une taille suffisante pour leur étude par diffraction des rayons X.

Données cristallines

$2\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO}^+\cdot\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7^{2-}$

$M_r = 424,28$

Monoclinique

$C2/c$

$a = 29,501 (2) \text{ \AA}$

$b = 8,5509 (14) \text{ \AA}$

$c = 7,963 (3) \text{ \AA}$

$\beta = 101,15 (2)^\circ$

$V = 1970,7 (9) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 1,430 \text{ Mg m}^{-3}$

D_m non mesurée

Mo $K\alpha$ radiation

$\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

$\theta = 14\text{--}16^\circ$

$\mu = 0,269 \text{ mm}^{-1}$

$T = 293 (2) \text{ K}$

Plaquette

$0,35 \times 0,12 \times 0,05 \text{ mm}$

Incolore

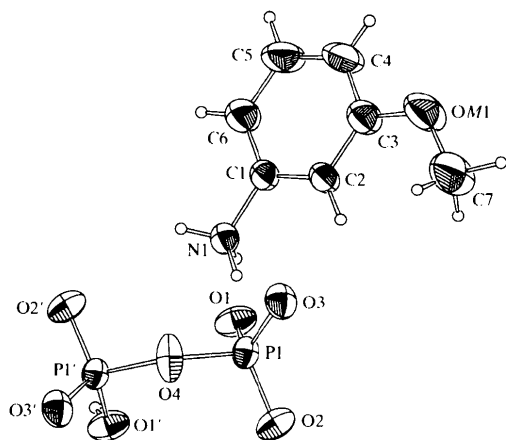


Fig. 2. Représentation ZORTEP de $(1,3\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_3)_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Les ellipsoïdes d'agitation ont 50% de probabilité d'existence.

Collection des données

Diffractomètre CAD-4

Balayage $\omega/2\theta$

Pas de correction

d'absorption

4349 réflexions mesurées

1735 réflexions

indépendantes

1139 réflexions avec

$I > 2\sigma(I)$

$R_{int} = 0,048$

$\theta_{max} = 24,97^\circ$

$h = -9 \rightarrow 34$

$k = -9 \rightarrow 10$

$l = -9 \rightarrow 9$

3 réflexions de référence

fréquence: 60 min

variation d'intensité: 2,5%

Affinement

Affinement à partir des F²R[F² > 2σ(F²)] = 0,052ωR(F²) = 0,130

S = 1,058

1735 réflexions

167 paramètres

Tous les paramètres des
atomes d'hydrogène
affinés

$$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0614P)^2 + 1,0456P]$$

$$\text{où } P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$$

$$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,001$$

$$\Delta\rho_{\max} = 0,326 \text{ e } \text{Å}^{-3}$$

$$\Delta\rho_{\min} = -0,296 \text{ e } \text{Å}^{-3}$$

Pas de correction

d'extinction

Facteurs de diffusion des

International Tables for

Crystallography (Tome C)

Tableau 1. Paramètres géométriques (Å, °)

P1—O2	1,485 (3)	O1—HO1	0,69 (4)
P1—O3	1,491 (3)	N1—H1N1	0,92 (4)
P1—O1	1,548 (3)	N1—H2N1	0,87 (4)
P1—O4	1,597 (2)	N1—H3N1	1,02 (4)
O2—P1—O3	116,4 (2)	O3—P1—O4	103,7 (1)
O2—P1—O1	110,9 (2)	O1—P1—O4	105,1 (2)
O3—P1—O1	111,0 (2)	P1—O4—P1	133,8 (2)
O2—P1—O4	108,8 (1)		

Code de symétrie: (i) $-x, y, \frac{1}{2} - z$.

Tableau 2. Distances et liaisons hydrogène (Å, °)

D—H...A	D—H	H...A	D...A	D—H...A
O1—HO1...O2 ⁱ	0,69 (4)	1,91 (4)	2,587 (4)	166 (5)
N1—H1N1...O3 ⁱⁱ	0,92 (4)	1,84 (4)	2,763 (4)	175 (3)
N1—H2N1...O3	0,87 (4)	1,88 (4)	2,738 (4)	166 (3)
N1—H3N1...O2 ⁱⁱⁱ	1,02 (4)	1,71 (4)	2,733 (4)	175 (3)

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

La largeur de balayage est $(1 + 0,35\text{tg}\theta)^\circ$. 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 (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992). Affinement des paramètres de la maille: CAD-4 EXPRESS. 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, 1993). Graphisme moléculaire: ZORTEP (Zsolnai & Pritzkow, 1994). 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: DU1178). Les processus d'accès à ces archives sont donnés au dos de la couverture.

Références

- Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
 Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
 Kamoun, S., Jouini, A. & Daoud, A. (1992). *J. Solid State Chem.* **99**, 18–28.
 Macíček, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.
 Ould Abdellahi, M. & Jouini, T. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 922–923.
 Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Universität de Göttingen, Allemagne.

- Soumhi, El H. & Jouini, T. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 1457–1459.
 Zsolnai, L. & Pritzkow, H. (1994). *ZORTEP. ORTEP Program for a PC*. Universität de Heidelberg, Allemagne.

Acta Cryst. (1999). **C55**, 476–478

1-Hydroxyethyl-2,2'-biimidazole

GENG LIN,^a HARVEST COLLIER^a AND RUSSELL G. BAUGHMAN^b

^aDepartment of Chemistry, University of Missouri–Rolla, Rolla, MO 65401, USA, and ^bDivision of Science, Truman State University (formerly Northeast Missouri State University), Kirksville, MO 63501-4221, USA. E-mail: baughman@truman.edu

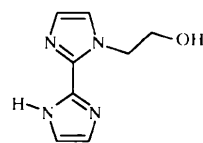
(Received 24 August 1998; accepted 14 December 1998)

Abstract

The two imidazole rings in the title compound, C₈H₁₀N₄O, are almost coplanar, having an angle of 2.3 (2)° about the C—C bond connecting the rings. The conformation adopted is such that the nitrogen substituents (–H and –CH₂CH₂OH) are in a *trans* orientation. The molecules are connected by intermolecular O—H...O and N—H...N hydrogen bonds to yield an arrangement of pairs of molecules reminiscent of side-by-side stacks of crinkled ribbon.

Comment

The structure determination of 1-hydroxyethyl-2,2'-biimidazole, (I), was undertaken as part of a series of studies of substituted biimidazoles (Secondo, Barnett *et al.*, 1996; Secondo *et al.*, 1997; Barnett *et al.*, 1997). The geometry of the title molecule, the first mono-



(I)

substituted derivative in the series, is illustrated in Fig. 1, and assumes a *trans* conformation as seen in nearly all others in the series. The 2,2'-biimidazole rings are nearly coplanar, as the dihedral angle of the two five-membered rings is 2.3 (2)° about the central C1—C4 bond and all ten non-H atoms lie within 0.02 Å of their least-squares plane. The C—C and C—N bond lengths and angles in the biimidazole skeleton are generally in agreement with the corresponding bond