

Phényl-2 Butyrate de Phényl-1 Ethylammonium *p*

PAR MARIE-CLAIRE BRIANSO

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie, associé au CNRS, Université Pierre et Marie Curie, T16,  
4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 27 juin 1979, accepté le 14 octobre 1980)

**Abstract.**  $C_8H_{12}N^+C_{10}H_{11}O_2^-$ ,  $M_r = 285$ , tetragonal,  $P4_1$ ,  $a = b = 16.642$  (4),  $c = 6.408$  (2) Å,  $Z = 4$ ,  $d_c = 1.067$  Mg m<sup>-3</sup>. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement converged at  $R = 0.10$  for all 1563 observed reflexions and at  $R' = 0.056$  for the 459 reflexions greater than twice the associated background. The molecules are linked by hydrogen bonds.

**Introduction.** L'étude du sel *p* de phényl-2 butyrate de phényl-1 éthylammonium ( $\alpha$ -phényl- $\alpha$ -éthyl-acétate d' $\alpha$ -phényl-éthylammonium) décrit dans cet article s'inscrit dans le cadre de l'étude de la séparation des sels diastéréoisomères et est le dernier de cet ensemble (Leclercq & Jacques, 1975; Brianso, 1976, 1978; Brianso, Leclercq & Jacques, 1979).

Les cristaux de ce sel se présentent en fibres fines difficilement utilisables pour l'étude aux rayons X. Seule, une fibre plus épaisse a pu être isolée et a permis la détermination des paramètres et la mesure des intensités; celles-ci ont été effectuées à l'aide d'un diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Cu  $K\alpha_1$  sélectionnée à l'aide d'un monochromateur au graphite et en déduisant un fond continu théorique résultant d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle  $\theta$ . Le balayage a été réalisé sur l'angle  $2\theta$ , jusqu'à l'angle  $\theta_{max} = 60^\circ$ .

La qualité de cristal utilisé est médiocre car sur les 1563 réflexions indépendantes observées, seulement 459 ont une intensité supérieure ou au plus égale à deux fois la valeur du fond continu associé. Aucun autre cristal, de qualité au moins équivalente n'a été rencontré afin d'envisager des mesures de meilleure qualité ou une moyenne de mesures.

Les positions des atomes de carbone, d'oxygène et d'azote ont été déterminées à l'aide du programme MULTAN 77 (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Une série de Fourier différence n'a permis de placer que 11 atomes d'hydrogène sur les 23 attendus. La mauvaise qualité des mesures n'a pas permis une meilleure résolution.

Le facteur  $R$ , obtenu avec les 1563 réflexions observées, est de 0,107 et s'abaisse à 0,056 lorsque l'on

Tableau 1. Paramètres atomiques ( $\times 10^4$ ) et écarts types
$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{eq}$ (Å <sup>2</sup> )
O(1)	5631 (3)	659 (3)	3124 (0)	6,1
O(2)	6282 (3)	868 (4)	6054 (9)	7,6
N	9257 (3)	5131 (3)	1557 (10)	5,9
C(1)	8559 (5)	4550 (4)	1554 (12)	6,2
C(2)	8561 (7)	4082 (6)	-520 (16)	8,6
C(3)	7786 (4)	4958 (4)	2069 (13)	6,5
C(4)	7430 (4)	4816 (5)	3940 (13)	8,0
C(5)	6671 (6)	5272 (7)	4298 (19)	10,9
C(6)	6346 (6)	5764 (7)	2863 (24)	11,5
C(7)	6748 (6)	5876 (6)	1089 (22)	11,6
C(8)	7465 (5)	5488 (5)	588 (17)	9,2
C(9)	6898 (4)	1320 (4)	2881 (12)	6,3
C(10)	6208 (4)	901 (4)	4133 (11)	5,9
C(11)	7291 (6)	1990 (4)	4159 (22)	11,8
C(12)	7869 (7)	2449 (5)	2855 (37)	17,3
C(13)	7472 (3)	654 (4)	2210 (12)	5,6
C(14)	7996 (4)	327 (4)	3709 (15)	7,7
C(15)	8494 (6)	-293 (6)	3063 (19)	11,4
C(16)	8435 (7)	-577 (5)	891 (23)	12,3
C(17)	7923 (7)	-214 (6)	-372 (18)	10,9
C(18)	7462 (5)	369 (4)	196 (13)	7,4

utilise les  $F_{obs}$  tels que la mesure soit supérieure ou égale à deux fois la valeur du fond continu associé.

Les paramètres atomiques sont rapportés dans le Tableau 1.\*

**Discussion.** La Fig. 1 (a) et (b) regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire.

Les noyaux benzéniques ne sont pas très réguliers, les distances et les angles n'étant pas très homogènes; cependant la planéité est bien respectée (Tableau 2). Ces écarts sont certainement dus à la mauvaise qualité des mesures d'intensité.

\* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes et des coordonnées des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35496: 10 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

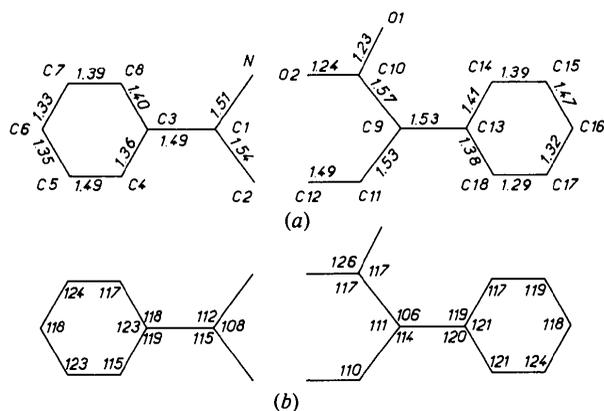


Fig. 1. Distances interatomiques (Å,  $\sigma = 0,02\text{\AA}$ ) et angles de valence ( $^\circ$ ,  $\sigma = 3^\circ$ ).

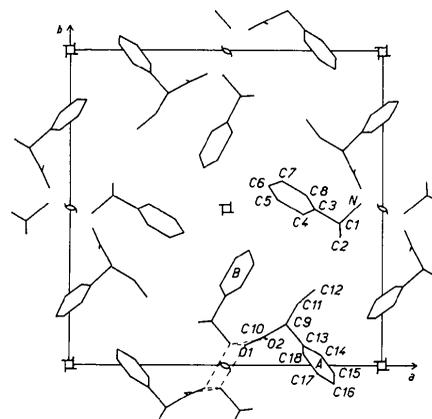


Fig. 2. Projection de la structure sur le plan (001).

Tableau 2. *Ecart aux plans moyens* (Å)

Plan 1: O(1), O(2), C(9), C(10)

( $\sigma = 0,005\text{ \AA}$ )

O(1)  $-0,0014$ ; O(2)  $-0,0039$ ; C(9)  $-0,0037$ ; C(10)  $0,0139$

Plan 2: C(1), C(3), C(4), C(5), C(6), C(7), C(8)

( $\sigma = 0,008\text{ \AA}$ )

C(1)  $-0,0045$ ; C(3)  $0,0075$ ; C(4)  $0,0050$ ; C(5)  $-0,0162$ ;  
C(6)  $0,0144$ ; C(7)  $-0,0076$ ; C(8)  $-0,0007$

Plan 3: C(9), C(13), C(14), C(15), C(16), C(17), C(18)

( $\sigma = 0,007\text{ \AA}$ )

C(9)  $-0,0192$ ; C(13)  $0,0136$ ; C(14)  $0,0088$ ; C(15)  $0,0019$ ;  
C(16)  $-0,0259$ ; C(17)  $-0,0062$ ; C(18)  $0,0162$

Angle entre les plans 2 et 3:  $40,5 (2,5)^\circ$ .

La Fig. 2 représente la projection de la structure sur le plan (001).

La représentation de Newman (Fig. 3) montre que le noyau benzénique éclipe l'atome d'hydrogène du carbone asymétrique de la molécule de base; par contre, dans le cas de la molécule d'acide, leur position relative est intermédiaire entre la position décalée et la position éclipsée.

Les molécules d'acide et de base se placent en hélice autour de l'axe binaire hélicoïdal formant une colonne rigide. Les caractéristiques de cette colonne sont constantes d'un type de sel à l'autre (Brianso, 1976, 1978; Brianso *et al.*, 1979).

Ces caractéristiques sont:

– organisation de la colonne autour d'un axe binaire hélicoïdal,

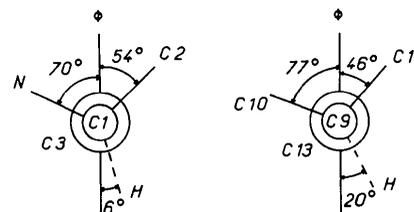


Fig. 3. Représentation de Newman suivant la liaison C\*—C $\phi$  des molécules d'acide et de base. (Angles en degrés,  $\sigma = 5,7^\circ$ .)

– axe de la colonne parallèle à un axe cristallographique de valeur constante (ici  $6,408\text{ \AA}$ ),  
– la colonne est stabilisée par un réseau tridimensionnel de liaison hydrogène entre l'atome d'azote N et les atomes d'oxygène O(1)  $2,721 (7)$ ; O'(1)  $2,739 (6)$ ; et O(2)  $2,722 (7)\text{ \AA}$ .

Nous remarquons que les facteurs d'agitation thermique  $B_{\text{eq}}$  sont très élevés; l'atome C(12) en particulier est très agité; les facteurs d'agitation thermique isotropes des atomes d'hydrogène ont été imposés à la valeur moyenne de 10.

## Références

- BRIANSO, M. C. (1976). *Acta Cryst.* B32, 3040–3045.  
 BRIANSO, M. C. (1978). *Acta Cryst.* B34, 679–680.  
 BRIANSO, M. C., LECLERCQ, M. & JACQUES, J. (1979). *Acta Cryst.* B35, 2751–2753.  
 LECLERCQ, M. & JACQUES, J. (1975). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 2052–2056.  
 MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data.* Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.