

view of the packing of the molecules in the cell. Fig. 3 shows the hydrogen-bond-like interaction  $C(10)-H(10a)\cdots O(m)(\frac{1}{2}-x, \frac{1}{4}+y, \frac{1}{4}-z)$ .

**Related literature.** Alkaloids of the Amaryllidaceae plant family are currently being studied for their pharmacological properties. Members of the genus *Narcissus* L. are very widely distributed in the Iberian Peninsula. The title compound is an alkaloid isolated from *Narcissus eugeniae* (Bastida, Viladomat, Llabrés, Falco, Codina & Rubiralta, 1989). This plant was found to contain four alkaloids: galanthamine, homolycorine as the major alkaloid, lycorenine, and a new alkaloid, for which the name eugenie was proposed (Bastida *et al.*, 1989).

*Acta Cryst.* (1989). **C45**, 2022–2023

## Trimethyl(phenyl)ammonium-chlorid

VON VOLKER KRUG UND ULRICH MÜLLER

Fachbereich Chemie der Universität Marburg, Hans-Meerwein-Strasse, D-3550 Marburg, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 21. Juni 1989; angenommen am 24. Juli 1989)

**Abstract.**  $[N(CH_3)_3(C_6H_5)]Cl$ ,  $M_r = 171.67$ , orthorhombic,  $P2_12_12_1$ ,  $a = 13.307(2)$ ,  $b = 10.635(2)$ ,  $c = 6.742(1)$  Å,  $V = 954.1$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.20$  g cm<sup>-3</sup>,  $Mo K\alpha$ ,  $\lambda = 0.7107$  Å,  $\mu = 2.95$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 368$ ,  $T = 294$  K.  $R = 0.035$  for 735 unique observed reflections. The cations have N—C bond lengths of 1.50 to 1.52 Å. The Cl<sup>-</sup> ion is nested in the three methyl groups of a neighboring cation and has Cl $\cdots$ H contacts to three phenyl H atoms of three other cations.

**Experimentelles.** Handelsübliches  $[N(CH_3)_3(C_6H_5)]Cl$  wurde in  $CH_2Cl_2$  gelöst und durch Zusatz von  $CCl_4$

zur Kristallisation gebracht. Kristallgröße  $0,14 \times 0,15 \times 0,27$  mm. Vierkreisdiffraktometer Enraf-Nonius CAD-4. Gitterparameterbestimmung mit 12 Reflexen,  $15 < \theta < 23^\circ$ .  $\omega$ -scan,  $\Delta\omega = 0,80^\circ + 0,35^\circ \tan\theta$ , Meßgeschwindigkeit jeweils auf 2% statistischen Zählfehler abgestimmt, Meßbereich  $\theta < 24^\circ$ , 0

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å), Cl $\cdots$ H-Kontakt-abstände unter 3,1 Å und Bindungswinkel (°)

Bezeichnung symmetrieäquivalenter Positionen: (i)  $0,5-x, 1-y, -0,5+z$ ; (ii)  $1-x, -0,5+y, 1,5-z$ ; (iii)  $0,5+x, 1,5-y, 1-z$ . Phenyl-H-Atome haben die gleichen Nummern wie die zugehörigen C-Atome; bei Methyl-H-Atomen bezeichnet die erste Ziffer die Nummer des C-Atoms.

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter  $U_{\bar{a}\bar{q}}$  (Å<sup>2</sup>) für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor

$$U_{\bar{a}\bar{q}} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}).$$

	x	y	z	$U_{\bar{a}\bar{q}}$
Cl	0,45615 (8)	0,4708 (1)	0,0869 (2)	0,0509 (7)
N	0,3692 (3)	0,6635 (3)	0,5972 (6)	0,050 (3)
C(1)	0,3246 (3)	0,7459 (4)	0,7547 (6)	0,035 (2)
C(2)	0,2204 (4)	0,7528 (5)	0,7670 (7)	0,047 (3)
C(3)	0,1774 (4)	0,8347 (5)	0,9026 (9)	0,055 (3)
C(4)	0,2365 (4)	0,9076 (5)	1,0239 (7)	0,057 (3)
C(5)	0,3396 (4)	0,8983 (4)	1,0139 (7)	0,053 (3)
C(6)	0,3842 (3)	0,8178 (5)	0,8782 (8)	0,048 (3)
C(7)	0,3289 (3)	0,5303 (4)	0,6141 (8)	0,051 (3)
C(8)	0,4815 (3)	0,6543 (5)	0,6070 (9)	0,056 (4)
C(9)	0,3415 (4)	0,7180 (5)	0,3966 (8)	0,057 (4)

N—C(1)	1,499 (5)	C(1)—N—C(7)	110,6 (4)
N—C(7)	1,519 (5)	C(1)—N—C(8)	113,7 (4)
N—C(8)	1,499 (5)	C(1)—N—C(9)	108,2 (3)
N—C(9)	1,516 (6)	C(7)—N—C(8)	106,7 (3)
C(1)—C(2)	1,391 (6)	C(7)—N—C(9)	109,8 (4)
C(2)—C(3)	1,386 (7)	C(8)—N—C(9)	107,8 (4)
C(3)—C(4)	1,374 (7)	N—C(1)—C(2)	117,9 (4)
C(4)—C(5)	1,377 (7)	N—C(1)—C(6)	121,6 (4)
C(5)—C(6)	1,386 (7)	C(6)—C(1)—C(2)	120,5 (4)
C(6)—C(1)	1,381 (6)	C(1)—C(2)—C(3)	118,9 (5)
Cl $\cdots$ H(2')	2,52	C(2)—C(3)—C(4)	120,7 (5)
Cl $\cdots$ H(3 <sup>H</sup> )	2,98	C(3)—C(4)—C(5)	120,0 (5)
Cl $\cdots$ H(4 <sup>H</sup> )	2,78	C(4)—C(5)—C(6)	120,2 (5)
Cl $\cdots$ H(73)	3,05	C(5)—C(6)—C(1)	119,6 (4)
Cl $\cdots$ H(82)	3,06		
Cl $\cdots$ H(91)	2,66		

## References

- BASTIDA, J., VILADOMAT, F., LLABRÉS, J. M., FALCO, P., CODINA, C. & RUBIRALTA, M. (1989). *J. Nat. Prod.* In the press.
- CLARDY, J., CHAN, J. A. & WILDMAN, W. C. (1972). *J. Org. Chem.* **37**, 49–51.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data.* Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO.* Program for plotting molecular and crystal structures. Univ of Cambridge, England.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76.* Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

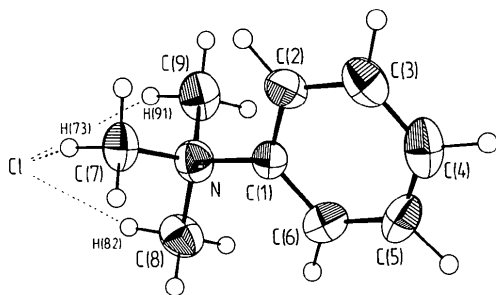


Fig. 1. Das  $[N(CH_3)_3(C_6H_5)]^+$ -Ion mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit, ausgenommen für die H-Atome).

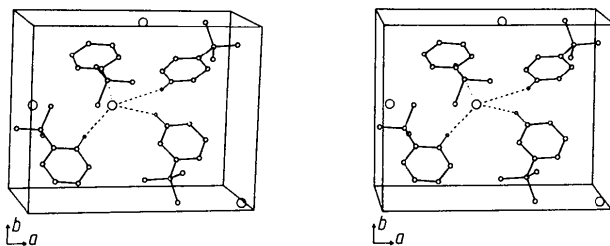


Fig. 2. Stereoskopische Ansicht der Elementarzelle. Punktirt: Verbindungslinie N...Cl um anzuzeigen, wie das  $Cl^-$ -Ion in die drei Methylgruppen eingestiegt ist. Gestrichelt: die drei kürzesten Cl...H-Kontakte mit Phenyl-H-Atomen.

$\leq h \leq 15$ ,  $0 \leq k \leq 12$ ,  $0 \leq l \leq 7$ . Kontrollreflexe 401 und 130 zeigten Intensitätsschwankungen  $< 3,3\%$ . 896 unabhängige Reflexe gemessen, davon 161 mit  $F < 5\sigma(F)$ . Wegen nur geringer Absorptionseffekte keine Absorptionskorrektur. Strukturaufklärung

durch 'direkte Methode', Verfeinerung durch Minimieren von  $\sum(|F_o| - |F_c|)^2$ , Einheitsgewichte,  $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,1$ . Methylgruppen als starre Einheiten behandelt, alle C—H-Abstände auf 1,08 Å festgehalten. Restelextronendichte  $|\Delta\rho| < 0,17 e \text{ \AA}^{-3}$ . Keine Extinktionskorrektur. Atomformfaktoren: Cromer & Mann (1968).  $f'$ ,  $f''$ : Cromer & Liberman (1970). Rechenprogramme: Müller (1971), Sheldrick (1976), Johnson (1965).  $R = 0,035$  für 735 Reflexe  $F > 5\sigma(F)$ ,  $R = 0,050$  für alle Reflexe. Die Atomparameter sind in Tabelle 1,\* interatomare Abstände und Winkel in Tabelle 2 aufgeführt. Fig. 1 zeigt das  $[N(CH_3)_3(C_6H_5)]^+$ -Ion, Fig. 2 zeigt die Kristallpackung.

\* Die H-Atomkoordinaten, die Parameter für den anisotropen Temperaturfaktor und die Liste der beobachteten und berechneten Strukturformfaktoren sind bei der British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52138: 7 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

#### Literatur

- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1897.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VSta.  
 MÜLLER, U. (1971). *CADLP*. Programm zur Auswertung und *Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten*. Univ. Marburg, Bundesrepublik Deutschland.  
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programm für die Strukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.

*Acta Cryst.* (1989). **C45**, 2023–2025

## Structure of *p*-Bis(phenylthio)benzene: a Redetermination

BY K. HASEBE AND T. ASAHI

*Department of Physics, Faculty of Liberal Arts, Yamaguchi University, Yamaguchi 753, Japan*

A. ISHIZAWA

*Faculty of Liberal Arts, Yamaguchi Women's University, Yamaguchi 753, Japan*

AND K. IZUMI

*Department of Physics, Faculty of Science, Kyoto University, Kyoto 606, Japan*

(Received 17 April 1989; accepted 18 July 1989)

**Abstract.**  $C_{18}H_{14}S_2$ ,  $M_r = 294.4$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 5.824(1)$ ,  $b = 17.771(3)$ ,  $c = 7.592(1)$  Å,  $\beta = 110.07(1)^\circ$ ,  $V = 738.0(2)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.325$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$  Å,  $\mu =$

$3.39$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 308$ ,  $T = 296$  K, final  $R = 0.049$  for 2257 unique reflections to  $(\sin \theta)/\lambda = 0.857$  Å<sup>-1</sup> and with  $F > 3\sigma(F)$ . This is a new study of a known structure [Andreotti, Garbarczyk & Krolkowska

0108-2701/89/122023-03\$03.00

© 1989 International Union of Crystallography