

Acta Crystallographica Section C

**Crystal Structure
Communications**

ISSN 0108-2701

Chromate de 2,2-diméthylpropylènediammonium

Chebbi, Hajem and Driss

Electronic paper

This paper is published electronically. It meets the data-validation criteria for publication in Acta Crystallographica Section C. The submission has been checked by a Section C Co-editor though the text in the 'Comments' section is the responsibility of the authors.

© 2000 International Union of Crystallography • Printed in Great Britain – all rights reserved

Chromate de 2,2-diméthylpropylène-diammonium

Hammouda Chebbi, Amen Allah Hajem et Ahmed Driss*

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

Correspondence e-mail: ahmed.driss@fst.rnu.tn

Reçu le 14 avril 2000

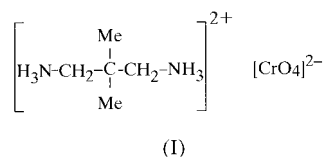
Accepté le 10 juillet 2000

Data validation number: IUC0000188

The crystal structure of the title compound, 2,2-dimethyl-1,3-propanediammonium chromate, $(C_5H_{16}N_2)[CrO_4]$, consists of layers built up from CrO_4^{2-} tetrahedra alternating with diprotonated 2,2-dimethylpropylendiamine molecules. N—H...O hydrogen bonds ensure the cohesion and stability of the structure.

Commentaire

Comparés aux phosphates organiques, les chromates organiques sont très peu étudiés. A notre connaissance, seule la structure des deux composés a été établie. Il s'agit de $(CN_3H_6)_2[CrO_4]$ (Cygler *et al.*, 1976) et $(C_8H_{24}N_2)[CrO_4] \cdot H_2O$ ($x = 2, 0,5$; Sorehkin *et al.*, 1978). Nous avons isolé une nouvelle phase $(C_5H_{16}N_2)[CrO_4]$, (I), dont la préparation et l'étude structurale font l'objet du présent travail. L'unité asymétrique du composé (I) contient un ion chromate $[CrO_4]^{2-}$ et un cation organique $C_5H_{16}N_2^{2+}$.



La structure de (I) renferme des couches anioniques de tétraèdres chromates $[CrO_4]^{2-}$ parallèles aux plans $(1\bar{1}0)$ alternées avec des couches organiques contenant la base diprotonnée $C_5H_{16}N_2^{2+}$. Les groupements $(-NH_3)^+$ sont insérés entre ces tétraèdres et peuvent être considérés comme leur appartenant. Il en résulte une couche formée de constituants inorganiques: $(-NH_3)^+$ et $[CrO_4]^{2-}$ dont la cohésion est assurée par des liaisons hydrogène de type N—H...O (Tableau 2). Le tétraèdre chromate est régulier, les distances des liaisons Cr—O varent entre 1,616 (2) et 1,687 (3) Å. Ces valeurs sont en accord avec celles rencontrées dans d'autres chromates (Cygler *et al.*, 1976; Stephens & Cruickshank, 1970; Riou & Roult, 1979; Khan & Baur, 1972). Les angles des

liaisons O—Cr—O dont les valeurs sont comprises entre 108,5 (1) et 110,2 (1)° ne subissent que de faibles écarts par rapport à la valeur théorique 109,47°. Les moyennes des longueurs de liaisons C—N et C—H sont respectivement 1,494 (4) et 0,947 (7) Å. Ces valeurs sont comparables à celle rencontrées dans le composé $(CN_3H_6)_2[CrO_4]$ (Cygler *et al.*, 1976).

Partie expérimentale

Le composé $(C_5H_{16}N_2)[CrO_4]$ a été préparé à partir d'un mélange de $C_5H_{14}N_2$ (3 g), CrO_3 (3 g) et H_2O (40 g) dans les proportions molaire respectives 1:1:77. Le mélange réactionnel obtenu est maintenu sous agitation magnétique, puis transvasé dans un cristallisateur. Après quelques jours d'évaporation à température ambiante, on obtient des cristaux en forme de plaquettes de couleur jaune.

Données cristallines

$(C_5H_{16}N_2)[CrO_4]$	$Z = 2$
$M_r = 220,20$	$D_x = 1,588 \text{ Mg m}^{-3}$
Triclinique, $P\bar{1}$	Mo $K\alpha$ radiation
$a = 9,082 (1) \text{ \AA}$	Paramètres de la maille à l'aide
$b = 9,789 (2) \text{ \AA}$	de 25 réflexions
$c = 5,741 (8) \text{ \AA}$	$\theta = 2,16\text{--}26,00^\circ$
$\alpha = 104,92 (1)^\circ$	$\mu = 1,223 \text{ mm}^{-1}$
$\beta = 93,20 (1)^\circ$	$T = 293 (2) \text{ K}$
$\gamma = 109,06 (1)^\circ$	Plaquette, jaune
$V = 460,6 (7) \text{ \AA}^3$	$0,90 \times 0,54 \times 0,36 \text{ mm}$

Collection des données

Enraf-Nonius CAD-4	$R_{\text{int}} = 0,018$
Balayage $\omega/2\theta$	$\theta_{\text{max}} = 25,96^\circ$
Correction d'absorption: ψ scan	$h = -11 \rightarrow 11$
(North <i>et al.</i> , 1968)	$k = -11 \rightarrow 12$
$T_{\text{min}} = 0,463$, $T_{\text{max}} = 0,644$	$l = -7 \rightarrow 10$
1984 réflexions mesurées	2 réflexions de référence
1795 réflexions indépendantes	fréquence: 120 min
1477 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$	variation d'intensité: 0,8%

Affinement

Affinement à partir des F^2	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0339P)^2$
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,035$	$+ 0,3143P]$
$wR(F^2) = 0,088$	where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
$S = 1,117$	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,001$
1795 réflexions	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,31 \text{ e \AA}^{-3}$
174 paramètres	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,29 \text{ e \AA}^{-3}$
Tous les paramètres des atomes	
d'hydrogène affinés	

Tableau 1

Paramètres géométriques (Å, °).

Cr—O4	1,616 (2)	C1—H1C1	0,97 (3)
Cr—O1	1,639 (2)	C1—H2C1	0,93 (3)
Cr—O3	1,666 (2)	C2—C3	1,538 (4)
Cr—O2	1,687 (3)	C2—H1C2	0,95 (3)
N1—C1	1,495 (4)	C2—H2C2	0,95 (3)
N1—H1N1	0,85 (4)	C3—C4	1,536 (4)
N1—H2N1	0,89 (4)	C3—C5	1,536 (4)
N1—H3N1	0,88 (4)	C4—H1C4	1,00 (4)
N2—C2	1,493 (4)	C4—H2C4	0,93 (4)
N2—H1N2	0,82 (4)	C4—H3C4	0,93 (4)
N2—H2N2	0,88 (4)	C5—H1C5	0,94 (4)
N2—H3N2	0,86 (4)	C5—H2C5	0,93 (4)
C1—C3	1,538 (4)	C5—H3C5	0,95 (4)
O4—Cr—O1	109,0 (1)	O1—Cr—O2	109,9 (9)
O4—Cr—O3	109,2 (1)	O3—Cr—O2	108,5 (1)
O1—Cr—O3	110,2 (1)	N1—C1—C3	114,5 (2)
O4—Cr—O2	110,1 (1)	N2—C2—C3	114,1 (2)

C4–C3–C5	110,1 (3)	C4–C3–C1	110,1 (2)
C4–C3–C2	110,8 (2)	C5–C3–C1	111,1 (2)
C5–C3–C2	111,0 (2)	C2–C3–C1	103,6 (2)

Tableau 2

Hydrogen-bonding geometry (Å, °).

$D-H \cdots A$	$D-H$	$H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
N1–H3N1 \cdots O2	0,89 (4)	1,93 (4)	2,803 (3)	167 (3)
N2–H2N2 \cdots O1 ¹	0,88 (4)	1,94 (4)	2,816 (4)	169 (3)

Codes de symétrie: (i) $1 + x, y, z - 1$.

Collection des données: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macicek & 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: *SHELXS97* (Shel-

drick, 1990); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL97*.

Références

- Cygler, M., Grabowski, M. J., Stepen, A. & Wajsman, E. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2391–2395.
- Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
- Fair, C. K. (1990). *MolEN*. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Khan, A. A. & Baur, W. H. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 683–693.
- Macicek, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.
- North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- Riou, A. & Roullet, G. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 2494–2496.
- Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.
- Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sorehkin, V. N., Tabachenko, V. V. & Serezhkina, L. B. (1978). *Himia I Himiceskaa Technol.* **21**, 292–292.
- Stephens, J. S. & Cruickshank, D. W. J. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 437–439.