



## STRUCTURE CRISTALLINE DU N<sup>2</sup>-PHÉNYL-N<sup>2</sup>-TOSYL-ACÉTHYDRAZIDE C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

S. Chaabouni <sup>a</sup>, M. Kossentini <sup>b</sup>, A. Ben Salah <sup>a</sup>, M. Salem <sup>b\*</sup>

<sup>a</sup> *Laboratoire d'Environnement et des Sciences des Matériaux, Faculté des Sciences de Sfax,  
BP 802, 3018 Sfax, Tunisie*

<sup>b</sup> *Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et Polymères,  
Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, 3018 Sfax, Tunisie*

(Reçu le 26 Juin 2004, accepté le 30 Avril 2004)

**RÉSUMÉ :** Le N<sup>1</sup>-phényl acéthidrazonate d'éthyle réagit dans la pyridine avec le chlorure de tosylo pour conduire après hydrolyse au N<sup>2</sup>-phényl-N<sup>2</sup>-Tosyl-acéthidrazide. L'étude radiocristallographique sur monocristal du composé synthétisé a été effectuée pour confirmer la structure exacte. Le C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S cristallise dans le système monoclinique avec le groupe d'espace P2<sub>1</sub>/c. Les paramètres de maille sont : a = 9,284(1), b = 18,844(1), c = 17,893(1) Å, β = 91,822(2)° avec z = 4 et ρ<sub>x</sub> = 1,292 g.cm<sup>-3</sup>. La structure moyenne a été affinée jusqu'à R = 0,0605 et Rw = 0,1822. L'examen de cette dernière montre des dimères de C<sub>30</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub> parallèles à la direction [100] : les molécules sont reliées par des liaisons hydrogène intermoléculaires.

**Mots clés :** N<sup>2</sup>-phényl-N<sup>2</sup>-Tosyl-acéthidrazide ; Structure cristalline.

**ABSTRACT :** The ethyl N<sup>1</sup>-phenyl acethydrazonate reacts in pyridin with tosyl chloride to give after hydrolysis the N<sup>2</sup>-phenyl-N<sup>2</sup>-Tosyl-acethydrazide. The X-ray crystal structure of this compound has been determined and confirms the proposed structure. The C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S crystallizes in the monoclinic system with space group P2<sub>1</sub>/c, the unit cell dimensions are : a = 9.284(1), b = 18.844(1), c = 17.893(1) Å, β = 91.822(2)° with z = 4 and ρ<sub>x</sub> = 1.292 g.cm<sup>-3</sup>. The average structure was refined at R = 0.0605 and Rw = 0.1822. Examination of the structure shows isolated dimers of C<sub>30</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub> parallel to the [100] direction : the molecules are connected through intermolecular hydrogen bonds.

**Keywords :** N<sup>2</sup>-phenyl-N<sup>2</sup>-Tosyl-acethydrazide ; Crystal structure.

### INTRODUCTION

Les hydrazonates dérivant d'hydrazine présentent des potentialités importantes en synthèse hétérocyclique [1-3]. Cependant leurs préparations à partir des méthodes décrites dans la littérature [4-7] restent toujours peu intéressantes à cause des faibles rendements [5-7]. Ces derniers sont dus essentiellement à l'hydrolyse des hydrazonates conduisant soit aux esters soit aux hydrazides correspondants.

Dans ce travail nous montrons que, lors de l'étude de la réactivité des hydrazonates vis à vis du chlorure de tosylo, le produit majoritaire obtenu à coté de l'hydrazonate N<sup>1</sup>-disubstitué est l'hydrazide. Ce dernier est obtenu aussi par hydrolyse de l'hydrazonate N<sup>1</sup>-disubstitué. Une étude cristallographique réalisée sur monocristal confirme cette hypothèse.

### RESULTATS ET DISCUSSION

L'action du chlorure de tosylo sur l'hydrazonate dans la pyridine conduit à l'hydrazonate N<sup>1</sup>-disubstitué avec un rendement de 70 %, le second composé isolé est l'hydrazide correspondant. L'hydrolyse de l'hydrazonate N<sup>1</sup>-disubstitué fournit l'hydrazide (schéma 1).

\* correspondant

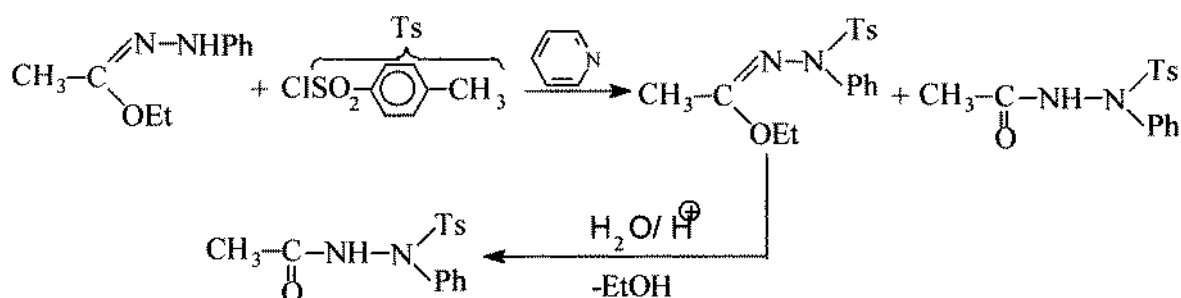


Schéma 1

**Tableau I** : Conditions expérimentales de l'enregistrement et résultats de l'affinement de  $C_{15}H_{16}N_2O_3S$ 

Formule	$C_{15}H_{16}N_2O_3S$
Couleur / Forme	Incolore / Parallélépipède
Masse molaire, $g \cdot mol^{-1}$	608,72
Système cristallin	Monoclinique
Groupe d'espace	$P2_1/c$
Paramètres de la maille	
a, Å	9,284(1)
b, Å	18,844(1)
c, Å	17,893(1)
$\beta$ , deg.	91,822(2)
V, Å <sup>3</sup>	3128,8
Z	4
$\rho_x$ , $g \cdot cm^{-3}$	1,292
$\mu_{cal}$ , $mm^{-1}$	0,218
Diffractomètre	Kappa CCD
Radiation, monochromateur	$MoK_{\alpha}$ ( $\lambda = 0,71220$ ), graphite
Dimensions du cristal, mm	0,3 x 0,4 x 0,4
Domaine angulaire ( $^{\circ}$ )	$2,45 < \theta < 27,53$
Nombre de réflexions mesurées	30053
Nombre de réflexions indépendantes	7095
Nombre de réflexions observées	5442 avec $F_o > 4\sigma(F_o)$
Variation de h, k, l	12, 24, $\pm 23$
F(000)	1280
S	1,127
Pondération	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0912P)^2 + 0,73P]$ avec $P = \text{Max} [(F_o^2, o) + 2F_c^2]/3$
R [ $F_o > 4\sigma(F_o)$ ]	0,0605
$R_w (F^2)$	0,1822
Numéro de dépôt au CCDC	229477

### Etude radiocristallographique

Un cristal de dimensions (0,3 x 0,4 x 0,4) mm a été choisi pour la détermination structurale. Aucune correction d'absorption n'a été effectuée. La variation des positions et des intensités de raies de référence est négligeable (inférieur à 1%). La résolution structurale a été faite au moyen des programmes SHELXS-86 [9] et SHELXL-97 [10] installés sur Pentium III. Les facteurs de diffusions atomiques sont ceux des atomes neutres relevés dans International Tables for X-Ray

Crystallography [11]. Le tableau I regroupe les constantes radiocristallographiques et les conditions de mesure des intensités diffractées par ce cristal.

### Détermination de la structure

La recherche du modèle de l'arrangement structural est effectué à partir de l'exploitation de la fonction tridimensionnelle de Patterson qui permet de localiser les atomes de soufre, d'oxygène, d'azote et de carbone. Des affinements successifs, basés sur  $F^2$  à l'aide du programme SHELXL-97 [10], suivis de synthèses de Fourier-différence, ont conduit aux positions des atomes d'hydrogène. Les conditions et les résultats des affinements sont consignés dans le tableau I. Les tableaux II et III rassemblent respectivement les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique équivalents des atomes autres que les atomes d'hydrogène et d'agitation thermique isotropes pour les atomes d'hydrogène. Les paramètres thermiques anisotropes sont disponibles chez les auteurs.

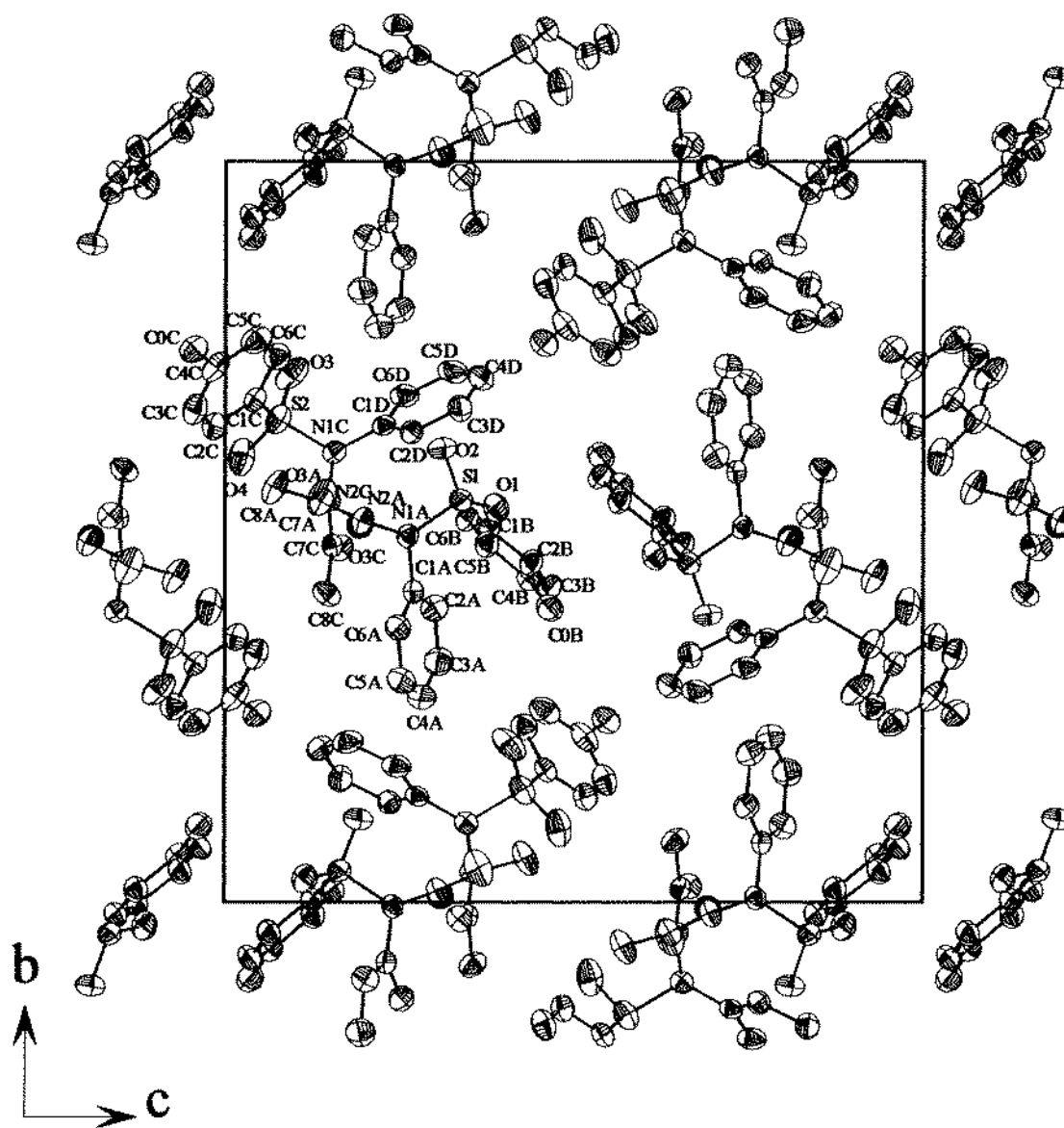


Figure 1 : Projection de la structure sur le plan (b,c)



**Tableau II** : Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents  $U_{eq}(\text{Å})$  pour les atomes autres que les atomes d'hydrogène dans  $C_{15}H_{16}N_2O_3S$

Atomes	x / a	y / b	z / c	$U_{eq}(\text{Å})$
C1A	0,0063(2)	0,5807(1)	0,7313(1)	0,0531(5)
C2A	-0,1254(3)	0,6032(2)	0,7015(2)	0,0722(7)
C3A	-0,1549(4)	0,6749(2)	0,6950(2)	0,093(1)
C4A	-0,0546(6)	0,7230(2)	0,7190(2)	0,104(1)
C5A	0,0765(6)	0,7011(2)	0,7477(2)	0,104(1)
C6A	0,1092(4)	0,6293(2)	0,7533(2)	0,0752(7)
C7A	0,0399(2)	0,4594(1)	0,8629(1)	0,0585(5)
C8A	0,1351(3)	0,4404(3)	0,9293(2)	0,084(1)
C1B	0,2160(3)	0,4959(1)	0,6239(1)	0,0564(5)
C2B	0,1976(3)	0,5417(2)	0,5637(2)	0,0696(7)
C3B	0,3172(4)	0,5749(2)	0,5364(2)	0,0756(8)
C4B	0,4548(3)	0,5646(1)	0,5672(1)	0,0657(6)
C5B	0,4700(3)	0,5173(2)	0,6265(2)	0,0706(7)
C6B	0,3520(3)	0,4831(2)	0,6550(2)	0,0651(6)
C0B	0,5830(5)	0,6027(2)	0,5371(2)	0,0869(9)
C0C	0,1031(5)	0,2546(5)	1,0460(4)	0,137(2)
C1C	-0,3115(2)	0,3218(1)	0,9581(1)	0,0581(6)
C2C	-0,2445(3)	0,3578(2)	1,0163(2)	0,0709(7)
C3C	-0,1113(3)	0,3353(2)	1,0438(2)	0,0828(9)
C4C	-0,0434(3)	0,2777(2)	1,0143(2)	0,0837(9)
C5C	-0,1123(4)	0,2419(2)	0,9563(2)	0,091(1)
C6C	-0,2471(3)	0,2636(2)	0,9270(2)	0,0774(8)
C7C	-0,4650(2)	0,5186(1)	0,8474(1)	0,0486(5)
C8C	-0,3718(4)	0,5835(2)	0,8550(2)	0,0749(8)
C1D	-0,4452(2)	0,3565(1)	0,7745(1)	0,0525(5)
C2D	-0,3212(3)	0,3654(1)	0,7348(1)	0,0594(6)
C3D	-0,3092(4)	0,3338(2)	0,6655(2)	0,0815(8)
C4D	0,4174(5)	0,7075(2)	0,3639(2)	0,0938(1)
C5D	-0,5431(5)	0,2841(2)	0,6754(2)	0,098(1)
C6D	-0,5593(3)	0,3166(2)	0,7448(2)	0,0743(8)
N1A	0,0322(2)	0,5056(1)	0,7398(1)	0,0554(5)
N2A	0,1102(2)	0,4850(1)	0,8045(1)	0,0578(5)
N1C	-0,4642(2)	0,3927(1)	0,8449(1)	0,0535(4)
N2C	-0,3919(2)	0,4572(1)	0,8542(1)	0,0547(5)
O1	-0,0576(2)	0,4680(1)	0,6140(1)	0,0823(6)
O2	0,0995(3)	0,3877(1)	0,6905(1)	0,0870(6)
O3	-0,5663(2)	0,2871(1)	0,9056(2)	0,1050(9)
O4	-0,5356(2)	0,3992(2)	0,9768(1)	0,1034(4)
O3A	-0,0898(2)	0,4536(2)	0,8625(1)	0,0940(7)
O3C	-0,5943(2)	0,5219(1)	0,8354(1)	0,0628(4)
S1	0,0645(7)	0,4571(3)	0,6636(4)	0,0626(2)
S2	-0,4835(6)	0,3484(4)	0,9250(2)	0,0706(2)

$$U_{eq} = 1/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^*$$

**Tableau III** : Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermiques isotropes  $U_{\text{iso}}(\text{Å})$  pour les atomes d'hydrogène dans  $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ 

Atomes	x / a	y / b	z / c	$U_{\text{iso}}(\text{Å})$
H2A	-0,191(3)	0,564(2)	0,688(2)	0,083(9)
H3A	-0,253(5)	0,694(2)	0,669(2)	0,123(1)
H4A	-0,088(5)	0,770(3)	0,711(2)	0,13(2)
H5A	0,157(5)	0,725(2)	0,761(2)	0,12(1)
H6A	0,197(4)	0,616(2)	0,769(2)	0,079(9)
H10B	0,590(4)	0,649(2)	0,563(2)	0,119(1)
H20B	0,671(6)	0,582(3)	0,550(3)	0,14(2)
H30B	0,569(4)	0,610(2)	0,484(3)	0,12(1)
H2B	0,106(4)	0,548(2)	0,544(2)	0,09(1)
H3B	0,304(4)	0,603(2)	0,497(2)	0,09(1)
H5B	0,563(4)	0,505(2)	0,649(2)	0,10(1)
H6B	0,361(3)	0,449(2)	0,693(2)	0,088(9)
H18A	0,089(5)	0,455(3)	0,978(3)	0,15(2)
H28A	0,136(5)	0,390(3)	0,930(3)	0,15(2)
H38A	0,221(4)	0,456(2)	0,926(2)	0,082(9)
H2D	-0,248(4)	0,393(2)	0,758(2)	0,09(1)
H3D	-0,219(4)	0,337(2)	0,637(2)	0,11(1)
H4D	0,403(4)	0,731(2)	0,414(2)	0,10(1)
H5D	-0,622(4)	0,257(2)	0,660(2)	0,11(1)
H6D	-0,642(4)	0,312(2)	0,773(2)	0,09(1)
H2C	-0,280(5)	0,389(2)	1,036(2)	0,12(2)
H3C	-0,069(4)	0,364(2)	1,085(2)	0,11(1)
H5C	-0,072(4)	0,204(2)	0,930(2)	0,10(1)
H6C	-0,297(4)	0,238(2)	0,889(2)	0,09(1)
H10C	0,108(8)	0,214(4)	1,031(5)	0,19(4)
H20C	0,189(8)	0,282(4)	1,021(4)	0,21(3)
H30C	0,074(8)	0,231(4)	1,091(5)	0,21(3)
H18C	-0,379(5)	0,608(3)	0,806(3)	0,14(2)
H28A	-0,274(6)	0,572(2)	0,851(3)	0,14(2)
H38A	-0,388(5)	0,606(2)	0,892(3)	0,13(2)
HN2C	-0,306(3)	0,457(1)	0,859(2)	0,060(7)
HN2A	0,204(3)	0,492(2)	0,808(2)	0,080(9)

### Description de la structure

La figure 1 représente une projection de la structure sur le plan (b,c) : l'examen de cette dernière montre des dimères  $\text{C}_{30}\text{H}_{32}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_2$  isolés, se développant parallèlement à la direction [100]. La maille élémentaire renferme quatre dimères  $\text{C}_{30}\text{H}_{32}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_2$  centrosymétriques, et se plaçant sur les centres d'inversion en (0,0,0) et (1/2,1/2,1/2).

Le tableau IV regroupe les distances atomiques et les angles de liaisons calculés. Elles sont de même ordre de grandeur que celles relevées dans la bibliographie. Les distances C-C observées sur les noyaux aromatiques sont comprises entre 1,359(6) et 1,402(5) Å. Comparées à la valeur moyenne (1,384 Å), elles sont nettement très voisines [12]. Les distances C0B-C4B, C0C-C4C, C7A-C8A, C7C-C8C, C1A-N1A et C1C-N1C sont respectivement 1,504(5), 1,519(5), 1,501(4), 1,502(3), 1,444(3), 1,448(3) sont en bon accord avec des liaisons simples, les distances S-O varient



entre 1,425(2) et 1,431(2) Å [13], celles de C-O varient entre 1,209(3) et 1,214(2) Å, elles sont indicatrices de liaisons doubles [12].

**Tableau IV** : Distances interatomiques (Å) et angles de liaisons (°) dans C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

Liaisons C-C conjuguées (groupements phényle)							
C1A-C2A	1,384(4)	C4A-C5A	1,370(6)	C1B-C2B	1,386(4)	C4B-C5B	1,390(4)
C2A-C3A	1,383(5)	C5A-C6A	1,390(5)	C2B-C3B	1,377(5)	C5B-C6B	1,382(4)
C3A-C4A	1,359(6)	C6A-C1A	1,372(4)	C3B-C4B	1,389(4)	C6B-C1B	1,384(3)
C1C-C2C	1,376(4)	C4C-C5C	1,378(6)	C1D-C2D	1,382(4)	C4D-C5D	1,391(6)
C2C-C3C	1,383(4)	C5C-C6C	1,402(5)	C2D-C3D	1,383(4)	C5D-C6D	1,397(5)
C3C-C4C	1,369(5)	C6C-C1C	1,375(4)	C3D-C4D	1,364(5)	C6D-C1D	1,391(3)

Liaisons simples		Liaisons doubles			
C0B-C4B	1,504(5)	C0C-C4C	1,519(5)	C7A-O3A	1,209(3)
C7A-C8A	1,501(4)	C7C-C8C	1,502(3)	S1-O1	1,431(2)
C7A-N2A	1,340(3)	C7C-N2C	1,346(3)	S1-O2	1,428(2)
N2A-N1A	1,400(3)	N2C-N1C	1,395(3)	C7C-O3C	1,214(2)
N1A-C1A	1,444(3)	N1C-C1C	1,448(3)	S2-O3	1,425(2)
N1A-S1	1,677(2)	N1C-S2	1,673(2)	S2-O4	1,428(3)
C1B-S1	1,755(3)	C1C-S2	1,759(2)		

Angles C-C-C (groupements phényle)			
C6A-C1A-C2A	120,3(3)	C2D-C1D-C6D	120,4(3)
C3A-C2A-C1A	120,1(3)	C1D-C2D-C3D	120,1(3)
C4A-C3A-C2A	119,6(4)	C4D-C3D-C2D	120,8(4)
C3A-C4A-C5A	120,6(4)	C3D-C4D-C5D	119,3(3)
C4A-C5A-C6A	120,6(4)	C4D-C5D-C6D	121,1(3)
C1A-C6A-C5A	118,7(3)	C1D-C6D-C5D	118,3(3)
C6B-C1B-C2B	120,6(3)	C6C-C1C-C2C	120,6(3)
C3B-C2B-C1B	118,6(3)	C1C-C2C-C3C	119,6(3)
C2B-C3B-C4B	122,5(3)	C4C-C3C-C2C	121,6(3)
C3B-C4B-C5B	117,6(3)	C3C-C4C-C5C	118,0(3)
C3B-C4B-C0B	121,3(3)	C3C-C4C-C0C	120,1(5)
C5B-C4B-C0B	121,2(3)	C5C-C4C-C0C	121,8(5)
C6B-C5B-C4B	121,2(3)	C4C-C5C-C6C	121,7(3)
C5B-C6B-C1B	119,6(2)	C1C-C6C-C5C	118,4(3)

**Tableau V** : Caractéristiques géométriques des liaisons hydrogène dans C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

	N-H	H...O	N...O	N-H...O
N2C-- H2NC...O3A	0,80(3)	2,010(1)	2,805(2)	174(3)
N2A-- H2NA...O3C <sup>a</sup>	0,88(3)	2,005(1)	2,867(2)	167(3)

<sup>a</sup> Code de symétrie = x + 1, y, z

**Tableau VI**  
Angles dièdres (°)

Plans	P <sub>A</sub> -P <sub>B</sub>	P <sub>C</sub> -P <sub>D</sub>
Angles (°)	51,84(1)	126,12(1)

Dans le tableau VI sont fournis les angles dièdres respectivement entre les plans  $P_A$ ,  $P_B$ ,  $P_C$  et  $P_D$  contenant respectivement les atomes de carbone du noyau aromatique (C1A, C2A, C3A, C4A, C5A et C6A), (C1B, C2B, C3B, C4B, C5B et C6B), (C1C, C2C, C3C, C4C, C5C et C6C) et (C1D, C2D, C3D, C4D, C5D et C6D).

L'examen de ces angles permet de constater :

- L'encombrement stérique dû aux deux noyaux phényle  $P_A$  et  $P_B$  sur deux atomes voisins N1A et S1 est minimisée par la disposition relative de ces deux groupements. L'angle dièdre calculé entre les plans  $P_A$  et  $P_B$  est égal à  $51,84(1)^\circ$ .
- La valeur de l'angle dièdre entre les plans  $P_C$  et  $P_D$  est de l'ordre de  $126,12(1)^\circ$ , c'est une conséquence de la considération précédente.

Les molécules du composé  $C_{15}H_{16}N_2O_3S$  sont reliées entre elles par des liaisons hydrogène du type N-H...O formant ainsi des dimères isolés (Fig.1).

## PARTIE EXPERIMENTALE

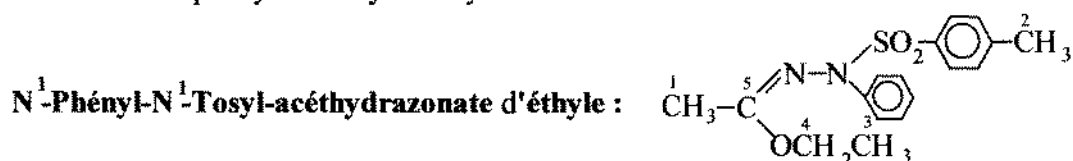
### Appareillage

- R.M.N. : Les spectres de R.M.N. du  $^1H$ ,  $^{13}C$  ont été enregistrés en solution dans le  $CDCl_3$  sur spectrographe BRUKER à 300 MHz. Les déplacements chimiques, exprimés en p.p.m. sont comptés positivement à champ faible par rapport au T.M.S comme référence interne. Les multiplicités des signaux sont indiquées par des abréviations suivantes : s : singulet, t : triplet, q : quadruplet, m : multiplet, les constantes de couplage  $^3J$  sont exprimées en Hz.
- I.R. : Les spectres I.R. ont été réalisés dans le KBr sur un spectromètre JASCO FT-IR-420 dont la précision est de  $\pm 2\text{ cm}^{-1}$  dans le domaine  $4000-400\text{ cm}^{-1}$ .
- Point de fusion : Les points de fusion ont été déterminés sur banc Koffler.
- Le  $N^1$ -acéthydrazone d'éthyle a été préparé suivant un mode opératoire connu dans la littérature [8].

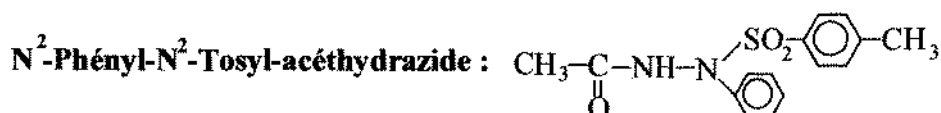
### Synthèse

On dissout 0,01 mole (1,9 g) de chlorure de tosyl dans 40 ml de pyridine environ ; puis on ajoute à froid, goutte à goutte 0,01 mole (1,78 g) de  $N^1$ -phényl acéthydrazone d'éthyle. On laisse le mélange réactionnel sous agitation pendant 24 heures. On neutralise l'excès de pyridine par une solution de HCl. On extrait à l'éther. On sèche la phase étherée avec  $MgSO_4$  puis on chasse le solvant et le résidu est recristallisé deux à trois fois dans du méthanol absolu.

Le  $N^1$ -phényl- $N^1$ -tosyl acéthydrazone d'éthyle isolé est hydrolysé en présence de trace d'acide en  $N^2$ -phényl- $N^2$ -tosyl acéthydrazide.



Rdt: 75%,  $F^\circ = 130\text{ }^\circ\text{C}$ , IR :  $\nu_{C=N}$  :  $1595\text{ cm}^{-1}$  ; RMN  $^1H$  (300 MHz,  $CDCl_3$ ) : 1,30 (t, 3H,  $^3J_{HH} = 7,1\text{ Hz}$ ) ; 2,10 (s, 3H) ; 2,37 (s, 3H) ; 4,20 (q, 2H,  $^3J_{HH} = 7,1\text{ Hz}$ ) ; 7,14-7,38 (m, 9H) ; RMN  $^{13}C$  (75 MHz,  $CDCl_3$ ) :  $C_1$  14,0 ;  $C_2$  21,4 ;  $C_3$  16,7 ;  $C_4$  62,8 ;  $C_5$  174,5 (s) ;  $C_{arom}$  124,9-143,6.



$F^\circ = 144\text{ }^\circ\text{C}$  ; IR :  $\nu_{C=O}$  :  $1691\text{ cm}^{-1}$   $\nu_{NH}$  :  $3242\text{ cm}^{-1}$ .



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. Chihaoui, B. Baccar, *C. R. Acad. Sc. Paris*, **1978**, 287, 121.
- [2] M. Chihaoui, A. Belhadj Amor, B. Baccar, *J. Soc. Chim. de Tunisie*, **1986**, 15, 156.
- [3] M. Chihaoui, B. Baccar, *C. R. Acad. Sc. Paris*, **1981**, 293, 573.
- [4] R. Anschutz, *Liebigs Ann.*, **1889**, 264, 18.
- [5] E. Schmidt, *Chem. Ber.*, **1914**, 47, 3852.
- [6] A. Pinner, K. Klein. *Chem. Ber.*, **1877**, 10, 1889.
- [7] M. Chihaoui, B. Baccar, *C. R. Acad. Sc. Paris*, **1978**, 287, 69.
- [8] F. Chabchoub, M. Trabelsi, M. Salem. *J. Soc. Chim. de Tunisie*, **1998**, 3, 171.
- [9] G. M. Sheldrick, *Program for Crystal Structure Determination* ; SHELXS-86, **1986**.
- [10] G. M. Sheldrick, *Program for Crystal Structure Determination* ; SHELXL-97, **1997**.
- [11] International Tables for X-ray Crystallography II, *Birmingham, Kynoch Press*, **1974**.
- [12] A. Rekik, S. Chaabouni, F. Chabchoub, S. Kamoun, M. Salem, *J. Soc. Chim. Tunisie*, **2001**, 4, 925.
- [13] S. Chaabouni, S. Kamoun, A. Daoud, T. Jouini. *Acta Cryst.* **1996**, C52, 505.