

CSIR, for collecting the intensities, and Dr L. P. L. Piacenza (University of Durban-Westville) for his interest and for supplying the sample.

References

International Tables for X-ray Crystallography (1962). Vol. III, pp. 202, 203, 206, 216. Birmingham: Kynoch Press.

LAING, M. (1975). *S. Afr. J. Sci.* **71**, 171–175.

SOMMERVILLE, P. & LAING, M. (1978a). *Acta Cryst.* **B34**, 670–671.

SOMMERVILLE, P. & LAING, M. (1978b). *Acta Cryst.* **B34**, 672–674.

SOMMERVILLE, P. & LAING, M. (1978c). *Acta Cryst.* **B34**, 674–676.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 679–680

α -Phényl- α -éthyl-acétate d' α -Phényl-éthylammonium *n*

PAR MARIE-CLAIRE BRIANSO

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 21 juin 1977, accepté le 15 septembre 1977)

Abstract. $[(+)\text{C}_{10}\text{O}_2\text{H}_{11}\cdot(-)\text{C}_8\text{NH}_{12}]$, orthorhombic, space group $P2_12_12_1$, $a = 17.794$ (5), $b = 15.528$ (4), $c = 5.816$ (2) Å, $Z = 4$. The structure was solved by analogy with that of α -phenylethylammonium α -phenyl- α -methylacetate *n*. Full matrix least-squares refinement with identical weights converged at $R = 0.07$ for all 1605 observed reflexions. A secondary-extinction coefficient was introduced: $g = 1.1 \times 10^{-4}$. The molecules are linked by hydrogen bonds.

Introduction. L'étude du sel *n* d' α -phényl- α -éthyl-acétate d' α -phényl-éthylammonium, décrit dans cet article, s'inscrit dans le cadre de l'étude de la séparation des sels diastéréoisomères (Leclercq & Jacques, 1975; Brianso, 1976).

Les mesures d'intensité ont été effectuées sur diffractomètre Philips PW1100 en utilisant la radiation

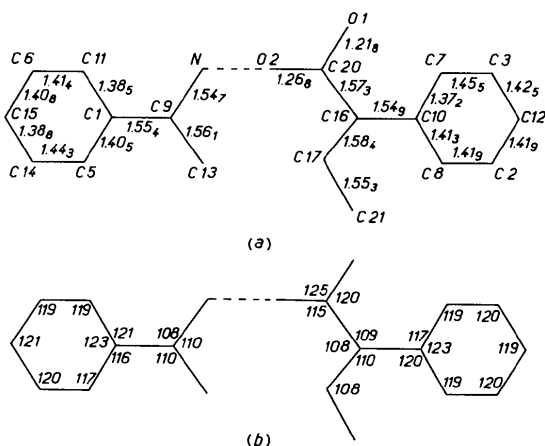


Fig. 1. (a) Longueurs de liaison (Å), $\sigma = 0,006$ Å. (b) Angles de valence (°), $\sigma = 0,7^\circ$.

Cu $K\alpha$ et en déduisant un fond continu théorique résultant d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle θ .

Les positions des atomes C, O et N ont été déterminées par analogie avec le sel d' α -phényl- α -méthyl-acétate d' α -phényl-éthylammonium *n* étudié précédemment (Brianso, 1976): paramètres cristallins voisins, groupe spatial identique. Une série de Fourier effectuée avec les phases du sel connu a permis de placer les 21 atomes de C, O et N, et une série différence les atomes H. Le facteur R étant resté fixé à 7%, le coefficient d'extinction

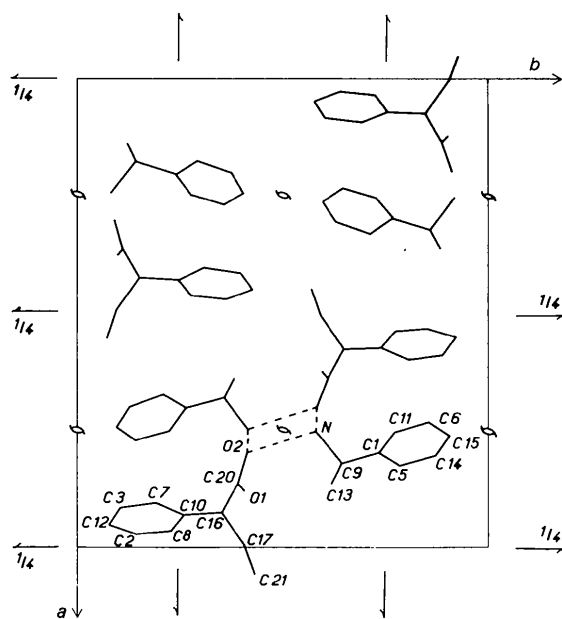


Fig. 2. Projection de la structure sur le plan (001).

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
C(1)	7964 (5)	7350 (6)	4690 (19)
C(2)	9746 (6)	1400 (9)	2643 (24)
C(3)	9185 (7)	1045 (7)	6385 (24)
N	7512 (4)	5818 (4)	4465 (13)
C(5)	8234 (6)	7838 (7)	2830 (18)
C(6)	7336 (6)	8578 (7)	6357 (21)
C(7)	9063 (6)	1957 (7)	6812 (21)
C(8)	9639 (6)	2290 (7)	3100 (19)
C(9)	8217 (5)	6392 (6)	4743 (19)
C(10)	9308 (5)	2540 (6)	5204 (18)
C(11)	7529 (6)	7695 (6)	6436 (20)
C(12)	9524 (7)	774 (8)	4285 (26)
C(13)	8619 (6)	6177 (6)	7057 (22)
C(14)	8037 (7)	8739 (7)	2792 (25)
C(15)	7598 (6)	9090 (8)	4527 (24)
C(16)	9208 (5)	3506 (6)	5801 (18)
C(17)	9977 (6)	4009 (6)	5530 (21)
O(2)	7999 (3)	4131 (4)	5042 (12)
O(1)	8770 (4)	4014 (6)	2092 (13)
C(20)	8616 (6)	3914 (5)	4116 (18)
C(21)	10533 (6)	3664 (7)	7369 (23)
H1(N)	7324 (42)	5809 (49)	2683 (152)
H2(N)	7066 (43)	5864 (51)	5896 (152)
H3(N)	7709 (42)	5263 (46)	4671 (140)
H1(C13)	8700 (42)	5514 (53)	6943 (145)
H2(C13)	8250 (41)	6376 (50)	8238 (142)
H3(C13)	8551 (41)	6275 (51)	3419 (153)
H(C11)	7338 (41)	7197 (49)	7839 (144)
H(C15)	7319 (43)	9681 (44)	4220 (142)
H(C5)	8526 (42)	7546 (50)	1610 (155)
H(C8)	5059 (42)	7201 (47)	6979 (162)
H(C16)	5976 (42)	6512 (53)	12167 (144)
H1(C17)	5140 (42)	5474 (50)	10882 (152)
H2(C17)	4790 (42)	5987 (48)	9183 (155)
H1(C21)	4023 (43)	6018 (52)	11732 (146)
H2(C21)	4595 (44)	6358 (53)	13986 (152)
H3(C21)	4440 (42)	6873 (52)	12005 (147)
H(C6)	6904 (42)	8775 (51)	6442 (156)
H(C14)	8257 (41)	9119 (47)	1506 (152)
H(C2)	9987 (41)	1340 (51)	1080 (159)
H(C12)	9947 (0)	173 (50)	4222 (153)
H(C3)	8969 (0)	526 (52)	7452 (150)
H(C7)	8800 (0)	2199 (50)	8383 (153)

secondaire isotrope ($g = 1,1 \times 10^{-4}$) a été affiné (Coppens & Hamilton, 1970) à l'aide du programme ORXFLS3 (Busing, Martin & Levy, 1971), jusqu'à un facteur $R = 0,06$. Les paramètres atomiques, les angles, distances, écarts aux plans moyens et angles relatifs des différents plans moléculaires sont rapportés dans les Tableaux 1, 2 et 3, et la Fig. 1.*

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 33038: 7 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 2. *Valeurs des longueurs de liaison N...O* (Å)

N...O(2)	2,780 (8)
N...O(1)	2,761 (6)
N...O(2) ₍₂₎	2,734 (7)

Tableau 3. *Écarts aux plans moyens* (Å)

Plan 1			
C(16)	C(20)	O(1)	O(2)
-0,0016	0,0059	-0,0018	-0,0014
Plan 2			
C(1)	C(11)	C(6)	C(15)
0,0215	0,0071	-0,007	-0,0150
C(14)	C(5)	C(9)	
-0,0087	0,0144	-0,0223	
Plan 3			
C(16)	C(10)	C(8)	C(7)
-0,1618	-0,0385	0,0079	0,0175
C(2)	C(3)	C(12)	
0,0743	0,0557	0,0932	

Angles entre les plans

1 et 3	60°
2 et 3	10°

Discussion. Nous retrouvons le montage de la structure bâti sur une colonne moléculaire centrée sur l'axe binaire 2_1 parallèle à **c** et stabilisé par un réseau tridimensionnel de liaisons hydrogène (Brianso, 1976) (Tableau 2 et Fig. 2).

La représentation de Newman (Fig. 3) des molécules d'acide et de base montre que dans chaque cas ainsi que dans les sels précédents (Brianso, 1976) le noyau benzénique éclipse l'atome d'hydrogène du carbone asymétrique.

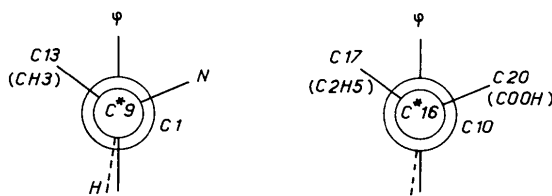


Fig. 3. Représentation de Newman suivant la liaison C*-C (φ) des molécules d'acide et de base.

Références

- BRIANSO, M. C. (1976). *Acta Cryst.* B32, 3040-3045.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1971). *ORXFLS3 - Crystallographic Structure Factor Least-Squares Program Based on ORFLS*, written with contributions from R. D. ELLISON, W. C. HAMILTON, J. A. IBERS, C. K. JOHNSON & W. E. THIESSEN. Version April 1971. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 COPPENS, P. & HAMILTON, W. C. (1970). *Acta Cryst.* A26, 71-83.
 LECLERCQ, M. & JACQUES, J. (1975). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 2052-2056.