

تهیه و ساختار بلوری یک کمپلکس شش کوردینه جدید از گالیم (III)

حسین آقا بزرگ^۱، علی اکبری ساعی^۱، ابوالقاسم مقیمی^۲، فرشید رضانی پور^۱

۱- دانشکده شیمی، دانشگاه تربیت معلم تهران، ایران.

۲- دانشگاه امام حسین (ع)، تهران، ایران.

پست الکترونیکی: haghabozorg@yahoo.com

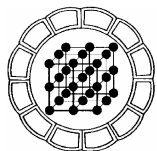
(دریافت مقاله ۸۳/۸/۱۳، دریافت نسخه نهایی ۸۴/۲/۲۵)

چکیده: از واکنش گالیم(III) نیترات هشت آبه با سیستم انتقال پروتون $(pydaH_2)^{2+}(pydc)^{-2}$ (pyda) $-6,2 = pyda$ پیریدین دی آمین، $-6,2 = pydcH_2$ پیریدین دی کربوکسیلیک اسید) کمپلکس $[C_5H_8N_3][Ga(C_7H_3NO_4)_2] \cdot 4H_2O \cdot CH_3OH$ به دست می‌آید که دارای ساختار بلوری سه میل، با گروه فضایی $P\bar{1}$ و دو مولکول در یاخته یکه است. ابعاد و زاویه‌های یاخته یکه عبارتند از:

$$\begin{aligned} a &= 10,2379(17) \text{ \AA} & b &= 10,4283(17) \text{ \AA} & c &= 13,838(2) \text{ \AA} \\ \alpha &= 70,375(3)^\circ & \beta &= 77,938(3)^\circ & \gamma &= 64,120(3)^\circ \end{aligned}$$

پس از تعیین ساختار مولکولی، مقدار R تا میزان ۰/۰۵۷۹ برای ۴۷۰۳ بازتاب کاهش یافت.

واژه‌های کلیدی: سیستم خود مجموعه‌ساز، ساختار بلوری، پیوندهای هیدروژنی، کمپلکس گالیم(III).



Synthesis and Crystal Structure of a Novel Six-Coordinate Gallium (III) Complex

Hossein Aghabozorg^۱, Ali Akbari Saei^۱, Abolghasem Moghimi^۲,
Farshid Ramezanipour^۱

^۱- Department of Chemistry, Teacher Training University, ۴۹ Mofateh Avenue, Tehran-IRAN.

^۲- Department of Chemistry, University of Imam Hossein, Tehran-IRAN.
E-mail: haghbozorg@yahoo.com

(Received: ۴/۱۱/۲۰۰۴, received in revised form: ۱۵/۵/۲۰۰۵)

Abstract: The reaction of gallium (III) nitrate octahydrate with the proton transfer compound (pydaH)⁺ (pydc)⁻ (where pyda is ۲,۶-pyridinediamine and pydcH, is ۲,۶-pyridinedicarboxylic acid) leads to the formation of (C_۵H_۸N_۲) [Ga(C_۵H_۴NO_۲)_۲] · ۴H_۲O · CH_۲OH. The crystal system of the anionic complex is triclinic with space group *P* $\bar{1}$ and two molecules per unit cell. The unit cell parameters are $a=۱۰,۲۳۸(۲)$ Å, $b=۱۰,۴۲۸(۲)$ Å, $c=۱۳,۸۳۸(۲)$ Å, $\alpha=۷۰,۳۷۵(۳)^\circ$, $\beta=۷۷,۹۳۸(۳)^\circ$, $\gamma=۶۴,۱۲۰(۳)^\circ$. The structure has been refined to a final value for the crystallographic *R* factor of ۰,۰۵۷۹ based on ۴۷۰۳ reflections with $I > 2\sigma(I)$.

Keywords: *Self assembling systems, Crystal structure, Hydrogen bonds, Gallium(III) complex.*

Introduction

Preparation and characterization of self assembling compounds has been of interest in the recent years [1, 2]. These self assembling systems are formed through noncovalent interactions. The intermolecular forces in such systems may involve hydrogen bonding, ion pairing, π - π stacking, hydrophobic or hydrophilic, donor-acceptor and host-guest interactions. Often one or a combination of these interactions can result in the formation of specific self assembling systems.

In this regard the proton transfer compound LH₂ (LH₂ is (pydaH)⁺(pydc)⁻ where pyda = 2,6-pyridinediamine and pydcH₂ = 2,6-pyridine-dicarboxylic acid) was prepared by our research group previously [3]. Several complexes were synthesized using this proton transfer system and their X-ray crystal structures were reported. Some of these complexes possess (pydc)⁻ ligand and also (pydaH)⁺ fragment, where pyda in its protonated form acts as a counter ion of the anionic complex [4-6]. There are also some other complexes of LH₂ in which no counter ion is observed in the structure [7, 8-10]. Here, we report the synthesis and X-ray crystal structure of Ga(III) complex with the above proton transfer system.

Experimental

An aqueous solution of gallium(III) nitrate octahydrate (0.890 g, 0.020 mmol in 2 mL of water) was added to a solution of LH₂ (0.120 g, 0.050 mmol) in water (1 mL). The consequent solution was left at room temperature for 24 hours. The resulting yellow crystals were solved in methanol and suitable crystals for X-ray analysis were obtained after 12 hours.

Results and discussion

The reaction of LH₂ ligand with gallium (III) nitrate octahydrate in a 2:1 molar ratio leads to the formation of the title complex. There is a list of crystal data and structure refinement in the table 1. The molecular structure of the compound exhibits a six coordinate anionic complex accompanied by a counter ion. There is also one uncoordinate methanol molecule in the crystal structure as well as four water molecules. Figure 1 illustrates the molecular structure of the title complex. The central ion is coordinated by two (pydc)⁻ ligands *via* two O atoms and one N atom from each ligand. The geometry of the complex is distorted octahedral. The two (pydc)⁻ groups are approximately perpendicular to each other as specified by some of the torsion angles and bond angles. The torsion angles O(8)—Ga(1)—N(1)—C(2) and O(8)—Ga(1)—N(1)—C(6) are -90.7(2)° and 91.4(2)° respectively. Also the bond angles O(4)—Ga(1)—O(6) and O(8)—Ga(1)—O(4) are 91.20(9)° and 91.92(9)° respectively (table 2).

Atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters for the complex are listed in table 3 and anisotropic displacement parameters

are collected in table ۴. The Ga(III) does not lie on a perfect linear axial angle, and the N^۱-N^۲ axis shows a variation of ۱۲,۸۰° from linearity. An important feature of the structure is the presence of mono protonated form of ۲,۶-pyridinediamine in the compound. This cationic fragment acts as a counter ion and balances the charge. It is interesting to note that we started the reaction with diprotonated form of pyda, while the resulting compound contains pyda in its monoprotonated form. The protonated site of pyda in the product compound is the nitrogen atom of the ring, while in the starting material LH_r, pyda was diprotonated on the nitrogen atoms of the amine groups.

Figure ۳ illustrates the crystal packing of the title compound. The self assembling system of the compound is formed using hydrogen bonding and ion pairing interactions. These two factors cause the compound to form a three-dimensional network. A wide range of hydrogen bonds from weak to strong interactions are observed in the structure. The presence of four uncoordinated water molecules causes the structure to have a complicated lattice of different hydrogen bonds. Hydrogen coordinates and isotropic displacement parameters for the title complex are listed in Table ۵ and a list of hydrogen bonds is collected in Table ۶.

The atoms O(۴W), C(۱S) and O(۱S) are disorder atoms. O(۴W) and also C(۱S) atom exhibit three positions, where two positions are illustrated by O(۱S) atom. The distances between different positions of O(۴W) atom are O(۴W)—O(۴W')=۱,۵۲۰(۱۲) Å and O(۴W)—O(۴W'')= ۰,۷۱۸(۱۷) Å, and that of the C(۱S) atom are C(۱S')—C(۱S) = ۰,۷۷۴(۱۶) Å and C(۱S'')—C(۱S') = ۰,۵۳(۳) Å. These distances show much more disordering about O(۴W) atom.

Conclusion

The present work supports the strong ability of the LH_r compound in forming the self assembling systems with metal ions. The extensive hydrogen bonding lattice of the metal-organic compound (pydaH)[Ga(pydc)_۲] · ۴H_۲O · CH_۲OH is interesting to note in this regard. The presence of the cationic counter ion (pydaH)⁺ which causes ion pairing interactions in the structure provides a view of expected uncovalent intermolecular forces for the future works.

Acknowledgments

This work was supported by Teacher Training University. We are particularly grateful to G. V. Lyubetsky from General and Technical Chemistry Division Academy of Sciences of Russia for collection of X-ray crystallographic data.

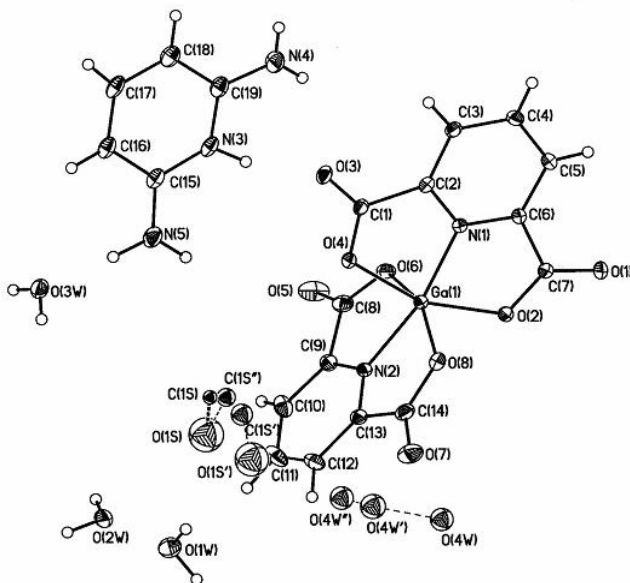


Figure ۱ The molecular structure of the title compound.

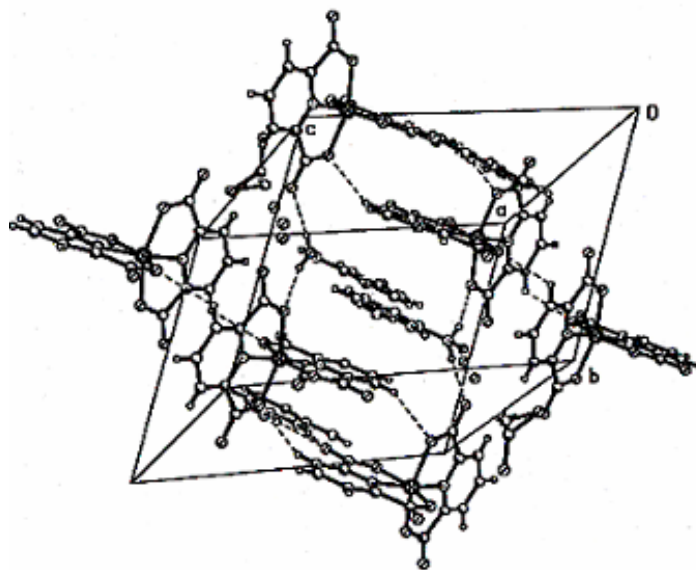


Figure ۲ The crystal packing of the title compound.

Table 1 Crystal data and structure refinement of the title complex.

Empirical formula	C ₂₀ H ₂₆ Ga N ₆ O ₁₃
Formula weight	614.18
Temperature	120(2) K
Wavelength(λ MoK α)	0.71073 Å
Crystal system, space group	Triclinic, <i>P</i> $\bar{1}$
Unit cell dimensions	$a = 10.238(2)$ Å $b = 10.428(2)$ Å $c = 13.838(2)$ Å $\alpha = 90.370(3)^\circ$ $\beta = 97.938(3)^\circ$ $\gamma = 64.120(3)^\circ$
Volume	1248.6(4) Å ³
Z, Calculated density	2, 1.634 g/cm ³
Absorption coefficient	1.18 mm ⁻¹
F(000)	632
Crystal size	0.8 x 0.5 x 0.4 mm
Theta range for data collection	2.22 to 28.04 deg.
Limiting indices	-13 < h < 13, -13 < k < 13, -18 < l < 18
Reflections collected / unique	12892 / 6010 [R(int) = 0.0209]
Completeness to theta = 28.04	99.1 %
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.802 and 0.271
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	6010 / 3 / 393
Goodness-of-fit on F ²	1.082
Final R indices [for 4703 refs with I > 2σ(I)]	R ₁ = 0.0579, wR ₂ = 0.1043
R indices (all data)	R ₁ = 0.0720, wR ₂ = 0.1660
Largest diff. peak and hole	1.919 and -0.090 eÅ ⁻³

Table 2 Selected geometric parameters of the title complex (Å, °).

Ga(1)-N(1)	1.908(2)	N(2)-Ga(1)-O(6)	79.10(10)
Ga(1)-N(2)	1.909(2)	N(2)-Ga(1)-O(4)	90.21(9)
Ga(1)-O(2)	1.968(2)	O(2)-Ga(1)-O(6)	94.22(10)
Ga(1)-O(8)	2.000(2)	O(2)-Ga(1)-O(4)	107.68(9)
Ga(1)-O(6)	2.000(2)	O(2)-Ga(1)-O(8)	91.10(10)
Ga(1)-O(4)	2.070(2)	O(4)-Ga(1)-O(6)	91.20(9)
N(1)-Ga(1)-N(2)	167.20(10)	O(6)-Ga(1)-O(8)	107.87(10)
N(1)-Ga(1)-O(2)	80.07(10)	O(8)-Ga(1)-O(4)	91.92(9)
N(1)-Ga(1)-O(4)	77.22(9)	O(6)-Ga(1)-N(1)-C(6)	-90.3(2)
N(1)-Ga(1)-O(6)	98.43(10)	O(6)-Ga(1)-N(1)-C(2)	87.0(2)

N(1)-Ga(1)-O(λ)	۱۰۳,۶۳(۱۰)	O(λ)-Ga(1)-N(1)-C(۲)	-۹۰,۷(۲)
N(۲)-Ga(1)-O(۲)	۱۱۲,۰۷(۱۰)	O(λ)-Ga(1)-N(1)-C(۶)	۹۱,۴(۲)
N(۲)-Ga(1)-O(λ)	۷۸,۹۴(۱۰)		

Table ۲ Atomic coordinates($x \cdot 10^{-4}$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$). $U(eq)$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
Ga(1)	-۰۲۹۶(۱)	۲۹.۹(۱)	۲۴۹۱(۱)	۳۱(۱)
N(1)	-۰۹۰.۱(۳)	۲۷۴.۰(۳)	۳۹۰۱(۲)	۲۸(۱)
O(1)	-۹۳۰۰(۳)	۰۳۹۸(۳)	۳۳۱.۰(۲)	۴۲(۱)
C(۲)	-۴۹۶.۰(۳)	۱۸.۹(۳)	۴۶۶۴(۲)	۲۷(۱)
O(۴)	-۳۴۰.۱(۲)	۱۳۹.۰(۲)	۳۲۰.۰(۲)	۳۱(۱)
C(۴)	-۶۸۰۲(۴)	۲۴۶۹(۳)	۰۹۰۹(۲)	۳۲(۱)
N(۲)	-۴۳۰.۰(۳)	۲۶۹۲(۳)	۱۱۴۷(۲)	۲۹(۱)
O(۲)	-۷۳۲۷(۲)	۴۳۶۴(۳)	۲۳۷۶(۲)	۳۹(۱)
C(۳)	-۰۴۰.۰(۳)	۱۶۴۴(۳)	۰۶۹۳(۲)	۳۰(۱)
O(۳)	-۲۴۸۰(۲)	۱۲۹(۲)	۴۷۴.۰(۲)	۳۰(۱)
C(۵)	-۷۸.۸(۴)	۳۴۳۳(۳)	۰۲.۰(۲)	۳۳(۱)
O(۶)	-۰۷۳.۰(۲)	۱۲۷۳(۳)	۲۳۷۲(۲)	۳۰(۱)
C(۶)	-۷۲۷۹(۳)	۳۰۴۹(۳)	۴۱۸۳(۲)	۳۰(۱)
C(۷)	-۸۰.۸۲(۳)	۴۰۳۲(۳)	۳۲۲۸(۲)	۳۰(۱)
O(۵)	-۰۱۷۷(۴)	-۲۰۸(۴)	۱۴.۶(۲)	۶۶(۱)
C(1)	-۳۴۸۳(۳)	۱.۳۰(۳)	۴۱۸۷(۲)	۲۹(۱)
O(۷)	-۳۳.۱(۳)	۰۶۱۷(۳)	۸.۰(۲)	۰۷(۱)
O(λ)	-۴۰۷۰(۳)	۴۰۳۰(۲)	۲.۰۲(۲)	۳۸(۱)
C(۹)	-۴۲۳۸(۳)	۱۰۹۴(۴)	۸۴۸(۲)	۳۰(۱)
C(1۰)	-۳۴۰.۰(۴)	۱۲۹۲(۵)	-۳۳(۳)	۴۰(۱)
C(11)	-۲۶۲۳(۴)	۲۱۰۹(۵)	-۰۶۳(۳)	۰۲(۱)
C(1۲)	-۲۶۹.۰(۴)	۳۲۹.۰(۵)	-۲۲.۰(۲)	۴۳(۱)
C(1۳)	-۳۰۰۹(۳)	۳۰۳۴(۴)	۶۰۶(۲)	۳۳(۱)
C(1۴)	-۳۸.۱(۴)	۴۶۶۴(۴)	۱۱۸۸(۳)	۳۸(۱)
C(λ)	-۰۱۲۳(۴)	۷۷۶(۴)	۱۰۸۴(۳)	۴.۰(۱)
C(1۹)	۲.۰(۴)	-۲۴۷.۰(۴)	۶۱۶۷(۳)	۴۱(۱)
C(1۸)	۱۴۴.۰(۴)	-۳۰۶۸(۴)	۶۶۶۳(۳)	۴۷(۱)
C(1۷)	۲۷۱۶(۴)	-۴.۰۹(۴)	۶.۸۰(۳)	۴۳(۱)
C(1۶)	۲۸۳۸(۴)	-۳۴۸۷(۴)	۰.۲۸(۳)	۴۱(۱)
C(1۵)	۱۶.۲(۴)	-۲۳۹۱(۳)	۴۰۳۷(۳)	۳۸(۱)
N(۳)	۳۳۲(۳)	-۱۹۳۹(۳)	۰۱۲۷(۲)	۳۹(۱)
N(۴)	-۱۱۱۳(۳)	-۱۹۲۸(۴)	۶۶۴۰(۳)	۴۹(۱)
N(۵)	۱۰۹۲(۳)	-۱۷۰۰(۳)	۳۰۲۷(۳)	۴۸(۱)
O(1W)	۸۲۴(۳)	۲۱۶۰(۳)	-۱۷۰۸(۲)	۰۶(۱)
O(۲W)	۷۳۹(۳)	-۱۷۶(۳)	-۲۱۳۶(۲)	۴۸(۱)
O(۳W)	۴۴۳۱(۳)	-۲۷۸۴(۳)	۲۶۲.۰(۲)	۴۴(۱)
O(۴W)	-۲۰۰۷(۹)	۷۷۶۳(۸)	۴۶۰(۶)	۰۹(۲)
O(۴W')	-۱.۹۱(۱۱)	۶۴۰۴(۱۱)	۰۳۲(۷)	۷.۰(۲)
O(۴W'')	-۶۲.۰(۲۰)	۰۷۱.۰(۲۰)	۰۱۳(۱۳)	۶۱(۴)
O(1S)	۶.۶(۱۳)	۱۶۹۴(۱۳)	۴۰۴(۷)	۱۳۳(۴)
O(1S')	۱۱۸۲(۱۲)	۳۶۳۳(۱۲)	۸۸۲(۹)	۱۲۸(۴)
C(1S'')	۷۴.۰(۳۰)	۱۸۹.۰(۳۰)	۱۳۷۸(۱۳)	۳۷(۶)

C(IS')	۶.۴ (۱۱)	۲۴۷۳(۱۱)	۱۲۲۲(۷)	۵۰(۲)
C(IS)	۱۱۲۳(۱۴)	۱۶۴۲(۱۳)	۱۳۶۳(۷)	۲۰(۳)

Table ۳: Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for the title complex. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Ga(I)	۲۶(۱)	۲۹(۱)	۲۳(۱)	-۲(۱)	۱(۱)	-۳(۱)
N(I)	۲۹(۱)	۲۵(۱)	۲۳(۱)	-۴(۱)	-۱(۱)	-۷(۱)
O(۱)	۲۹(۱)	۳۸(۱)	۳۷(۱)	-۶(۱)	۲(۱)	۲(۱)
C(۲)	۲۸(۱)	۲۲(۱)	۲۹(۱)	-۵(۱)	-۶(۱)	-۷(۱)
O(۴)	۲۶(۱)	۲۹(۱)	۲۷(۱)	-۵(۱)	-۲(۱)	-۳(۱)
C(۴)	۳۹(۲)	۳۲(۲)	۲۴(۱)	-۹(۱)	۲(۱)	-۱۴(۱)
N(۲)	۲۵(۱)	۳۱(۱)	۲۰(۱)	-۲(۱)	-۳(۱)	-۵(۱)
O(۲)	۲۸(۱)	۳۸(۱)	۲۶(۱)	۰(۱)	۰(۱)	۱(۱)
C(۳)	۳۵(۲)	۲۵(۱)	۲۶(۱)	-۴(۱)	-۵(۱)	-۱۰(۱)
O(۳)	۳۲(۱)	۲۹(۱)	۳۵(۱)	-۷(۱)	-۱۲(۱)	-۲(۱)
C(۵)	۳۱(۲)	۳۴(۲)	۲۹(۲)	-۱۰(۱)	۴(۱)	-۱۰(۱)
O(۶)	۳۳(۱)	۴۰(۱)	۲۶(۱)	-۱(۱)	-۳(۱)	-۱۵(۱)
C(۶)	۲۶(۱)	۲۸(۱)	۲۸(۱)	-۶(۱)	۱(۱)	-۶(۱)
C(۷)	۲۸(۲)	۳۱(۲)	۳۰(۲)	-۱(۱)	۱(۱)	-۴(۱)
O(۵)	۱۱۲(۳)	۷۲(۲)	۴۳(۲)	-۱۳(۱)	-۷(۲)	-۶۴(۲)
C(I)	۲۹(۲)	۲۳(۱)	۳۰(۲)	-۷(۱)	-۵(۱)	-۶(۱)
O(۷)	۶۳(۲)	۵۰(۲)	۵۷(۲)	۴(۱)	-۹(۱)	-۳۲(۱)
O(۸)	۳۸(۱)	۲۷(۱)	۳۹(۱)	-۷(۱)	-۲(۱)	-۷(۱)
C(۹)	۳۰(۲)	۴۰(۲)	۲۷(۲)	-۵(۱)	-۷(۱)	-۸(۱)
C(۱۰)	۳۸(۲)	۶۲(۲)	۳۵(۲)	-۲۴(۲)	-۵(۲)	-۱۲(۲)
C(۱۱)	۳۴(۲)	۹۳(۳)	۲۹(۲)	-۲۳(۲)	۳(۱)	-۲۳(۲)
C(۱۲)	۳۰(۲)	۶۶(۲)	۲۶(۲)	-۴(۲)	۰(۱)	-۱۹(۲)
C(۱۳)	۲۵(۱)	۳۸(۲)	۲۵(۱)	۲(۱)	-۷(۱)	-۶(۱)
C(۱۴)	۳۷(۲)	۳۳(۲)	۳۶(۲)	۲(۱)	-۱۰(۱)	-۱۱(۱)
C(۸)	۴۴(۲)	۴۶(۲)	۲۹(۲)	-۳(۱)	-۱۲(۱)	-۱۸(۲)
C(۱۹)	۳۱(۲)	۳۶(۲)	۵۳(۲)	-۹(۲)	-۱۲(۲)	-۹(۱)
C(۱۸)	۳۹(۲)	۴۴(۲)	۵۳(۲)	-۷(۲)	-۱۹(۲)	-۸(۲)
C(۱۷)	۳۱(۲)	۳۰(۲)	۶۳(۲)	-۶(۲)	-۲۲(۲)	-۵(۱)
C(۱۶)	۳۰(۲)	۲۹(۲)	۶۱(۲)	-۸(۲)	-۱۴(۲)	-۹(۱)
C(۱۵)	۳۱(۲)	۲۸(۲)	۵۳(۲)	-۵(۱)	-۱۱(۱)	-۱۱(۱)
N(۳)	۳۱(۱)	۲۷(۱)	۵۲(۲)	-۴(۱)	-۱۶(۱)	-۵(۱)
N(۴)	۳۲(۲)	۵۳(۲)	۵۲(۲)	-۱۲(۲)	-۱۳(۱)	-۶(۱)
N(۵)	۳۴(۲)	۴۲(۲)	۵۵(۲)	-۳(۲)	-۱۳(۱)	-۹(۱)
O(IW)	۵۸(۲)	۶۰(۲)	۴۰(۱)	-۶(۱)	-۱۵(۱)	-۱۵(۱)
O(۲W)	۳۰(۱)	۵۲(۲)	۴۱(۱)	-۴(۱)	۳(۱)	-۸(۱)
O(۳W)	۴۹(۲)	۳۵(۱)	۴۲(۱)	-۱۳(۱)	-۷(۱)	-۷(۱)

Table ۵ Hydrogen coordinates (x, y, z) and isotropic displacement parameters (U_{eq}) for the title complex.

	x	y	z	U_{eq}
H(۱C)	-۰.۷۱۸۰	۰.۲۳۷۰	۰.۶۶۴۹	۰.۳۸
H(۲C)	-۰.۴۷۵۱	۰.۱۰۰۳	۰.۶۱۹۵	۰.۳۶
H(۳C)	-۰.۸۷۷۵	۰.۳۹۸۶	۰.۵۳۷۷	۰.۳۹
H(۴C)	-۰.۳۳۵۸	۰.۵۳۲	-۰.۲۶۳	۰.۵۳
H(۵C)	-۰.۲۰۴۹	۰.۱۹۷۷	-۰.۱۱۵۹	۰.۶۲
H(۶C)	-۰.۲۱۶۳	۰.۳۸۶۶	-۰.۵۷۰	۰.۵۲
H(۷C)	۰.۱۳۹۵	-۰.۳۹۵۸	۰.۷۳۷۵	۰.۵۷
H(۸C)	۰.۳۵۳۳	-۰.۴۸۰۴	۰.۶۴۱۳	۰.۵۱
H(۹C)	۰.۳۷۲۵	-۰.۳۸۲۷	۰.۴۶۵۳	۰.۴۹
H(۱۰N)	-۰.۵۳۲	-۰.۱۲۰۶	۰.۴۹۰۹	۰.۵۸
H(۱۱N)	-۰.۱۲۰۸	-۰.۲۳۰۳	۰.۷۲۳۸	۰.۷۴
H(۱۲N)	-۰.۱۸۸۶	-۰.۱۳۶۹	۰.۶۳۵۲	۰.۷۴
H(۱۳N)	۰.۲۵۶۱	-۰.۲۱۱۰	۰.۳۱۷۲	۰.۷۲
H(۱۴N)	۰.۷۲۸	-۰.۱۰۳۳	۰.۳۱۹۷	۰.۷۲
H(۱۵W)	۰.۹۰۲	۰.۲۴۴۳	-۰.۱۲۱۷	۰.۸۴
H(۱۶W)	۰.۲۳۶	۰.۳۰۰۲	-۰.۲۲۳۳	۰.۸۴
H(۱۷W)	۰.۱۵۳۴	-۰.۵۹۸	-۰.۲۴۳۴	۰.۷۲
H(۱۸W)	۰.۳۸۶	-۰.۸۴۴	-۰.۲۰۷۶	۰.۷۲
H(۱۹W)	۰.۴۶۱۴	-۰.۳۴۳۵	۰.۲۳۵۸	۰.۶۶
H(۲۰W)	۰.۴۷۲۳	-۰.۲۱۷۷	۰.۲۲۷۳	۰.۶۶

Table ۶ Hydrogen bonds of the title compound ($\text{\AA}, ^\circ$).

D-H...A	(D-H)	(H...A)	<(DHA)	(D...A)	A	
N ^۵ -H ^{۱۱} N ^۵	۰.۹۸۰	۱.۸۲۲	۱۷۴.۶۴	۲.۷۹۹(۵)	۰.۳W	
N ^۵ -H ^{۱۱} N ^۵	۰.۹۵۶	۲.۰۰۵	۱۶۱.۲۶	۲.۹۲۷(۴)	۰.۲W	[-x, -y, z]
N ^۴ -H ^{۱۰} N ^۴	۰.۷۸۷	۲.۵۰۵	۱۷۳.۱۰	۳.۲۸۸(۴)	۰.۱S'	[-x, -y, z+1]
N ^۴ -H ^{۱۰} N ^۴	۰.۸۳۸	۲.۲۷۷	۱۳۶.۱۳	۲.۹۳۹(۵)	۰.۳	
N ^۲ -H ^۶ N ^۲	۰.۹۰۸	۱.۸۸۱	۱۶۷.۴۶	۲.۷۷۴(۴)	۰.۳	
۰.۱W-H ^{۱۷} W ^۱	۰.۹۱۸	۱.۸۱۱	۱۵۹.۳۵	۲.۶۹۰(۴)	۰.۴W'	[-x, -y+1, -z]
۰.۱W-H ^{۱۷} W ^۱	۰.۹۱۸	۲.۰۶۸	۱۳۷.۲۲	۲.۸۱۲(۴)	۰.۴W	[-x, -y+1, -z]
۰.۱W-H ^{۱۷} W ^۱	۰.۹۱۸	۲.۱۷۹	۱۳۵.۸۹	۲.۹۰۹(۶)	۰.۱S	
۰.۱W-H ^{۱۷} W ^۱	۰.۹۱۸	۲.۳۲۸	۱۴۹.۹۴	۳.۱۵۷(۵)	۰.۴W'	[-x, -y+1, -z]
۰.۱W-H ^{۱۷} W ^۱	۰.۹۳۷	۱.۸۴۳	۱۷۰.۶۰	۲.۷۷۱(۴)	۰.۱	[-x-1, -y+1, -z]
۰.۲W-H ^{۱۸} W ^۲	۰.۸۰۹	۲.۰۶۷	۱۶۳.۵۸	۲.۸۵۲(۴)	۰.۸	[x+1, y-1, z]
۰.۲W-H ^{۱۸} W ^۲	۰.۷۸۸	۱.۹۹۳	۱۶۲.۷۲	۲.۷۵۵(۵)	۰.۵	[x+1, y, z]
۰.۲W-H ^{۱۸} W ^۲	۰.۸۳۵	۱.۹۵۵	۱۷۴.۳۲	۲.۷۸۷(۴)	۰.۴	[-x, -y, -z]
۰.۲W-H ^{۱۸} W ^۲	۰.۸۸۹	۲.۳۱۵	۱۱۵.۳۵	۲.۸۱۳(۵)	۰.۱S	[-x, -y, -z]

References

[۱] Zafar, A., Geib, S. J., Hamuro, Y., Carr, A. J., Hamilton, A. D., "Hydrogen bonding control of molecular self-assembly: aggregation behavior of acylaminopyridine-carboxylic acid derivatives in solution and the solid state", *Tetrahedron* ۵۶, (۲۰۰۰) ۸۴۱۹-۸۴۲۷.

- [۲] Schmuck, C., "Highly stable self-association of σ -(guanidiniocarbonyl)- 1H -pyrrole- 2 -carboxylate in DMSO - the importance of electrostatic interactions", Eur. J. Org. Chem. (۱۹۹۹) ۲۳۹۷-۲۴۰۳.
- [۳] Moghimi, A., Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Jalali, F., Shamsipur, M., Yap, G.P.A., Rahbarnoochi, H. A., "novel pyridine containing self-assembling system: synthesis, characterization, X-ray crystal structure, ^{13}C solid phase NMR and solution studies", J. Mol. Struct. ۶۰۵, (۲۰۰۲) ۱۳۳-۱۴۹.
- [۴] Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., Yanovsky, A., "Crystal structure of 2,6 -diaminopyridinium bis(2,6 -pyridinedicarboxylato)chromium(III) 2,6 -pyridinedicarboxylic acid hemihydrate, $C_{17}H_{14}CrN_7O_7 \cdot 0.5H_2O$, Z. Kristallogr", NCS ۲۱۶, (۲۰۰۱) ۶۲۶-۶۲۸.
- [۵] Ranjbar, M., Taghavipur, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., Jalali, F., Shamsipur, M., "Synthesis, X-ray crystal structure and solution studies of Cu(II) complexes of a Pyridine containing self-assembling system", Polish J. Chem., ۷۶, (۲۰۰۲) ۷۸۵-۷۹۴.
- [۶] Ranjbar, M., Moghimi, A., Aghabozorg, H., Yap, G.P.A., "Crystal structure of zinc(II) complex of a pyridine containing self-assembling system", Anal. Sci., ۱۸, (۲۰۰۲) ۲۱۹-۲۲۰.
- [۷] Moghimi, A., Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Jalali, F., Shamsipur, M., Chadah, R.K., "Synthesis, NMR characterization, X-ray crystal structure and solution studies of Ni(II) complexes of a pyridine containing self-assembling system", J. Chem. Research(S), (۲۰۰۲) ۴۷۷-۴۷۹.
- [۸] Moghimi, A., Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Jalali, F., Shamsipur, M., Chadha, K.K., "Synthesis, characterization, and X-ray crystal structure of Co(II) and La(III) complexes of a pyridine containing self-assembling system and solution studies of the Co(II) complex", Can. J. Chem. ۸۰, (۲۰۰۲) ۱۶۸۷-۱۶۹۶.
- [۹] Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., "Crystal structure of bis(2,6 -diaminopyridinium) diaqua-bis-(2,6 -pyridinedicarboxylato)-bis(2,6 -pyridinedicarboxylato)-dibismuthate(III)tetrahydrate, $(C_{14}H_{17}O_4N_2Bi)_2 \cdot (C_6H_4N_2)_2 \cdot 4H_2O$, Z. Kristallogr", NCS ۲۱۸ (۲۰۰۳) ۴۳۲-۴۳۴.
- [۱۰] Moghimi, A., Shokrillahi, A., Shamsipur, M., Aghabozorg, H., Ranjbar, M., X-ray crystal structure and solution studies of "hexacoordinated mercury(II) complex of a pyridine containing proton transfer compound", J. Mol. Struct. ۷۰۱ (۲۰۰۴) ۴۹-۵۶.
- [۱۱] Ranjbar, M., Moghimi, A., Aghabozorg, H., "Crystal structure of a binuclear seven-coordinate tin(IV) complex", Anal. Sci. ۱۹, (۲۰۰۳) x۷۱-x۷۲.
- [۱۲] Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., Yanovsky, A., "Crystal structure of Bi(III) complex of a pyridine containing self-assembling system", Anal. Sci. ۱۷, (۲۰۰۱) ۱۴۶۹-۱۴۷۰.
- [۱۳] Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., "A seven-coordinate pyridine- 2,6 -dicarboxylate-bridged cadmium(II) complex, at 110 K", Acta Cryst. E ۵۸ (۲۰۰۲) m۳۰۴-m۳۰۶.

[۱۴] Ranjbar, M., Aghabozorg, H., Moghimi, A., "Crystal structure of a binuclear polymeric self-assembled lead(II) complex", Anal. Sci. ۱۹ (۲۰۰۳) ۸۰۳-۸۰۴.