

This work was supported by the Deutsche Forschungsgemeinschaft and the Fonds der Chemischen Industrie.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71389 (8 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: SE1024]

References

- Bartlett, R. A., Ellison, J. J., Power, P. P. & Shoner, S. C. (1991). *Inorg. Chem.* **30**, 2888–2894.
- Bradley, D. C., Mehrota, R. C. & Gaur, D. P. (1978). *Metal Alkoxides*. New York: Academic Press.
- Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.
- Sheldrick, G. M. (1991). *SHELXTL-Plus*. Release 4.2. Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Sheldrick, G. M. (1992). *SHELXL-92. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. of Göttingen, Germany.
- Stoe & Cie (1988a). *DIF4. Diffractometer Control Program*. Version 6.2. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.
- Stoe & Cie (1988b). *REDU4. Data Reduction Program*. Version 6.2. Stoe & Cie, Darmstadt, Germany.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2143–2145

Etude de la Phénylhydrazone du 3-Benzoyl-1-méthylindole

L. TOUPET*

Groupe Matière Condensée et Matériaux,
URA au CNRS 040804, Université de Rennes I,
Campus de Beaulieu, 35042 Rennes CEDEX, France

M. SOUFIAOUI

Laboratoire des Cycloadditions,
Université Mohammed V, Avenue Ibn Batouta,
Rabat, Maroc

R. CARRIE

Groupe de Physicochimie Structurale,
UA au CNRS 040704, Université de Rennes I,
Campus de Beaulieu, 35042 Rennes, CEDEX, France

(Reçu le 23 octobre 1992, accepté le 21 mai 1993)

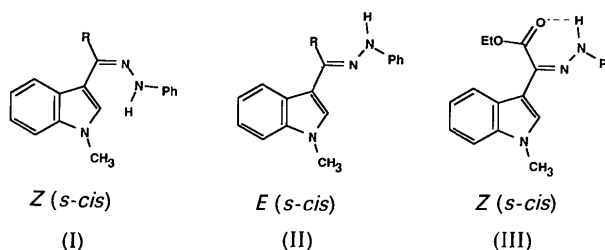
Abstract

The *Z(s-cis)* isomer of 3-benzoyl-1-methylindole phenylhydrazone derived from a 3-aryoyl-1-methylindole, was isolated. The structure consists of two molecules with similar conformations in the asym-

metric unit. The dihedral angle ($\approx 55^\circ$) between the methyl indole substituent and the hydrazone moiety leads to a break in the delocalization.

Commentaire

Nous avons proposé dans un travail antérieur (Soufiaoui, Laude & Arriau, 1977) que les arylhydrazones des 3-aryoyl-1-méthylindoles existent en solution, d'après les observations spectroscopiques, sous deux configurations *E* et *Z* difficilement séparables par chromatographie ou par recristallisation fractionnée. Ayant isolé un monocristal d'une seule forme ($R = \text{Ph}$), nous avons soumis ce dernier à une étude en diffraction X. Cette forme correspond à la configuration *Z* (R en *trans* de NHPH) (I) prédominante en solution. En substituant R par un groupement éthoxycarbonyl, c'est la forme *Z* (CO_2Et en *cis* de NHPH) (III) qui prédomine en raison de la liaison hydrogène (Ruccia, Vivona, Piozzi & Aversa, 1969) et qui correspond à *E* pour $R = \text{Ph}$.



La Fig. 1 montre une vue *ORTEP* (Johnson, 1965) numérotée des deux molécules qui constituent le motif élémentaire. Au vu de ces résultats on peut remarquer une bonne homogénéité dans la géométrie globale des deux molécules constituant le motif. Cependant ces molécules ne sont pas planes à l'état solide: comme le montre la Fig. 2, le fragment phénylhydrazone de chaque molécule est plan mais forme un angle important avec la partie méthylindole [respectivement $124,5(3)$ et $125,3(3)^\circ$] du fait d'effets stériques déterminants dans la rupture de conjugaison. Ces molécules diffèrent légèrement par leur

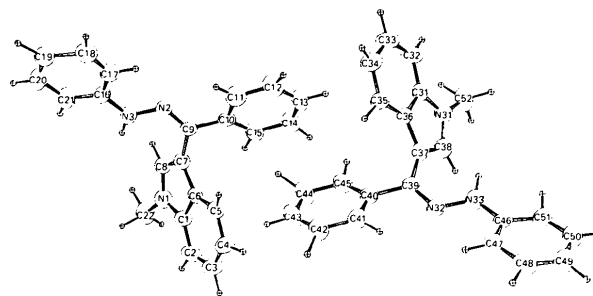


Fig. 1. Vue *ORTEP* (Johnson, 1965) du composé (2).

conformation: l'angle de torsion autour de la liaison C7—C9 (respectivement C37—C39) est de 54,6 dans la première molécule et de 63,6° dans la seconde. Les deux groupements phénylhydrazones, quant à eux, sont parfaitement superposables du fait de leur structure conjuguée.

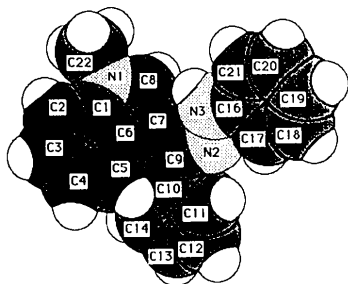


Fig. 2. Vue tridimensionnelle de composé (2).

Partie expérimentale

Données cristallines

$C_{22}H_{19}N_3$

$M_r = 325,4$

Orthorhombique

$Pca2_1$

$a = 17,770 (6) \text{ \AA}$

$b = 5,379 (9) \text{ \AA}$

$c = 36,001 (6) \text{ \AA}$

$V = 3441 (1) \text{ \AA}^3$

$Z = 8$

$D_x = 1,256 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation

$\lambda = 0,70926 \text{ \AA}$

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

$\theta = 9 - 12^\circ$

$\mu = 0,070 \text{ mm}^{-1}$

$T = 294 \text{ K}$

Prisme

$0,25 \times 0,20 \times 0,12 \text{ mm}$

Blanc

Source du cristal: cristallisation éthanol

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4

Balayage $\omega/2\theta$, $t_{\max} = 60 \text{ s}$

Pas de correction d'absorption

3559 réflexions mesurées

1730 réflexions indépendantes

1730 réflexions observées

$[I > 3\sigma(I)]$

$R_{\text{int}} = 0,024$

$\theta_{\max} = 25^\circ$

$h = 0 \rightarrow 6$

$k = 0 \rightarrow 21$

$l = 0 \rightarrow 21$

3 réflexions de référence

fréquence: 60 min

variation d'intensité: 0,3%

Affinement

Affinement basé sur les F

$R = 0,038$

$wR = 0,039$

$S = 2,3$

1730 réflexions

451 paramètres

Les paramètres des atomes

d'hydrogène en position

théorique

$w = 1/[\sigma^2(I) + (0,04F_o^2)^2]^{-1/2}$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,3$

$\Delta\rho_{\max} = 0,12 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = 0,05 \text{ e \AA}^{-3}$

Facteurs de diffusion de

International Tables for

X-ray Crystallography

(1974, Tome IV)

L'ensemble des calculs ont été effectués à l'aide d'un ordinateur Digital PDP 11/60 et de l'ensemble de programmes SDP (Frenz, 1985).

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (\AA^2)

$$B_{\text{eq}} = (4/3)\sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
N1	0,5367 (2)	-0,2424 (6)	-0,090	3,79 (8)
N2	0,7298 (2)	0,2849 (7)	-0,07524 (9)	3,90 (8)
N3	0,7166 (2)	0,2687 (7)	-0,1126 (1)	4,35 (9)
C1	0,4931 (2)	-0,0958 (8)	-0,0671 (1)	3,45 (9)
C2	0,4159 (2)	-0,0996 (9)	-0,0600 (1)	4,3 (1)
C3	0,3886 (2)	0,074 (1)	-0,0355 (1)	4,6 (1)
C4	0,4354 (2)	0,2531 (9)	-0,0197 (1)	4,5 (1)
C5	0,5112 (2)	0,2614 (8)	-0,0267 (1)	3,7 (1)
C6	0,5416 (2)	0,0815 (8)	-0,0505 (1)	3,18 (9)
C7	0,6164 (2)	0,0323 (8)	-0,0640 (1)	3,18 (9)
C8	0,6097 (2)	-0,1683 (8)	-0,0880 (1)	3,5 (1)
C9	0,6836 (2)	0,1733 (8)	-0,0531 (1)	3,4 (1)
C10	0,7005 (2)	0,2012 (8)	-0,0132 (1)	3,22 (9)
C11	0,7453 (3)	0,394 (1)	-0,0004 (1)	4,9 (1)
C12	0,7629 (3)	0,414 (1)	0,0368 (1)	5,5 (1)
C13	0,7347 (3)	0,247 (1)	0,0618 (1)	5,1 (1)
C14	0,6904 (3)	0,054 (1)	0,0501 (1)	5,1 (1)
C15	0,6731 (3)	0,037 (1)	0,0125 (1)	4,5 (1)
C16	0,7589 (2)	0,4225 (8)	-0,1360 (1)	3,3 (1)
C17	0,8001 (2)	0,619 (1)	-0,1224 (1)	4,3 (1)
C18	0,8385 (3)	0,7735 (9)	-0,1470 (1)	5,0 (1)
C19	0,8359 (3)	0,7370 (9)	-0,1845 (1)	5,0 (1)
C20	0,7944 (3)	0,537 (1)	-0,1973 (1)	5,2 (1)
C21	0,7559 (3)	0,3790 (9)	-0,1740 (1)	4,4 (1)
C22	0,5063 (3)	-0,4372 (9)	-0,1137 (1)	4,9 (1)
N31	0,6953 (2)	0,2460 (7)	0,20453 (9)	3,81 (8)
N32	0,5020 (2)	0,7706 (7)	0,19136 (9)	4,14 (9)
N33	0,5144 (2)	0,7418 (8)	0,2285 (1)	4,60 (9)
C31	0,7377 (2)	0,4006 (8)	0,1819 (1)	3,11 (9)
C32	0,8150 (2)	0,3997 (9)	0,1753 (1)	4,4 (1)
C33	0,8424 (2)	0,5791 (9)	0,1517 (1)	4,5 (1)
C34	0,7960 (3)	0,7581 (9)	0,1357 (1)	4,5 (1)
C35	0,7183 (2)	0,7556 (8)	0,1421 (1)	3,6 (1)
C36	0,6892 (2)	0,5710 (8)	0,1655 (1)	3,03 (9)
C37	0,6147 (2)	0,5206 (8)	0,1789 (1)	3,5 (1)
C38	0,6213 (2)	0,3214 (8)	0,2024 (1)	4,0 (1)
C39	0,5470 (2)	0,6633 (8)	0,1681 (1)	3,27 (9)
C40	0,5295 (2)	0,6982 (8)	0,1282 (1)	3,5 (1)
C41	0,4850 (3)	0,897 (1)	0,1166 (1)	4,9 (1)
C42	0,4668 (3)	0,928 (1)	0,0794 (1)	5,3 (1)
C43	0,4945 (3)	0,754 (1)	0,0540 (1)	5,4 (1)
C44	0,5393 (3)	0,561 (1)	0,0650 (1)	5,5 (1)
C45	0,5562 (2)	0,5296 (9)	0,1025 (1)	4,3 (1)
C46	0,4727 (2)	0,8847 (9)	0,2532 (1)	3,7 (1)
C47	0,4302 (2)	1,0875 (9)	0,2419 (1)	4,2 (1)
C48	0,3903 (3)	1,2283 (9)	0,2673 (1)	4,9 (1)
C49	0,3939 (3)	1,167 (1)	0,3048 (1)	5,2 (1)
C50	0,4369 (3)	0,966 (1)	0,3155 (1)	5,2 (1)
C51	0,4752 (2)	0,8256 (9)	0,2907 (1)	4,3 (1)
C52	0,7258 (3)	0,0460 (9)	0,2269 (1)	5,0 (1)

Tableau 2. Longeurs (\AA) et angles des liaisons ($^\circ$)

N1—C1	1,375 (5)	N31—C31	1,387 (5)
N1—C8	1,359 (5)	N31—C38	1,379 (5)
N1—C22	1,459 (5)	N31—C52	1,450 (5)
N2—N3	1,368 (4)	N32—N33	1,365 (4)
N2—C9	1,292 (4)	N32—C39	1,294 (5)
N3—C16	1,400 (5)	N33—C46	1,389 (5)
C1—C2	1,396 (5)	C31—C32	1,393 (5)
C1—C6	1,417 (5)	C31—C36	1,389 (5)
C2—C3	1,372 (6)	C32—C33	1,375 (6)
C3—C4	1,395 (6)	C33—C34	1,393 (6)
C4—C5	1,371 (5)	C34—C35	1,398 (5)

C5—C6	1,400 (5)	C35—C36	1,403 (5)	Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). <i>MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data</i> . Univs. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
C6—C7	1,439 (5)	C36—C37	1,434 (5)	Ruccia, M., Vivona, N., Piozzi, F. & Aversa, M. C. (1969). <i>Gazz. Chim. Ital.</i> 99 , 588–599.
C7—C8	1,388 (5)	C37—C38	1,372 (5)	Soufiaoui, M., Laude, B. & Arriau, J. (1977). <i>J. Heterocycl. Chem.</i> 14 , 1183–1192.
C7—C9	1,468 (5)	C39—C40	1,480 (5)	
C9—C10	1,476 (5)	C40—C41	1,397 (6)	
C10—C11	1,386 (6)	C40—C45	1,381 (5)	
C10—C15	1,368 (5)	C41—C42	1,388 (5)	
C11—C12	1,379 (6)	C42—C43	1,399 (6)	
C12—C13	1,368 (6)	C43—C44	1,366 (6)	
C13—C14	1,369 (6)	C44—C45	1,394 (6)	
C14—C15	1,390 (6)	C46—C47	1,388 (6)	
C16—C17	1,374 (6)	C46—C51	1,387 (6)	
C16—C21	1,388 (5)	C47—C48	1,385 (6)	
C17—C18	1,394 (6)	C48—C49	1,390 (6)	
C18—C19	1,367 (6)	C49—C50	1,377 (6)	
C19—C20	1,381 (6)	C50—C51	1,354 (6)	
C20—C21	1,378 (6)			
C1—N1—C8	110,0 (3)	C31—C32—C33	116,9 (4)	<i>Acta Cryst.</i> (1993). C49 , 2145–2147
C1—N1—C22	123,6 (3)	C32—C33—C34	122,0 (4)	
C8—N1—C22	126,3 (3)	C33—C34—C35	120,7 (4)	
N3—N2—C9	117,8 (3)	C34—C35—C36	118,0 (4)	Structure of 1-Ethyl-3-(heptamethyltri-siloxan-3-yl)pyrroline Hydrochloride, C₁₃H₃₂NO₂Si₃⁺Cl⁻
N2—N3—C16	117,6 (3)	C31—C36—C35	119,6 (3)	
N1—C1—C2	130,8 (4)	C31—C36—C37	107,8 (3)	MATTHIAS RAMM
N1—C1—C6	107,1 (3)	C35—C36—C37	132,5 (4)	<i>Zentrum für Selektive Organische Synthese, Rudower Chaussee 5, 12489 Berlin, Germany</i>
C2—C1—C6	122,0 (4)	C36—C37—C38	106,0 (4)	
C1—C2—C3	117,1 (4)	C36—C37—C39	124,4 (4)	
C2—C3—C4	121,4 (4)	C38—C37—C39	129,5 (4)	
C3—C4—C5	122,3 (4)	N31—C38—C37	110,2 (4)	
C4—C5—C6	118,0 (4)	N32—C39—C37	124,4 (4)	
C1—C6—C5	119,2 (3)	N32—C39—C40	116,1 (3)	
C1—C6—C7	107,1 (4)	C37—C39—C40	119,4 (3)	
C5—C6—C7	133,6 (4)	C39—C40—C41	120,6 (4)	
C6—C7—C8	106,0 (3)	C39—C40—C45	119,7 (4)	
C6—C7—C9	124,4 (4)	C41—C40—C45	119,7 (3)	
C8—C7—C9	129,6 (4)	C40—C41—C42	121,0 (4)	
N1—C8—C7	109,8 (3)	C41—C42—C43	118,0 (4)	
N2—C9—C7	126,4 (4)	C42—C43—C44	121,6 (4)	
N2—C9—C10	115,0 (4)	C43—C44—C45	119,9 (5)	
C7—C9—C10	118,6 (4)	C40—C45—C44	119,8 (4)	
C9—C10—C11	121,1 (4)	N3—C16—C17	121,6 (4)	
C9—C10—C15	121,4 (4)	N3—C16—C21	118,2 (4)	
C11—C10—C15	117,5 (4)	C17—C16—C21	120,1 (4)	
C10—C11—C12	120,9 (5)	C16—C17—C18	119,6 (4)	
C11—C12—C13	120,2 (5)	C17—C18—C19	121,6 (5)	
C12—C13—C14	120,3 (4)	C18—C19—C20	117,4 (4)	
C13—C14—C15	118,6 (5)	C19—C20—C21	122,9 (5)	
C10—C15—C14	122,4 (4)	C16—C21—C20	118,5 (4)	
C31—N31—C38	108,1 (3)	N33—C46—C47	122,5 (4)	
C31—N31—C52	124,7 (4)	N33—C46—C51	118,6 (4)	
C38—N31—C52	127,3 (4)	C47—C46—C51	118,9 (4)	
N33—N32—C39	118,9 (3)	C46—C47—C48	120,9 (4)	
N32—N33—C46	118,5 (3)	C47—C48—C49	119,3 (4)	
N31—C31—C32	129,3 (4)	C48—C49—C50	118,9 (4)	
N31—C31—C36	107,9 (3)	C49—C50—C51	122,1 (5)	
C32—C31—C36	122,8 (4)	C46—C51—C50	119,9 (4)	

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène, ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71352: 15 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: PA1035]

Références

- Frenz, B. A. (1985). *Enraf-Nonius SDP-Plus Structure Determination Package; SDP Users Guide*. Version 3.0. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.

Abstract

The structure consists of double layers with a head-to-head arrangement of the polar parts of the molecules. The chloride ions interact with the polar parts within the same and neighbouring layers. The polar regions are held together by electrostatic interactions and the nonpolar regions by weak van der Waals forces.

Comment

The question about the nature of structures formed by surfactants in absorption layers has been discussed in an increasing number of publications in the last few years (Charvolin, 1990; Heusch, 1991; Egorov, Zaitsev, Klyamkin, Ksenofontova & Zubov, 1990). A possible conclusion is that there is a relationship between the three-dimensional arrangement of the surfactant molecules in the crystal lattice and their two-dimensional mono- or bilayers at the interfaces. The arrangement of the molecules may be