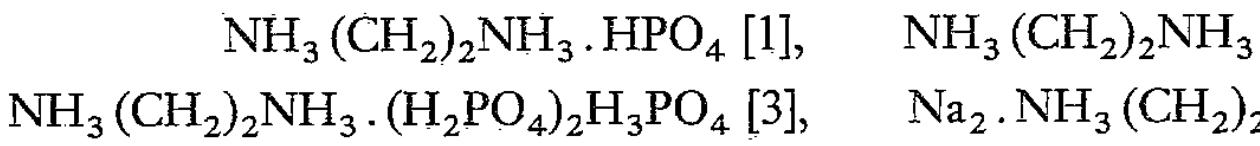
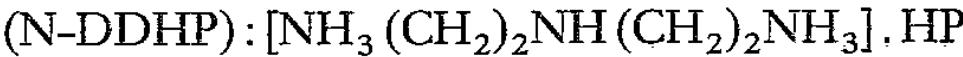


$\beta = 113.80$  (1) $^\circ$ ;  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.544 \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ . The N-diethylene diammonium dihydrate (N-DDHP) salts is orthorhombic  $P2_1\bar{2}_1\bar{2}_1$  with:  $a = 16.79$  Å;  $b = 6.067$  (1) Å;  $c = 6.067$  (1) Å;  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.440 \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ . The structure of these salts consists of diethylenetriamine acid, diamino-1,3 propane (or N-diéthylène diamine) and water molecules.

*Abridged English Version* — INTRODUCTION. — During a systematic reaction between monophosphoric acid and various kinds of aliphatic phosphates of ethylene diamine salts have been described:

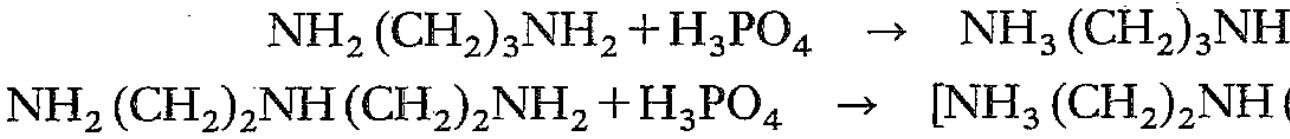


Up to now, monophosphate complexes of diamino-1,3 propane are unknown. In the present work, we describe the chemical preparation of propane monohydrogenmonophosphate monohydrate (DPHP) :  $\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and the N-diethylene diammonium monohydrogenmonophosphate (N-DDHP) :  $[\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3] \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .



The detailed crystallographic and structural features are given.

CHEMICAL PREPARATION. — The (DPHP) and the (N-DDHP) are obtained in stoichiometric ratio a solution of monophosphoric acid  $\text{H}_3\text{PO}_4$  with aqueous solutions of diamino-1,3 propane and N-diethylene diamine. The synthesis reactions are:



The resulting aqueous solutions are then kept at room temperature until evaporation, colorless parallelepiped shaped monocrystals of (DPHP) are obtained.

---

Note présentée par Erwin-Félix BERTAUT.

0764-4450/90/03100733 \$ 2.00 © Académie des Sciences

values of densities  $D_m = 1.544 \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$  and  $D_m =$  (DPHP) and the (N-DDHP) are in agreement with and  $D_x = 1.451 \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Each cell contains four formula units of (N-DDHP). Indexed powder data are given in Table I. The crystallographic parameters of these salts are given in Table III. The projection of the structure of the phosphate ions of the (N-DDHP) are individualized (Fig. A). The phosphate groups are linked together through hydrogen bond: O-H...O. The organic chains are parallel to  $\vec{c}$  axis (cf. Fig., A). The organic cations  $[\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)\text{NH}_3]^2+$ , present as zwitterions, are linked to the monohydrogenmonophosphate ions through O-H...O. These hydrogen bonds involved (donors and acceptors) the directional cohesion of the atomic arrangement.

---

INTRODUCTION. — L'étude de  $(\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3)_2[\text{NH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NH}_3] \cdot \text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  s'inscrit dans le cadre de l'étude des complexes formés par l'action de l'acide monophosphorique  $[\text{H}_3\text{PO}_4]$  avec les diamines à courtes chaînes, plusieurs complexes de nature et de composition ont été mis en évidence :  $\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3 \cdot \text{HPO}_4$ ,  $\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3 \cdot (\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$  [3],  $\text{Na}_2 \cdot \text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$ . Le complexe de monophosphate du diamino-1,3 propane a été jusqu'ici étudié. Dans le présent travail, nous décrivons la préparation du diammonium-1,3 propane monohydrogénomonophosphate et du N-diéthylène diammonium monohydrogénomonophosphate, conduisant à des produits cristallisés, et nous présentons leurs propriétés physiques et structurales.

<i>h k l</i>	<i>d<sub>obs.</sub></i>	<i>d<sub>cal.</sub></i>	<i>I<sub>obs.</sub></i>	<i>h k l</i>	<i>d</i>
0 2 0	8,33	8,33	42	2 1 1	{ 2,
0 1 1	6,54	6,55	8	1 5 2	{ 2,
1 0 0	6,37	6,36	20	1 2 3	{ 2,
1 1 0	5,95	5,95	31	0 1 3	{ 2,
1 1 1	5,75	5,75	55	1 3 3	{ 2,
0 2 1	5,41	5,41	21	2 5 0	{ 2,
1 2 0	5,05	5,06	10	0 2 3	{ 2,
1 2 1	4,94	4,94	24	1 6 1	{ 2,
0 3 1	4,38	4,38	33	3 1 1	{ 2,
1 3 0	4,16	4,18	{ 27	0 7 1	{ 2,
0 4 0	{ 4,16	4,16	{ 27	2 5 2	{ 2,
1 3 1	4,12	4,12	7	1 4 2	{ 2,
1 0 2	3,837	3,836	47	1 7 0	{ 2,
0 4 1	3,596	3,594	100	2 3 3	{ 2,
1 4 0	{ 3,484	{ 3,484	{ 27	3 2 1	{ 2,
1 2 2	{ 3,485	{ 3,484	{ 27	1 4 3	{ 2,
0 1 2	{ 3,482	{ 3,482	{ 27	2 4 1	{ 2,
2 1 1	3,401	3,401	17	2 6 2	{ 2,
0 2 2	3,273	3,274	5	3 2 0	{ 2,
1 3 1	3,250	3,250	18	1 8 0	{ 2,
2 0 0	3,183	3,182	97	0 7 2	{ 1,
2 0 2	3,066	3,066	6	1 8 1	{ 1,
0 5 1	{ 3,015	{ 3,017	{ 11	2 7 0	{ 1,
2 1 2	{ 3,015	{ 3,015	{ 11	2 1 4	{ 1,
2 3 1	2,945	2,945	23	2 3 2	{ 1,
1 5 1	2,926	2,927	19	2 7 2	{ 1,
2 4 1	2,667	2,667	15	1 2 4	{ 1,
1 1 2	2,646	2,646	3	2 6 1	{ 1,
1 5 1	{ 2,561	{ 2,562	{ 17	3 5 2	{ 1,
1 1 3	{ 2,561	{ 2,562	{ 17	0 8 2	{ 1,
1 6 0	2,544	2,544	8	3 2 1	{ 1,
				0 9 1	{ 1,

Les mesures ont été effectuées à la longueur d'onde du cobalt  $K\alpha_1 \alpha_2$  à l'aide de deux cercles « STOE/CSS » avec une largeur de pas de  $0,04^\circ$  en  $2\theta$  et un temps de scan de 30 sec. par pas. Les intensités reportées dans ce tableau sont les hauteurs relatives au fond continu.

*Data have been recorded with a two circle diffractometer "STOE/CSS" using a step width  $0,04^\circ$  ( $2\theta$ ) and a scan time of 30 sec. on every step. Intensities reported are relative peak heights above the background.*

Diagramme indexé de  $\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{Cl})_2$   
*Indexed powder diagram for:  $[\text{NH}_3(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{Cl})_2]$*

<i>h k l</i>	<i>d<sub>obs.</sub></i>	<i>d<sub>cal.</sub></i>	<i>I<sub>obs.</sub></i>	<i>h k l</i>
2 0 0	8,47	8,47	68	6 2 2
2 1 0	6,62	6,61	19	6 2 3
1 0 1	5,71	5,71	16	4 3 1
0 2 0	5,28	5,29	79	5 3 0
3 1 0	4,98	4,98	8	1 4 0
2 0 1	4,94	4,93	9	3 4 0
2 2 0	4,48	4,48	24	0 5 0
4 0 0	4,23	4,23	9	1 5 0
3 0 1	4,13	4,13	28	7 0 0
4 1 0	3,929	3,930	51	4 4 0
1 2 1	3,880	3,879	36	3 4 1
3 1 1	3,848	3,849	56	7 1 1
2 2 1	3,606	3,606	100	7 1 0
4 0 1	3,471	3,471	50	3 3 1
4 1 1	3,299	3,299	39	4 2 1
3 2 1 }	3,255	3,255 }	51	5 2 1
2 3 0 }	3,255	3,253 }	51	8 2 0
5 1 0	3,227	3,225	7	6 2 0
0 0 2	3,033	3,033	52	8 0 0
1 3 1	2,998	2,998	37	0 3 1
2 0 2 }	2,852	2,856 }	42	7 0 2
5 2 0 }	2,852	2,852 }	42	3 0 0
2 1 2	2,756	2,756	8	5 1 0
6 1 0	2,727	2,727	10	2 2 0
3 3 1	2,682	2,681	3	
1 2 2 }	2,598	2,599 }	5	
3 1 2 }	2,598	2,591 }	5	

Les conditions expérimentales sont identiques à celles décrites dans Tableau I.  
*Experimental conditions are similar to those described in Table I.*

à la longueur d'onde de 430 mm; celle des protomolécules de 1,3 propane, N-diéthylène diammonium et du monochlorure de méthyle par métrologie volumétrique [5].

H (1 C 2) . . .	0,325 (5)	0,846 (2)	0,601 (5)	H (2 C 1) . . .	0,103
H (2 C 2) . . .	0,902 (6)	0,373 (3)	-0,010 (5)	H (1 C 2) . . .	0,435
H (1 C 3) . . .	0,163 (5)	0,924 (2)	0,249 (5)	H (2 2) . . .	0,350
H (2 C 3) . . .	0,612 (5)	0,399 (2)	0,148 (5)	H (N 2) . . .	0,329
H (1 N 2) . . .	0,903 (5)	0,299 (2)	0,307 (5)	H (1 C 3) . . .	0,523
H (2 N 2) . . .	0,716 (4)	0,189 (2)	0,842 (4)	H (2 C 3) . . .	0,0097
H (3 N 2) . . .	0,711 (5)	0,273 (2)	0,179 (5)	H (1 C 4) . . .	0,421
				H (2 C 4) . . .	0,450
				H (1 N 3) . . .	0,169
				H (2 N 3) . . .	0,173
				H (3 N 3) . . .	0,289
				H (1 W 1) . . .	0,083
				H (2 W 1) . . .	0,086
				H (1 W 2) . . .	0,982
				H (2 W 2) . . .	0,432

Les déviations standards sont données entre parenthèses.

*Standard deviations are given in parentheses.*

L'analyse thermogravimétrique effectuée sur ces sels montre vement avec une molécule d'eau pour le (DPHP) : NH<sub>3</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>Cl et deux molécules d'eau pour le (N-DDHP) : [NH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

ÉTUDE CRISTALLOGRAPHIQUE. — Les spectres d'oscillations enregistrés avec le rayonnement K( $\alpha_1, \alpha_2$ ) du cuivre montrent que les deux sels se cristallisent respectivement dans les systèmes monoclinique et orthorhombique avec les paramètres suivants :

$$a = 6,956 (2) \text{ \AA}, \quad b = 16,654 (3) \text{ \AA}, \quad c = 7,782 (1) \text{ \AA},$$

et

$$a = 16,934 (2) \text{ \AA}, \quad b = 10,571 (2) \text{ \AA}, \quad c = 6,062 \text{ \AA}.$$

Ces paramètres ont été affinés par une méthode des moindres carrés en utilisant les données angulaires des réflexions relevées sur les diagrammes de diffraction obtenus par la méthode de la photographie et rapportées dans les tableaux I et II.

# Explore Litigation Insights



Docket Alarm provides insights to develop a more informed litigation strategy and the peace of mind of knowing you're on top of things.

## Real-Time Litigation Alerts



Keep your litigation team up-to-date with **real-time alerts** and advanced team management tools built for the enterprise, all while greatly reducing PACER spend.

Our comprehensive service means we can handle Federal, State, and Administrative courts across the country.

## Advanced Docket Research



With over 230 million records, Docket Alarm's cloud-native docket research platform finds what other services can't. Coverage includes Federal, State, plus PTAB, TTAB, ITC and NLRB decisions, all in one place.

Identify arguments that have been successful in the past with full text, pinpoint searching. Link to case law cited within any court document via Fastcase.

## Analytics At Your Fingertips



Learn what happened the last time a particular judge, opposing counsel or company faced cases similar to yours.

Advanced out-of-the-box PTAB and TTAB analytics are always at your fingertips.

### API

Docket Alarm offers a powerful API (application programming interface) to developers that want to integrate case filings into their apps.

### LAW FIRMS

Build custom dashboards for your attorneys and clients with live data direct from the court.

Automate many repetitive legal tasks like conflict checks, document management, and marketing.

### FINANCIAL INSTITUTIONS

Litigation and bankruptcy checks for companies and debtors.

### E-DISCOVERY AND LEGAL VENDORS

Sync your system to PACER to automate legal marketing.