

References

- BIGOLI, F., BRAIBANTI, A., PELLINGHELLI, M. A. & TIRIPICCHIO, A. (1973). *Acta Cryst. B* **29**, 2344–2348.
- DEVRIE, J. G. & KELLOG, R. M. (1979). *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 2759–2761.
- EVERSE, J. & KAPLAN, N. O. (1973). *Adv. Enzymol. Relat. Areas Mol. Biol.* **37**, 61–67.
- FRANK, J. K., THAYER, N. N. & PAUL, I. C. (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 5386–5390.
- HERRIOTT, J. R., CAMERMAN, A. & DERANLEAU, D. A. (1974). *J. Am. Chem. Soc.* **96**, 1585–1589.
- KARLE, I. L. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 497–502.
- OHNISHI, Y., KAGAMI, M. & OHNO, A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 4766–4768.
- OHNO, A., IKEGUCHI, M., KIMURI, T. & OKA, S. (1979). *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 7036–7040.
- PENFOLD, B. R. & WHITE, J. C. B. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 130–135.
- WRIGHT, W. B. & KING, G. S. D. (1954). *Acta Cryst.* **7**, 283–288.

Acta Cryst. (1981). B37, 1640–1642

Oxalate de {[Chloro-3 (phénylthio)-6 phénylamino]-3 propyl}diéthylammonium*

PAR P. MARSAU ET M. COTRAIT

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I,
351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

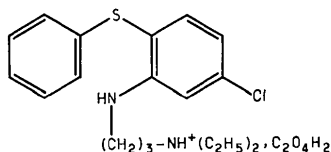
ET J. P. BONTE ET M. DEBAERT

Laboratoire de Pharmacie Chimique, UER de Pharmacie, 3 rue du Professeur Laguesse, 59045 Lille CEDEX,
France

(Reçu le 23 octobre 1980, accepté le 9 mars 1981)

Abstract. $C_{19}H_{26}ClN_2S^+ \cdot C_2HO_4^-$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 8.851$ (3), $b = 23.335$ (8), $c = 11.247$ (4) Å, $\beta = 111.9$ (1)°, $Z = 4$. $R = 0.057$ for 2905 observed reflexions. The angle between the two ring planes is 99.1 (5)°. In spite of a very different crystal packing and chain flexibility, the molecular configuration is very close to that of some related molecules, previously reported.

Introduction. La formule développée du composé étudié est:



Comme tous les homologues étudiés précédemment il a été synthétisé au laboratoire de Pharmacie Chimique, UER de Pharmacie, Lille, France (Professeur M. Debaert). Dans la nomenclature de ces composés il porte la référence CB8. C'est en quelque sorte une phénothiazine dont l'hétérocycle central est ouvert. Alors que le CB7 étudié précédemment (Mar-

sau & Cotrait, 1976a) était l'homologue direct de la chlorpromazine, celui-ci possède une chaîne diéthylammonio qui, dans la série des phénothiazines, conduit à une molécule aux propriétés neuroleptiques très atténuées.

Le cristal de CB8 est une aiguille de $0,3 \times 0,3 \times 0,8$ mm obtenue par évaporation lente d'une solution dans un mélange eau-méthanol. Les paramètres cristallins ont été obtenus par affinement par moindres carrés à partir de 25 réflexions mesurées sur diffractomètre Nonius CAD-4.

La structure a été résolue par la méthode de Patterson, qui a permis en effet, de positionner les atomes de chlore et de soufre. Des cartes de Fourier successives ont permis d'obtenir de proche en proche les positions de tous les atomes de la molécule, à l'exception des atomes d'hydrogène. Un affinement a été réalisé avec des facteurs d'agitation thermique isotropes. A partir des positions atomiques ainsi obtenues les atomes d'hydrogène ont été, soit placés en position théorique, soit obtenus à partir de cartes de Fourier différence (méthyles). Il leur a été attribué le coefficient d'agitation isotrope de l'atome auquel ils étaient liés. L'affinement a été poursuivi avec une agitation thermique isotrope pour les hydrogènes, anisotrope pour les autres atomes. Le facteur résiduel R

* Dérivés de l'Amino-2 Diphénylsulfure. VI.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et écarts-type*L'écart-type moyen sur les B équivalents est 0,4 Å².

$$B_{\text{éq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	B _{éq} (Å ²)
C(1)	0,0006 (5)	-0,0031 (2)	0,2440 (4)	3,4
Cl(21)	-0,1361 (2)	-0,0766 (1)	0,3565 (2)	8,9
C(2)	-0,0044 (5)	-0,0590 (2)	0,2794 (5)	4,4
C(3)	0,0862 (6)	-0,1028 (2)	0,2551 (5)	4,9
C(4)	0,1927 (5)	-0,0869 (2)	0,1968 (5)	4,2
S(5)	0,3413 (2)	-0,0146 (1)	0,0851 (1)	4,2
C(6)	0,5387 (6)	0,0171 (2)	0,3319 (4)	4,3
C(7)	0,6546 (6)	0,0514 (2)	0,4188 (5)	4,9
C(8)	0,7164 (6)	0,0983 (2)	0,3782 (6)	4,2
C(9)	0,6636 (7)	0,1114 (2)	0,2510 (6)	5,5
N(10)	0,1134 (4)	0,0668 (2)	0,1394 (3)	3,9
C(11)	0,1034 (5)	0,0123 (2)	0,1797 (4)	2,8
C(12)	0,2048 (5)	-0,0317 (2)	0,1621 (4)	2,9
C(13)	0,4854 (5)	0,0297 (2)	0,2025 (4)	4,2
C(14)	0,5475 (6)	0,0771 (2)	0,1623 (5)	7,2
C(15)	0,0091 (5)	0,1137 (2)	0,1438 (4)	3,8
C(16)	0,0758 (5)	0,1489 (2)	0,2682 (4)	3,1
C(17)	0,2371 (5)	0,1756 (2)	0,2805 (4)	2,3
N(18)	0,3044 (4)	0,2183 (1)	0,3881 (3)	2,8
C(19)	0,2061 (5)	0,2726 (2)	0,3607 (4)	4,3
C(29)	0,3006 (6)	0,3224 (2)	0,4366 (5)	4,6
C(20)	0,3230 (5)	0,1948 (2)	0,5178 (4)	3,7
C(30)	0,4232 (6)	0,1414 (2)	0,5516 (5)	6,3
O(22)	0,6747 (3)	0,2491 (1)	0,5526 (2)	4,6
O(23)	0,9225 (3)	0,2409 (2)	0,5486 (3)	5,6
C(24)	0,7780 (4)	0,2469 (2)	0,4962 (3)	2,8
C(25)	0,6963 (4)	0,2519 (2)	0,3476 (3)	2,7
O(26)	0,5467 (3)	0,2485 (1)	0,2996 (2)	4,2
O(27)	0,7930 (3)	0,2584 (1)	0,2912 (2)	3,3

final est égal à 0,057 pour 2905 réflexions observées.*
Le Tableau 1 fournit l'ensemble des paramètres atomiques.

Discussion. Les distances et les angles de valence sont représentés sur la Fig. 1. L'écart-type est en moyenne de 0,008 Å (0,005 Å pour les distances S—C, C—Cl et C—O) et 0,3° pour les angles. Ils sont généralement en accord avec ceux de composés analogues et notamment d'autres dérivés de l'amino-2 diphenylsulfure (Marsau & Cotrait, 1976*b*; Marsau 1977, 1978). La Fig. 2 donne la configuration moléculaire ainsi que les angles de torsion. Il est remarquable de constater la similitude de cette conformation avec celle de CB7 bien que l'environnement cristallin (C2/c, maléate pour CB7; P2₁/c, oxalate pour CB8) soit différent.

L'angle des plans des cycles A et B (Fig. 1) est de 99,1 (5)°. L'atome de soufre est significativement hors

* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées des atomes d'hydrogène et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36047: 25 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.

du plan du cycle B [0,058 (2) Å] alors qu'il se trouve, ainsi que l'azote N(10), dans le plan du cycle A.

La cohésion cristalline s'organise autour de l'ion oxalate C₂HO₄⁻ situé pratiquement dans le plan de

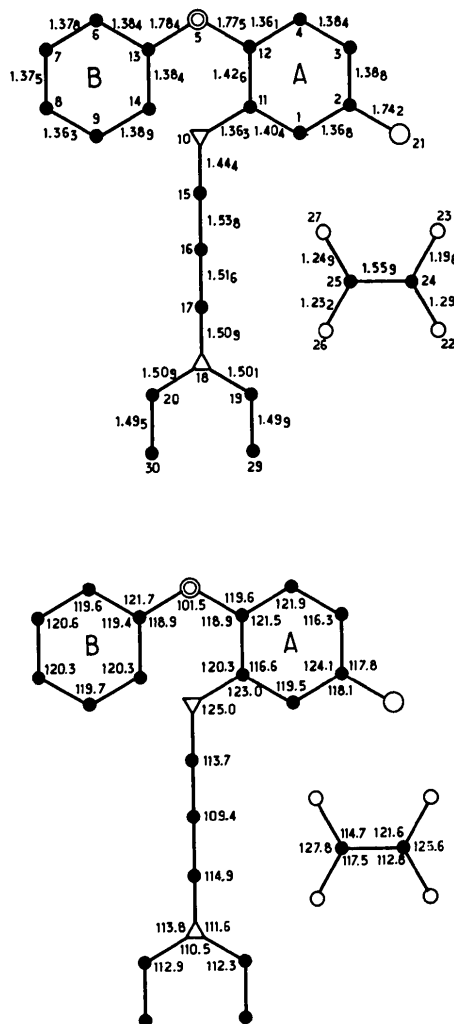


Fig. 1. Distances (Å) et angles (°) interatomiques.

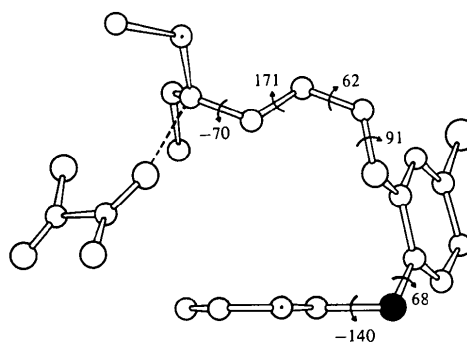


Fig. 2. Configuration de la molécule (angles en degrés).

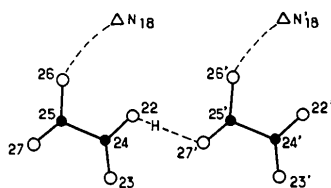
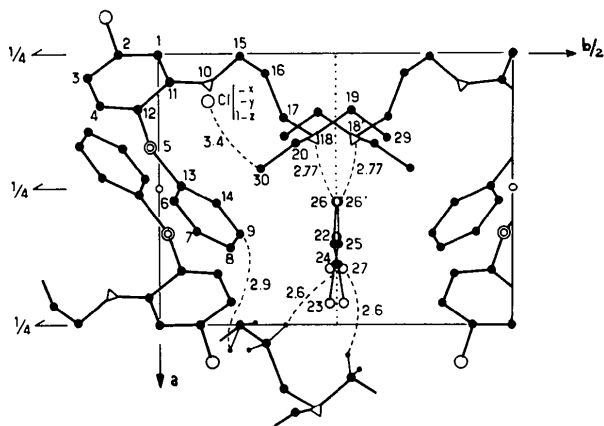


Fig. 3. Cohésion cristalline autour de l'ion oxalate.

Fig. 4. Projection de la structure suivant c (distances en Å).

glissement c . On notera la liaison C(24)–C(25), 1,559 Å, significativement longue pour une liaison C–C mais comparable à des résultats déjà publiés (Haas, 1964; Hodgson & Ibers, 1969; Dusauso, Protas, Mutin & Wattle, 1970; Marsau, 1977, 1978). Les liaisons C(24)–O(23) (1,20 Å) et C(24)–O(22) (1,30 Å) sont celles d'un groupement COOH, l'atome O(22) étant lié par liaison hydrogène à l'oxygène O(27)

de l'ion voisin $(x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z)$: O(22)···O(27), 2,498 (5) Å (Fig. 3). Les liaisons C(25)–O(26) (1,23 Å) et C(25)–O(27) (1,25 Å) correspondent au groupement COO⁻ doublement lié; en effet l'anion oxalate est spécifiquement lié à l'ammonium quaternaire N⁺(18): la distance N⁺(18)···O⁻(26) est égale à 2,77 Å, plus longue que celle rencontrée dans des composés analogues précédemment étudiés comportant un groupe diméthylammonium (moyenne 2,67 Å). Ici l'encombrement du groupe diéthyle gêne l'approche du site N⁺.

La Fig. 4 fournit la projection de la structure le long de l'axe Oz . Pour des questions de clarté seuls ont été reportés les atomes d'hydrogène intervenant dans la cohésion cristalline. Outre quelques contacts faisant intervenir des forces de dispersion – notamment entre méthyle terminal C(30) et atome de chlore d'une molécule voisine [3,43 (1) Å] – la cohésion est assurée par les ions oxalate liés entre eux d'une part, et chacun d'eux spécifiquement à un cation CB8.

Références

- DUSAUSOY, Y., PROTAS, J., MUTIN, J. C. & WATELLE G. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1567–1574.
 HAAS, D. J. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1511–1516.
 HODGSON, D. L. & IBERS, J. A. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 469–477.
 MARSAU, P. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 2897–2899.
 MARSAU, P. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2370–2372.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976a). *Acta Cryst.* **B32**, 3135–3137.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976b). *Acta Cryst.* **B32**, 3138–3140.

International Union of Crystallography

Acta Cryst. (1981). **B37**, 1642

Delays in Publication

The median publication time for full articles in *Acta Crystallographica* and *Journal of Applied Crystallography*, based on the elapsed time between final acceptance of manuscripts and their nominal date of publication, has been close to five months in *Acta Crystallographica*, Section A, and *Journal of Applied Crystallography*, and four months in Section B in recent years. Short communications and short structural papers have experienced slightly shorter median publication times. It is deeply regretted that publication times

will increase later this year to about eight months on average as a consequence of the reduced number of pages that can be published in 1981 without incurring an unsustainable loss, as large and unfavourable movements in international exchange rates have resulted in a substantial deficit in the publication of Volume 36 and have already nullified the effect of the increase in subscription rates for Volume 37. Various alternative procedures for the production of the journals are being investigated with the aim of reducing costs and reducing the effect of variations in exchange rates, and every effort will be made to return to normal publication schedules with least delay.