

## Structure Cristalline et Moléculaire Méthyl [Phényl-2(diméthyl-3',4'-phényl)-2]vinyl Sulfoxyde

PAR D. TRANQUI

Laboratoire des Rayons-X, B.P. n° 166, Centre de Tri, 38042 Grenoble Cedex, France

ET H. FILLION

Laboratoire de Chimie et de Toxicologie, UER des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques

(Reçu le 15 mai 1972)

Methyl 2-phenyl-(3',4'-dimethyl-2-phenyl)vinyl sulphoxide crystallizes in the monoclinic system with eight molecules per unit cell and belongs to space group  $C2/c$ : unit-cell parameters are  $a = 30.497$ ,  $b = 5.975$ ,  $c = 19.273$  Å,  $\beta = 121.1^\circ$ . The structure was solved by symbolic addition and Patterson methods using all reflexions accessible with Cu  $K\alpha$  radiation. A refinement was carried out by least-squares calculation including anisotropic temperature factors (final  $R$  value is 0.06 for all observed reflexions). The bonds and angles calculated are in close agreement with the mean values generally observed by the authors. The molecules are packed together by three-dimensional van der Waals bonds. The orientation of phenyl rings can be explained in terms of the minimization of non-bonding interactions between the ring atoms.

## Introduction

Ce présent travail rentre dans le cadre d'une série d'études sur la configuration des isomères géométriques dans des molécules éthyliques substituées de formule générale: CHR.CR<sup>I</sup>R<sup>II</sup> et CRR<sup>III</sup>.CR<sup>I</sup>R<sup>II</sup>, où R désigne le groupe sulfoxyde et R<sup>I</sup>, R<sup>II</sup> et R<sup>III</sup> sont des radicaux aromatiques. Nous avons d'abord abordé ce problème par la spectroscopie classique des ultraviolet, infra-rouge, et r.m.n., mais ces méthodes s'avèrent insuffisantes, vu la complexité de la molécule de méthyl [phényl-2,- (diméthyl-3',4'-phényl)-2]vinyl sulfoxyde (MPVS)]. Pour compléter cette lacune, nous avons décidé de déterminer directement la structure cristalline de ce composé par la diffraction des rayons X; c'est l'objet de cette étude.

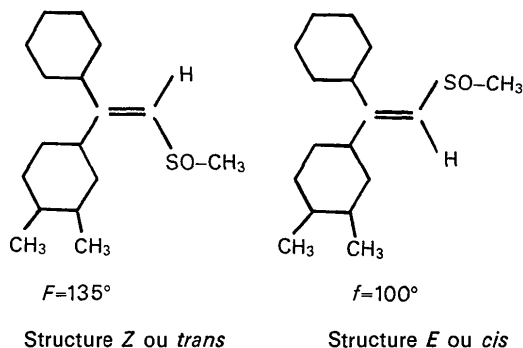
## I. Préparation

Le méthyl [phényl-2 (diméthyl-3',4'-phényl)-2]vinyl sulfoxyde a été obtenu sous la forme d'un mélange de deux stéréoisomères par déshydratation du méthyl (hydroxy-2, phényl-2, [diméthyl-3',-4'-phényl)-2] éthyl sulfoxyde (Fillion & Tranqui, 1972) au moyen de l'acide orthophosphorique à 85%. Les stéréoisomères ont été purifiés et séparés par cristallisation fractionnée dans un mélange de benzène et d'hexane. L'isomère le moins soluble fond à 130–135°, tandis que le plus soluble fond à 100°. L'analyse centésimale des cristaux ainsi obtenus conduit à la formule brute C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>OS.

## II. Etude de r. m. n.

La pureté de chaque isomère a été vérifiée par r.m.n.; les spectres des deux isomères sont peu différents quant aux déplacements chimiques des protons méthyliques

et vinyliques. Par contre, les protons aromatiques donnent pour chaque isomère un spectre différent. Ainsi, pour l'isomère qui fond à 130–135°, nous observons un grand pic dont la surface correspond à cinq protons, ce qui laisserait penser que les cinq protons du noyau benzénique non substitué, sont équivalents et 'vus' d'une manière symétrique par le proton vinylique. Le spectre de l'isomère qui fond à 100°, donne, par contre, un multiplet indiquant que les protons de ce même noyau ne sont plus équivalents. Les spectres de r.m.n. des vinyl sulfoxydes isomères sont représentés dans la Fig. 1(a) et (b). Dans une autre publication (Fillion & Tranqui, 1972), nous avons comparé les spectres de r.m.n. des vinyl sulfoxydes isomères avec les spectres de r.m.n. des isomères *cis* et *trans* du stilbène. Par analogie avec cette molécule, nous avons été amenés à proposer les structures suivantes pour les deux isomères:



Si l'interprétation des spectres de r.m.n. nous a fourni des renseignements très utiles sur l'isométrie géométrique de la molécule, leur configuration ne pouvait

être établie avec certitude que par l'investigation complète de la structure de la molécule.

### III. Etudes aux rayons X

#### Partie expérimentale

Le cristal utilisé dans ce travail a pour dimensions  $0,2 \times 0,25 \times 0,30$  mm. Les intensités des réflexions ont été enregistrées à l'aide du diffractomètre automatique AED-Siemens de l'Institut von Laue-Paul Langevin, utilisant la méthode de mesure dite de 'cinq points'. Nous avons pu ainsi mesurer 2321 réflexions indépendantes contenues dans la sphère  $\lambda\text{Cu } K\alpha$ . Ces réflexions sont corrigées du facteur de Lorentz-polarisation; aucune correction d'absorption n'a été effectuée, compte tenu des dimensions et de la valeur du coefficient d'absorption du cristal utilisé (Tableau 1). Par contre, nous avons tenu compte de la diminution linéaire en fonction du temps de la raie de référence (224). Elle est de l'ordre de 7% entre le début et la fin de l'enregistrement. Après nous être assurés qu'une éventuelle désorientation n'était pas en cause, nous avons décidé de corriger les intensités en fonction de la diminution de la raie standard. Des raisons probables de la dérive peuvent être une détérioration progressive du cristal par le rayonnement X, par l'atmosphère et aussi l'usure du tube.

#### Tableau 1. Données cristallographiques

Formule chimique brute	$\text{SOC}_{17}\text{H}_{18}$ (isomère <i>E</i> )
Poids moléculaire	288
Point de fusion	$100^\circ\text{C}$
Dimensions du cristal utilisé	$0,2 \times 0,25 \times 0,3$ mm
Monoclinique, groupe spatial	$C2/c$
Dimensions de la maille	
$a$	$30,497 \pm 0,003$ Å
$b$	$5,951 \pm 0,001$
$c$	$19,273 \pm 0,002$
$\beta$	$121,74 \pm 0^\circ 11$
$Z$	8
Densité mesurée $d_m$	$1,25$ g.cm $^{-3}$
Densité calculée $d_x$	$1,27$ g.cm $^{-3}$
Coefficient d'absorption ( $\lambda\text{Cu } K\alpha$ )	$13,8$ cm $^{-1}$
$F(000)$	1152
Qualité cristalline:	moyenne

#### Détermination de la structure

(a) *Etude cristallographique—choix du groupe spatial:* Les données cristallographiques du cristal méthyl (phényl-2, diméthyl-3',4'-phényl-2)vinyl sulfoxyde (MPVS) sont résumées dans le Tableau 1. Les extinctions systématiques des réflexions de Bragg conduisent à deux groupes spatiaux possibles,  $Cc$  et  $C2/c$ , mais le résultat négatif du test de piézoélectricité du cristal, d'une part, et la distribution des facteurs de structure normalisés, d'autre part (Tableau 2), indiqueraient la présence

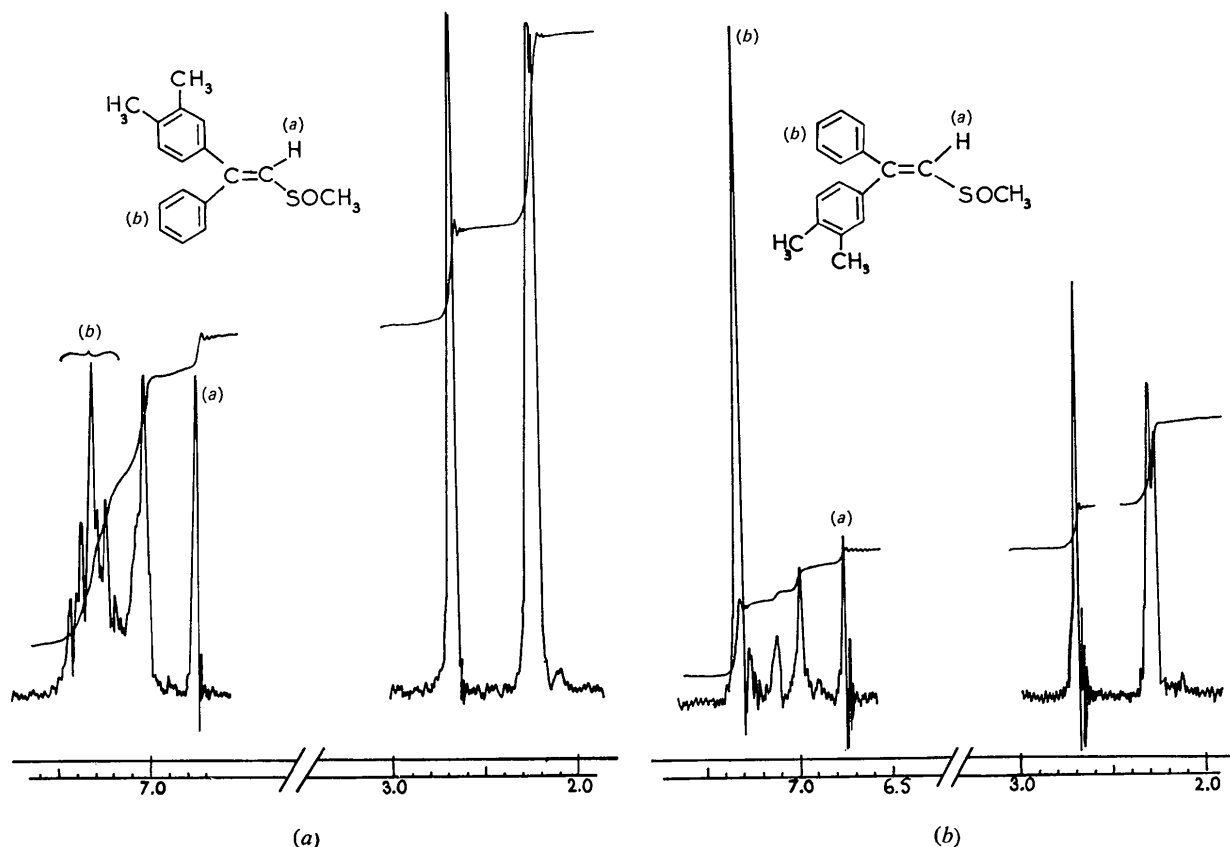


Fig. 1 Spectre de r.m.n. des isomères (a) *cis* et (b) *trans*.

d'un centre de symétrie dans le cristal, le groupe  $C2/c$  fut donc choisi comme le groupe spatial du cristal le plus probable.

Tableau 2. Répartition statistique des facteurs de structures normalisés

	Observée	Théorie
$ E $	0,801	0,798
$ E^2 $	1,032	1,0
$ E^2 - 1 $	0,986	0,968
$ E  > 3$	1,9%	3%
$ E  > 2$	3,2%	5%
$ E  > 1$	31%	32%

(b) *Essai de détermination de la structure par la méthode d'addition symbolique*: La détermination des signes a été effectuée selon la méthode de Germain & Woolfson (1968). Cette méthode a permis de déterminer les signes de 46 réflexions sur les 104 facteurs de structures normalisés  $|E| > 1,40$ . L'examen de la carte de densité électronique calculée à partir de ces 46 réflexions révèle l'existence d'un pic en  $x=0,0$ ;  $y=0,21$ ;  $z=0,09$  et un grand nombre de pics faibles dont les positions ne permettent pas de déterminer l'orientation des plans de 2 cycles phényles.

(c) *Patterson ponctualisé*: La détermination de la structure s'achève par l'interprétation des pics de la carte de Patterson tridimensionnelle. En effet, les pics S-S, identifiés sans ambiguïté confirment la position de l'atome de soufre déjà connue par l'étude directe des signes; d'autre part, en combinant des renseignements tirés de la série de Fourier calculée plus haut et ceux de la carte de Patterson tridimensionnelle, nous sommes arrivés à trouver deux modèles de structure raisonnables, respectivement à un facteur de véracité  $R$  de 0,42 et de 0,39. L'affinement de ces deux modèles a permis de rejeter le premier ( $R=0,42$ ).

(d) *Affinement de la structure*: L'affinement du deuxième modèle par la méthode des moindres carrés (approximation diagonale) converge rapidement; en trois cycles d'itération la valeur du résidu

$$[R = \sum w(|F_o| - K|F_c|) / \sum |F_o|]$$

est passée de 0,42 à 0,10. Une autre série d'affinement, en libérant les coefficients d'agitation thermique anisotropes, a ramené la valeur de  $R$  à 8%. A ce stade, une synthèse de 'Fourier différence' nous a permis de localiser les atomes d'hydrogène des noyaux aromatiques, par contre les hydrogènes des groupements méthyliques restent indéterminés. Il est probable que

Tableau 3. Paramètres atomiques et d'agitations thermiques

(avec  $T = \exp[-\{B_{11}h^2 + B_{22}k^2 + B_{33}l^2 + B_{23}kl + B_{13}hl + B_{12}hk\}] \times 10^{-4}$ )

Les déviations quadratiques sont donnés en parenthèses.

	$x$	$y$	$z$	$B_{11}$	$B_{22}$	$B_{33}$	$B_{23}$	$B_{13}$	$B_{12}$
S	-0,00816 (4)	0,18377 (22)	0,11075 (7)	16 (2)	319 (23)	45 (4)	-4 (27)	34 (5)	-17 (17)
O	-0,02746 (11)	-0,04871 (55)	0,07627 (18)	22 (6)	332 (98)	60 (14)	14 (67)	40 (16)	-32 (43)
C(1)	0,13742 (14)	0,33242 (77)	0,15758 (22)	14 (6)	301 (33)	38 (15)	5 (92)	22 (17)	-4 (57)
C(2)	0,14638 (16)	0,17100 (84)	0,11396 (24)	16 (7)	360 (48)	50 (18)	1 (6)	33 (20)	3 (64)
C(3)	0,18708 (16)	0,19011 (82)	0,10076 (24)	19 (8)	359 (43)	49 (19)	15 (6)	34 (21)	3 (66)
C(4)	0,22062 (17)	0,37016 (77)	0,13355 (26)	20 (82)	388 (50)	52 (1)	48 (20)	36 (21)	-13 (20)
C(5)	0,21229 (18)	0,52533 (86)	0,17779 (26)	20 (8)	466 (1)	49 (20)	-21 (4)	34 (23)	-61 (70)
C(6)	0,17148 (17)	0,50742 (78)	0,18990 (25)	20 (9)	377 (78)	47 (19)	-25 (4)	34 (23)	-29 (66)
C(7)	0,19461 (20)	0,00803 (99)	0,05074 (33)	31 (12)	503 (38)	87 (29)	-33 (41)	76 (33)	37 (89)
C(8)	0,26535 (19)	0,39899 (102)	0,11974 (32)	25 (11)	646 (28)	90 (3)	44 (15)	67 (3)	-36 (8)
C(9)	0,09488 (15)	0,43433 (73)	0,23572 (24)	15 (7)	314 (33)	45 (17)	-5 (91)	28 (19)	3 (57)
C(10)	0,06584 (20)	0,62561 (84)	0,22438 (26)	25 (10)	390 (4)	54 (22)	-35 (5)	32 (26)	32 (69)
C(11)	0,06974 (20)	0,73339 (91)	0,29193 (30)	24 (10)	462 (35)	73 (27)	-73 (23)	42 (28)	32 (74)
C(12)	0,10152 (19)	0,65639 (96)	0,36860 (28)	25 (10)	587 (33)	65 (24)	-84 (45)	53 (27)	-28 (87)
C(13)	0,13071 (20)	0,47049 (108)	0,38135 (26)	27 (11)	636 (51)	49 (22)	50 (36)	34 (28)	51 (94)
C(14)	0,12785 (19)	0,36062 (88)	0,31438 (27)	25 (10)	508 (19)	43 (19)	57 (12)	35 (24)	68 (77)
C(15)	0,09199 (15)	0,32045 (76)	0,16605 (22)	17 (7)	279 (29)	36 (16)	14 (89)	25 (18)	13 (59)
C(16)	0,04777 (16)	0,21785 (74)	0,10549 (24)	17 (7)	297 (50)	56 (20)	45 (95)	39 (21)	5 (56)
C(17)	-0,04896 (16)	0,37046 (72)	0,02659 (26)	16 (8)	317 (77)	58 (21)	73 (0)	26 (22)	31 (58)

	$x$	$y$	$z$	$B$
H(1)	0,12300 (135)	0,04000 (680)	0,09404 (203)	5,32 (0,96)
H(2)	0,16700 (158)	0,61000 (810)	0,22404 (223)	3,50 (0,85)
H(3)	0,23510 (138)	0,64500 (686)	0,19804 (199)	6,12 (1,10)
H(4)	0,04300 (212)	0,70600 (886)	0,16604 (277)	8,30 (0,95)
H(5)	0,05100 (194)	0,86500 (1012)	0,28304 (272)	5,56 (1,10)
H(6)	0,10000 (191)	0,72400 (794)	0,41404 (274)	4,32 (1,00)
H(7)	0,15350 (207)	0,38400 (1130)	0,43864 (290)	4,30 (1,20)
H(8)	0,14840 (236)	0,21900 (1063)	0,32404 (348)	7,43 (1,11)
H(9)	0,04300 (184)	0,21500 (961)	0,05304 (252)	4,24 (1,11)

ces atomes sont soumis à un mouvement de rotation constant autour de l'axe c-c. Une dernière série d'affinements, en incluant tous les atomes de la structure,

abaisse le facteur de véracité jusqu'à la valeur de 6%. (e) Technique d'affinement: L'affinement de la structure a été réalisé à l'aide du programme écrit par

Tableau 4. Facteurs de structure observés et calculés

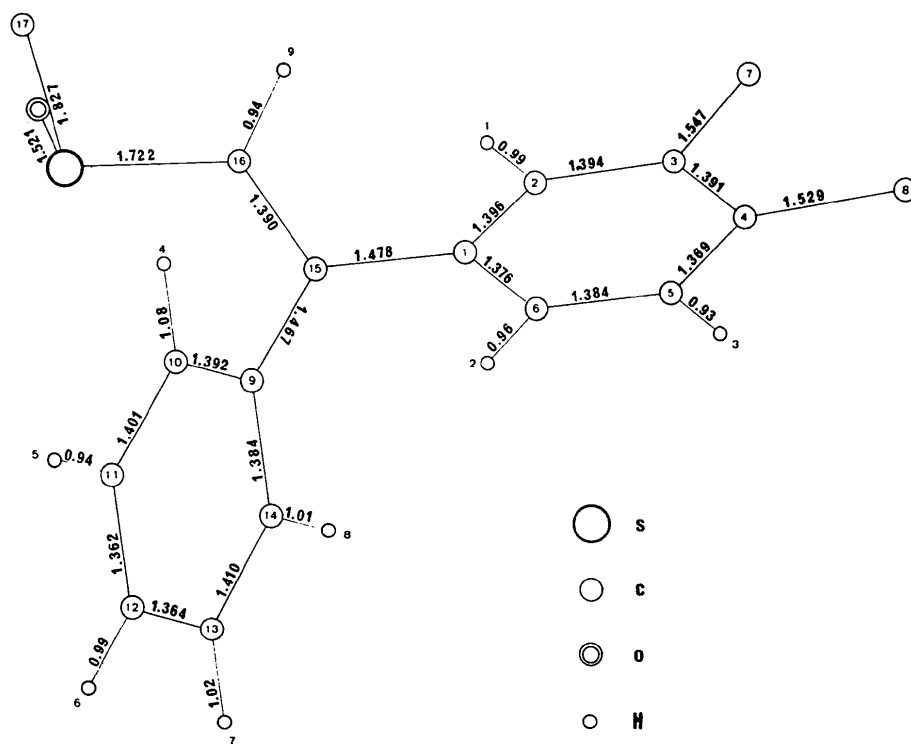
Table with multiple columns of numerical data representing structure factors. The columns are organized in groups, each with a header indicating the type of factor (e.g., K, PO, FC) and the corresponding Miller indices (h, k, l). The data values are arranged in rows corresponding to different reflections.



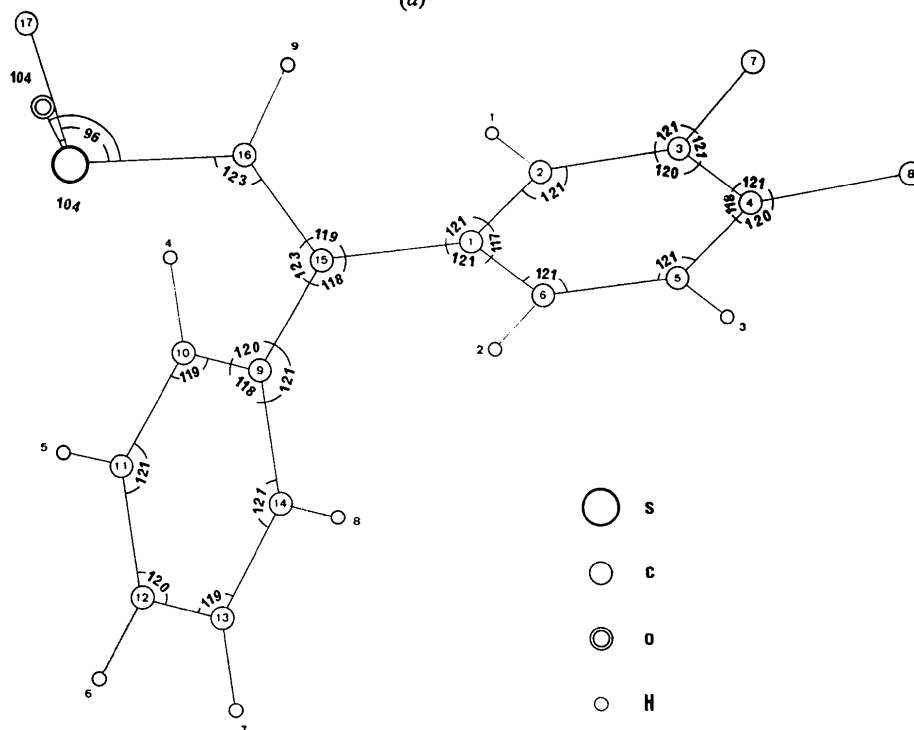


molécule vue selon l'axe binaire  $b$ . Les atomes formant les groupements vinyl, phényl sont, comme prévu, planaires. Les équations de leurs plans moyens, ainsi

que leurs écarts du plan sont consignés dans le Tableau 5. Ces équations montrent que les plans  $P_2$  (phényl non substitué) et  $P_3$  (phényl substitué) se trouvent de



(a)



(b)

Fig. 2. Distances et angles intramoléculaires.

part et d'autre du plan vinyl  $P_1$ . Les valeurs des angles  $P_1P_2$ ,  $P_1P_3$ ,  $P_2P_3$ , sont respectivement 67, 27 et 95°; il est intéressant de noter que l'orientation de  $P_2$ ,  $P_3$ , par rapport à  $P_1$  tend à minimiser l'interaction entre les atomes non liés des deux noyaux aromatiques. Les distances C-C [C(1) à C(6)] du groupement phényl varient de: 1,369 à 1,396 ± 0,010 Å et de 1,362 à 1,410 ± 0,010 Å pour les carbones du groupe phényl non substitué [C(9) à C(14)]. Ces valeurs sont en bon accord avec celles données par Sutton (1965) pour le type de liaison  $C_{ar}-C_{ar}$ . Les noyaux aromatiques sont reliés au groupe vinyl par l'intermédiaire du carbone

C(8), les distances C(15)-C(1) et C(4)-C(9) sont respectivement 1,478 ± 0,010 et 1,467 ± 0,090 Å, soit pratiquement la valeur donnée par Sutton pour le type de liaison  $C_{sp^2}-C_{sp^2}$  = 1,465 Å [Tableaux 6(a), (b)]. La liaison entre les carbones vinyliques C(16)-C(15) = 1,390 ± 0,009 Å au lieu de 1,335 Å, valeur généralement observée pour une double liaison carbone-carbone. Cette anomalie serait due à la présence d'un doublet libre du groupement sulfoxyde. En effet, il est maintenant généralement admis que le soufre dans le sulfoxyde est à l'état hybride  $sp^3$  et que la liaison S-O provient d'un recouvrement de type  $\sigma$  et  $\lambda$  d'un recouvrement partiel

Tableau 5. Equations des trois plans, les écarts moyens et les distances de certains atomes

	Écarts moyens	Erreur	Distances		Erreur
Groupe vinyl C(16), C(15), S, H(9), C(1), C(9) $0,0857x - 0,8495y + 0,5026z + 0,1162 = 0$	C(16)	-0,022	0,006		
	C(15)	0,039	0,006		
	S	-0,021	0,002		
	H(9)	0,031	0,009		
	C(1)	-0,010	0,006		
	C(9)	0,015	0,006		
Groupe phényl C(9), C(10), C(11), C(12), C(13), C(14) $+0,8185x + 0,5701y + 0,0710z - 2,216 = 0$	C(9)	0,016	0,007	C(16)	0,029
	C(10)	-0,015	0,009		
	C(11)	0,005	0,009		
	C(12)	0,005	0,009		
	C(13)	0,003	0,009		
	C(14)	0,007	0,009		
	C(12)	0,012	0,007	C(1)	0,056
	C(13)	0,019	0,007	C(17)	0,028
Groupe phényl substitué $0,1649x - 0,5260y + 0,934z - 1,5727 = 0$	C(14)	0,017	0,006	C(16)	0,09
	C(15)	0,008	0,006		
	C(6)	0,0001	0,007		
	C(7)	0,0019	0,007		

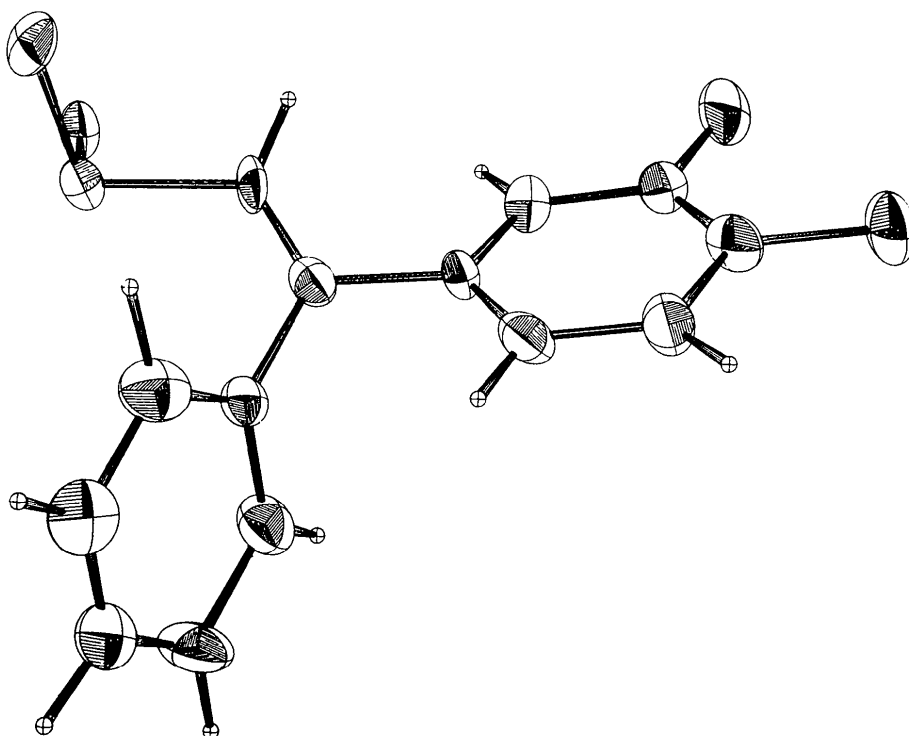


Fig. 3. Représentation de la molécule vue selon l'axe binaire  $b$ .



de type  $\pi$ , il en résulte que la liaison S-O présente un caractère intermédiaire entre la double et simple liaison et qu'un résidu d'électronégativité de l'atome d'oxygène (Johnson, 1968) allonge la distance C(16)-C(15) par un effet de recouvrement *anti*-liant sur la liaison  $\pi$  de la double liaison vinylique. Le groupement sulfoxyde est lié à la molécule par l'intermédiaire du carbone C(16), la distance S-C(16) =  $1,772 \pm 0,008$  Å est sensiblement plus courte que la valeur observée par de la Camp & Hope (1970) dans le méthyl *p*-tolyl sulfoxyde, les distances S-O, S-C(17) sont respectivement  $1,536$  et  $1,849 \pm 0,01$  Å; l'ensemble des quatre atomes S, O, C(15), C(16) forme une pyramide; il est intéressant de préciser les angles de liaison C-S-O, C-S-C et de les comparer avec les valeurs trouvées dans la littérature:

	Angles C-S-O	Angles C-S-C
Hine (1962)		
Méthyl L-cysteine sulfoxyde	107° 5'	
De la Camp & Hope (1970)	105° 5'	97° 50'
Méthyl <i>p</i> -tolyl sulfoxyde		
Cas présent	103° 73'	96° 50'
MPVS	104° 28'	

(b) *Cohésion cristalline*

Chaque molécule est reliée à quatre voisins par un ensemble tridimensionnel de liaisons de van der Waals intermoléculaires (Fig. 4), certaines d'entre elles sont particulièrement fortes C(17)-H(9) = 2,96, C(12)-C(16)

Tableau 6. *Longueur de liaisons intramoléculaires (Å) et angles de liaison (°)*

(a) Longueur de liaisons

Distances C-C le groupe phényl substitué			Distances C-C le groupe phényl non substitué		
	<i>d</i>	$\sigma \times 10^3$		<i>d</i>	$\sigma \times 10^3$
C(2)-C(3)	1,394	7	C(9)-C(10)	1,392	7
C(3)-C(4)	1,391	7	C(9)-C(14)	1,389	6
C(2)-C(1)	1,396	7	C(10)-C(11)	1,401	7
C(1)-C(6)	1,376	7	C(11)-C(12)	1,362	7
C(5)-C(6)	1,384	8	C(12)-C(13)	1,364	9
C(4)-C(5)	1,369	8	C(13)-C(14)	1,410	7
C-CH <sub>3</sub>					
C(4)-C(8)	1,529	9			
C(3)-C(7)	1,547	8			
Le groupe vinyl			Distances C-H		
C(1)-C(15)	1,478	7	C(2)-H(1)	0,993	42
C(15)-C(9)	1,467	7	C(6)-H(2)	0,959	47
C(16)-C(15)	1,390		C(5)-H(3)	0,931	42
Dans Le groupe sulfoxyde			C(10)-H(4)	1,082	48
S-C(16)	1,772	6	C(11)-H(5)	0,935	62
S-C(16)	1,722	4	C(12)-H(6)	0,987	52
S-C(17)	1,827	4	C(16)-H(9)	0,944	46
S-O	1,521	3	C(13)-H(7)	1,025	53
			C(14)-H(8)	1,011	62

(b) Angles de liaison

O-S-C(16)	104,28	0,21	C(3)-C(4)-C(5)	118,50	0,46
O-S-C(17)	103,73	0,21	C(5)-C(4)-C(8)	120,09	0,46
C(16)-S-C(17)	96,50	0,22	C(3)-C(4)-C(8)	121,40	0,45
S-C(16)-H(9)	116,02	4,21	C(10)-C(9)-C(14)	118,35	0,45
S-C(16)-C(8)	123,22	0,36	C(15)-C(9)-C(14)	121,30	0,43
			C(15)-C(9)-C(10)	120,30	0,43
C(2)-C(3)-C(7)	119,25	0,44	C(9)-C(10)-C(11)	119,30	0,49
C(2)-C(3)-C(4)	119,69	0,45	C(9)-C(10)-H(4)	123,26	2,87
C(4)-C(3)-C(7)	121,06	0,45	C(11)-C(10)-H(4)	117,42	2,87
			C(10)-C(11)-C(12)	121,60	0,53
C(3)-C(2)-C(1)	121,52	0,44	C(10)-C(11)-H(5)	123,95	2,78
C(1)-C(2)-H(1)	117,62	2,33	C(12)-C(11)-H(5)	124,5	3,78
C(3)-C(3)-H(1)	120,73	2,33	C(11)-C(12)-C(13)	120,20	0,54
C(2)-C(1)-C(6)	117,45	0,42	C(11)-C(12)-H(6)	119,41	3,126
C(2)-C(1)-C(15)	121,28	0,40	C(13)-C(12)-H(6)	119,91	3,126
C(15)-C(1)-C(6)	121,23	0,41	C(1)-C(15)-C(16)	119,14	0,40
			C(1)-C(15)-H(9)	117,52	0,38
C(1)-C(6)-C(5)	121,13	0,45	C(16)-C(15)-H(9)	123,16	0,41
C(1)-C(6)-H(2)	117,04	2,82			
C(5)-C(6)-H(2)	121,70	2,82			
C(6)-C(5)-C(4)	121,66	0,48			
C(6)-C(5)-H(3)	122,07	2,54			
C(4)-C(5)-H(3)	116,75	3,54			

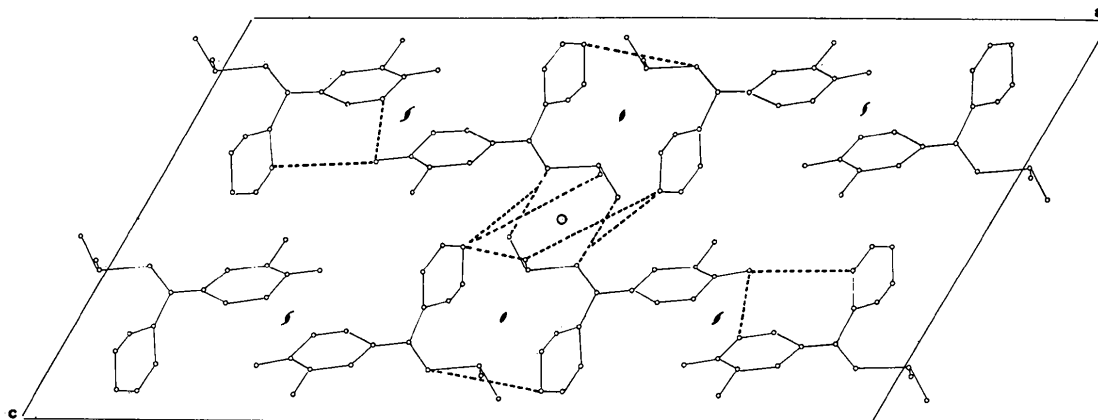


Fig. 4. Structure cristalline de méthyl [phényl-2(diméthyl-3',4'-phényl)-2]vinyl sulfoxyde

=3,59, les rayons de van der Waals du carbone et de l'hydrogène sont de l'ordre de 2,0 et 1,2 Å (Pauling, 1965). La cohésion entre molécules équivalentes autour d'un centre de symétrie ou un axe hélicoïdal est renforcée par de nombreuses liaisons entre les atomes de carbone intermoléculaires (Tableau 7). Notons que les liaisons C-H jouent un rôle important dans cet assemblage, notamment la liaison C(17) avec l'hydrogène vinylique H(9).

Tableau 7. *Liaisons intermoléculaires*

O-C(10)	3,412	1	0, -b, 0
O-C(17)	3,570	$\bar{1}$	0, -b, 0
O-C(2)	3,660	$\bar{1}$	0, 0, 0
O-C(16)	3,382	$\bar{1}$	0, 0, 0
O-H(1)	3,064	$\bar{1}$	0, 0, 0
O-H(9)	2,491	$\bar{1}$	0, 0, 0
O-H(6)	2,683	2	0, -b, 0
O-H(4)	2,433	1	0, -b, 0
C(8)-H(2)	3,144	$2_1$	0, -b, 0
C(8)-H(8)	2,967	$2_1$	0, 0, 0
C(3)-H(6)	3,224	C	0, b, 0
C(5)-C(17)	3,639	1	0, b, 0
C(5)-H(3)	3,082	$2_1$	0, -b, 0
C(11)-C(11)	3,688	2	0, 0, 0
C(12)-C(16)	3,594	2	0, 0, 0
C(12)-C(17)	3,756	C	0, b, 0
C(16)-C(16)	3,554	$\bar{1}$	0, b, 0
C(17)-H(9)	3,862	$\bar{1}$	0, b, 0
C(7)-H(3)	3,266	1	0, b, 0
C(7)-H(6)	3,159	C	0, b, 0

### Conclusion

Cette étude a permis de confirmer les interprétations du spectre de r.m.n. de la molécule MPVS et de préciser la nature des liaisons intermoléculaires et l'orientation des plans phényles par rapport au plan vinyl.

Les auteurs tiennent à remercier Monsieur le Professeur E. F. Bertaut pour l'intérêt qu'il porte à leurs travaux ainsi que Monsieur B. Jacrot, Sous-Directeur de l'Institut Max von Laue-Paul Langevin, d'avoir mis le diffractomètre AED-Siemens à leur disposition.

### Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. D. (1968). NRC Crystallographic programs for IBM/360 System. *World List of Crystallographic Computer Programs*, 2nd ed. Appendix, p. 52.
- CAMP, U. DE LA & HOPE, H. (1970). *Acta Cryst.* **26**, 846.
- FILLION, H. & TRANQUI, D. (1972). *Bull. Soc. Chem. Fr.* A paraître.
- GERMAIN, G. & WOOLFSON M. M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 91.
- HINE, R. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 635.
- JOHNSON, C. R. (1968). *Quart. Rep. Sulfur Chem.* **3**(2), 91.
- PAULING, L. (1965). *The Nature of the Chemical Bond*. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- SUTTON L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. London: The Chemical Society.